

A 69.117
Case 11.715 JRH (AMS)

24 JUL. 1963



287554

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 30 de Abril de 1963, con el número 287.554

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

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

"UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR NEGRO DE HUMO"

Esta invención se refiere a un procedimiento mejorado para la producción de negro de humo por combustión incompleta de hidrocarburo en un horno, seguida por la separación del negro de humo desde el humo resultante de dicha combustión, y por la granulación en húmedo del negro de humo separado. La adición de una sustancia que comprende un metal alcalino de número atómico de por lo menos 19 a la zona de combustión incompleta de dicho horno, en cantidad comprendida entre 2 y 10.000 partes en peso de metal alcalino por millón de partes en peso de negro de hu-

5

10



mo producido, y la granulaci3n en h3medo y el secado del negro de humo resultante, da como resultado la producci3n de gr3nulos secos que tienen por lo menos una de las siguientes ventajas sobre los gr3nulos producidos de manera similar sin dicha adici3n de metal alcalino:

- 5 (1) Un mayor porcentaje de gr3nulos secos retenidos por un tamiz de malla 35.
- (2) Una mayor densidad del negro de humo granulado y seco, en gramos por cent3metro c3bico.
- 10 (3) Un porcentaje mucho m3s peque1o de finos en los gr3nulos secos procedentes del granulado en h3medo.
- (4) Un 3ndice de compacidad m3s elevado en kilos para los gr3nulos secos.
- 15 (5) Un porcentaje m3s peque1o de gr3nulos secos de tama1o indebidamente grande.
- (6) Un reducido porcentaje en peso de humedad en dichos gr3nulos secos procedentes del granulado en h3medo.
- 20 (7) Una capacidad del secador aumentada para gr3nulos h3medos en kilos por hora.
- (8) Menor tiempo de parada de los granuladores en h3medo, en horas por d3a.
- (9) Menor ca3da de presi3n a trav3s del filtro de
25 bolsa.
- (10) Menor p3rdida de negro de humo en forma de polvo desde el secador con el gas de purga del secador.

Al mismo tiempo, la producci3n en kilos de negro de humo por litro de aceite, permaneci3 igual que en la

30

287554



técnica anterior, mientras que la velocidad de producción en kilos de negro de humo por horno y por hora, aumentó desde 418,6 hasta 447.

5 Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento mejorado para producir y granular en húmedo negro de humo, y proporcionar un gránulo de negro de humo mejorado como producto. Otro objeto es obtener una o más de las diez ventajas en el granulado en húmedo enumeradas arriba. Un objeto más es obtener una o más de estas
10 diez ventajas en el granulado en húmedo, sin rebajar los valores del módulo de caucho del caucho que contiene el negro de humo producido por este procedimiento. Otro objeto es aumentar la velocidad de producción de negro de humo por horno y por hora, mientras se mantiene la calidad elevada.
15 vada.

De acuerdo con la presente invención, se proporciona un procedimiento para producir negro de humo granulado, que comprende introducir un hidrocarburo reaccionante en una zona de combustión, y someter dicho hidrocarburo a combustión incompleta, caracterizado por introducir
20 en dicha zona durante dicha combustión incompleta, de 2 a 10.000 partes en peso de metal alcalino de un número atómico de por lo menos 19, por millón de partes en peso de negro de humo producido, granular después en húmedo el negro de humo y secar el mismo.
25

Con 10 partes por millón de cloruro potásico añadidas al aceite de alimentación, la zona de enfriamiento brusco por agua se desplazó 35 cm aguas arriba en el horno, y aumentó la entrada de aire, aceite y gas en el horno, aumentaron realmente los valores para ensayo del módulo
30

21



lo al 300% en el caucho, mientras que en la técnica anterior el uso de los compuestos de potasio ha estado limitado debido a que reducían siempre el módulo del caucho en grandes cantidades. Al mismo tiempo, la producción en kilos de negro de humo por litro de aceite permaneció igual que en la técnica anterior, aunque la velocidad de producción en kilos de negro de humo por horno y por hora aumentó desde 447 a 512.

Con el fin de que la invención pueda ser más completamente entendida, se describirá a continuación a título de ejemplo, con referencia a los dibujos que se acompañan, en los cuales:

La Figura 1 es una vista esquemática en alzado, con algunas partes en sección transversal para mostrar los detalles de construcción del horno de negro de humo en el que se efectuaron los ensayos de los ejemplos de la presente invención.

La Figura 2 es una sección transversal de la Figura 1, tomada a lo largo de la línea 2-2 mirando en la dirección indicada por las flechas.

La Figura 3 es una vista esquemática en alzado del aparato de granulado en húmedo y de un secador de gránulos húmedos similar al utilizado para efectuar los ensayos de los ejemplos de la presente invención.

En la patente U.S.A. número 3.010.794 de la técnica anterior, se añadieron compuestos de potasio a los materiales de alimentación de aceite de los procesos de los hornos de negro de humo, con el fin de reducir el valor del módulo del caucho que contenía el negro de humo resultante. Esta reducción del módulo no es conveniente para

287554



muchas aplicaciones del negro de humo en el caucho, y la patente no enseña cómo evitar la reducción de este módulo, conservando al mismo tiempo otras mejoras convenientes de bidas a la adición del potasio al material de alimentación. En el Ejemplo I, columna 3 de la patente, se indica que el negro producido con cloruro potásico fue mucho más fácilmente convertido en gránulos por medio de un procedimiento de granulación en seco en un tambor rotatorio, similar al de la patente U.S.A. número 2.503.361. Debido a las grandes diferencias en las operaciones de granulación en seco y de granulación en húmedo, la patente U.S.A. número 3.010.794 no indica que los compuestos de potasio tengan un efecto favorable sobre la granulación en húmedo del tipo mostrado en la patente U.S.A. número 3.017.662. Esto es debido a que la granulación en húmedo es facilitada por factores diferentes de los que facilitan la granulación en seco.

Por ejemplo, si el fotelómetro del negro de humo es elevado, es más difícil granular en un molino en seco, mientras que en un molino en húmedo cuanto más elevado sea el fotelómetro del negro de humo, más fácil es de granular. Para granular en seco el Philblack A, que es un negro de humo de horno, es conveniente que tenga un fotelómetro de solamente 60 a 70, y si el fotelómetro es de más de 80, el negro de humo no puede ser granulado en seco ya que todo se convierte en finos y negro suelto en el tambor de granulación en seco. Sin embargo, para efectuar una buena granulación en húmedo el fotelómetro debe ser de 75 a 84 ó incluso más alto. Estos valores de fotelómetro son los del negro de humo tomados a la salida del reactor 34

887554



de la Figura 1 con cloroformo, como se describe en la patente U.S.A. número 3.009.784 en la columna 2 línea 43 hasta la columna 3 línea 13. La granulación en seco se mejora disminuyendo el tamaño de las partículas de negro
5 suelto medido por el área superficial, y rebajando la profundidad del lecho en el tambor rotatorio, mientras que en el granulado en húmedo estos factores no producen diferencias.

En vista de las enseñanzas de la patente U.S.A. número 3.010.794 y sus ejemplos I y II, de que el potasio rebajará siempre mucho el módulo del caucho que contiene el negro de humo como quiera que haya sido producido, no es de esperar que variando la posición de la zona de enfriamiento con agua y las proporciones de alimentación de
10 aire, gas y aceite de la presente invención, pueda ser realmente aumentado el módulo en lugar de ser rebajado. La patente U.S.A. número 3.009.784 no indica que este módulo pueda ser aumentado así, porque no se utiliza potasio. Al desplazar la zona de enfriamiento aguas arriba,
15 la patente indica en la Tabla II disminuir la proporción de aceite, mientras que la presente invención aumenta la proporción de aceite para restablecer el valor del módulo del caucho. Los ensayos 10 a 22 de la Tabla V de la patente que emplean elevadas proporciones de aire, aceite y
20 gas, se efectuaron con la zona de enfriamiento por agua a 1,5 metros aguas arriba; véase columna 14, líneas 30 a 33.

Como se explica en la patente U.S. 3.010.794, no importa qué metal alcalino o compuesto de metal alcalino se utilice para la práctica de esta invención, en tanto
25 que el metal alcalino tenga un número atómico de por lo

24



menos 19, ya que todos los compuestos se descomponen en el horno liberando el metal alcalino. El potasio, el rubi-
dio, el cesio y el francio y todos sus compuestos, tienen el mismo efecto en un grado muy poco variable. Sin embar-
5 go, se prefiere el potasio porque es más barato, y el más preferido es el cloruro potásico. El nitrato potásico, sul-
fato potásico y oleato potásico tienen esencialmente el mismo efecto que el cloruro potásico, pero no se prefie-
ren porque el cloro liberado por el cloruro ayuda a la
10 reacción de formación de negro de humo, mientras que el nitrato es un agente oxidante y destruye algo de negro de humo. Una ventaja del oleato potásico es que es soluble en
aceite y puede ser añadido al tanque 41 en lugar de al 18, si se desea. Las cantidades de compuesto son indiferentes
15 en tanto que el metal alcalino contenido en ellas sea de 2 a 10.000 partes en peso de metal alcalino por millón de partes en peso del negro de humo producido, tal como se ha explicado arriba.

En la Figura 1, el horno de negro de humo designa
20 do generalmente por 11, es del tipo que se utilizó para efectuar los ensayos de los ejemplos de la presente inven-
ción. Es esencialmente el mismo tipo de horno que el mos-
trado en la patente U.S.A. 3.009.784, con la excepción de las posiciones alternativas 12 y 13 de la zona principal
25 de enfriamiento por pulverización de agua, que dependen de si la válvula 14 ó la válvula 16 están abiertas, y de que puede añadirse una solución acuosa de cloruro potási-
co procedente del tanque 17 a través de la conducción 18, al material de alimentación de la conducción 20, pulveri-
30 zándola a través de la tobera 21 dentro del horno, siem-



pre que se accione la bomba 22.

El horno 11 puede estar hecho enteramente de un material cerámico 23, tal como silimanita, alúmina u otro material refractario adecuado, pero con el fin de reducir el gasto es costumbre rodear el tubo refractario 23 con un material aislante del calor menos caro 24, que puede ser cualquiera de los que pueden adquirirse en el mercado, siendo una construcción más sólida el rodear el cuerpo del horno con una envoltura de acero 26 que puede estar construída de cualquier acero al carbono asequible y relativamente barato. El horno 11 contiene un ánima o cámara cilíndrica de diámetro variable, que comprende en series conectadas axialmente, la cámara de aire anular 27, la cámara de precombustión agrandada 28, la cámara de reacción 29, la cámara de enfriamiento secundaria 31 y el conducto de salida 30. Es posible practicar esta invención en este horno sin la cámara 27, si se puede limpiar el horno con frecuencia, pudiéndose eliminar la cámara 31 sin variar la práctica de la invención excepto en lo que se refiere al control de la temperatura del sistema de separación de sólido-gas designado generalmente como 32, que resultará más difícil sin las cantidades variables de agua de enfriamiento secundaria añadidas a través de los pulverizadores secundarios de enfriamiento 33.

Se pueden tomar muestras de negro de humo cuyo valor de fotelómetro puede ser medido como se ha expuesto arriba, colocando una bolsa filtrante de tela 35 permeable al gas e impermeable al negro de humo, sobre el extremo de salida 34 y abriendo, a continuación, la válvula 36 hasta que se recoge una muestra en la bolsa, escapando



se algo de gas a la atmósfera a través de la bolsa filtran
te durante el proceso de muestreo. Aunque se ilustra un
solo separador de filtro de bolsa como sistema de separa-
ción 32 de negro de humo del gas de salida, con la entra-
da 30, una salida axial 37 para el gas de salida, una sa-
5 lida axial inferior 38 regulada mediante una válvula en
estrella rotatoria 39 para negro de humo, y un tamiz o
bolsa filtrante 40 entre la entrada 30 y la salida del
gas 37, es evidente que puede sustituirse por cualquiera
10 de los otros muchos sistemas de separación de sólidos em-
pleados en la técnica anterior del negro de humo, sin a-
partarse de la presente invención. Por ejemplo, el siste-
ma de separación 32 puede ser sustituido por uno o más se-
paradores de tipo ciclón (no mostrados) o añadidos a la
15 conducción 30 con sus salidas de sólidos conectadas con
la salida axial inferior 38, como se expone en la patente
U.S.A. 3.009.784 en relación con la parte 24. Se puede me-
dir la caída de presión ΔP , a través de la bolsa filtran-
te 40, midiendo la presión en sus lados opuestos mediante
20 los dos manómetros de presión 45 y 50.

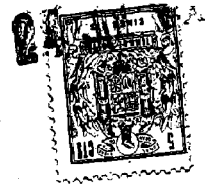
Para finalidades de ilustración, se utiliza un a-
ceite hidrocarbonado procedente del tanque 41 como alimen-
tación axial introducida en el horno a través de la tobe-
ra 21, siendo bombeada a través de la conducción 42 y de
25 la válvula 43 mediante la bomba 44. Este aceite puede ser
pulverizado en el horno en forma líquida, o puede ser pre-
calentado en el calentador 46 caldeado mediante cualquier
combustible disponible 47, tal como gas u otra fuente de
calor (tal como un calentador eléctrico no mostrado), ya
30 que en el calentador solamente tiene lugar un intercambio



de calor indirecto. El precalentamiento puede vaporizar de un 80 a un 100% del aceite en la tubería 42, o en la tubería 20 después de pasar a través de la válvula 43. En tales sistemas de bombeo se desea generalmente, pero no es absolutamente necesario, tener una conducción de seguridad para el escape de la presión 48 con una válvula de escape de presión 49. La válvula 43 y la válvula de escape 49 ayudan también a la bomba 22 a introducir cantidades controladas del aditivo 17 en la alimentación de la tubería 20.

Debe entenderse que en lugar de aceite hidrocarbonado procedente del tanque 41, se pueden emplear como alimentación en la conducción 20 otros flúidos carbonosos, tanto líquidos como líquidos vaporizados o gases, tales como metano, etano, propano, gasolina, queroseno, gas-oil, fuel-oil u otros hidrocarburos. Aunque la calidad y rendimiento del negro de humo producido variará con el BMCI (Índice de correlación del United States Bureau of Mines) de la alimentación elegida, la presente invención producirá el mismo tipo de variaciones en diverso grado con cualquier alimentación carbonosa elegida.

Con el fin de reducir o eliminar los depósitos carbonosos sobre la tobera 21, se ha encontrado conveniente inyectar una cantidad menor de gas alrededor de ella a través del anillo 27, conocido como gas de anillo, o aire. Para esta finalidad se han sugerido en la técnica anterior, aire, gas natural, metano, hidrógeno, vapor de agua, nitrógeno u otros gases inertes oxidantes o reductores, pudiéndose utilizar todos ellos en esta invención. Se prefiere utilizar aire solo, o aire y metano procedentes de



las conducciones de suministro 51 y 52, reguladas mediante las válvulas 53 y 54.

Con el fin de suministrar calor adicional al horno, se prefiere introducir un combustible fluido, preferiblemente gas natural, gas de hulla o gas de agua, o cualquiera que sea más barato y asequible, a través de las conducciones 56 junto con cualquier cantidad adecuada de gas que contenga oxígeno libre, preferiblemente aire, a través de las tuberías 57, introduciéndolo tangencialmente en la zona de precombustión 28 a través de los túneles tangenciales 58, como se muestra mejor en la Figura 2. Existen numerosos mecheros tangenciales en la técnica anterior, que pueden ser utilizados en lugar de los mecheros específicos preferidos 56 y 57. El deflector 59 es de gran ayuda para proporcionar un mejor mezclado del gas procedente de los orificios radiales del tubo 56 (cuyo extremo está preferiblemente cerrado), con el aire procedente de la tubería 57, pero no es esencial.

Un aceite líquido o vaporizado puede sustituir al gas combustible en la tubería 56. El combustible 56 puede ser el mismo que la alimentación 41, pero esto no es corriente, ya que generalmente se puede obtener un combustible más barato y de BNCI más bajo que la alimentación, el cual es más económico de utilizar. Generalmente, una gran parte del carbono del combustible 56 se quema para calentar la alimentación 41 la cual se convierte en gran parte en negro de humo, pero algo del negro de humo producido procede probablemente del combustible, dependiendo de las condiciones de combustión y del intercambio de átomos durante la reacción. Esta invención no depende en esta cues

287554



ción de si algo de carbono del negro de humo procede del combustible 56 o bien procede todo de la alimentación 41.

5 Aunque hay siempre un mercado pequeño para la pequeña cantidad de negro de humo flocculento producido en la conducción 38 de la Figura 1, la proporción mayor es generalmente granulada con el fin de reducir la cantidad de polvo generado en el manipulado del producto de negro de humo, mezclándolo con caucho en las instalaciones para la fabricación de cubiertas para automóviles, o utilizándolo en otros procesos.

10

Un aparato adecuado granulador en húmedo se muestra esquemáticamente en la Figura 3. En esta invención se puede emplear cualquier sistema conocido, tal como el que se muestra en las patentes U.S.A. 3.017.662, 2.949.349 ó 15 2.952.921. Algo del negro de humo procedente de la conducción 38 pasa a través de la conducción 38A al tanque de almacenamiento de negro de humo 62, desde el cual se suministra en cantidades controladas a través de la válvula en estrella 63 accionada por el motor 64, al interior del granulador en húmedo 66, en el cual se pulveriza líquido de granulación 67, en cantidades controladas mediante la 20 válvula 68. Aunque se puede emplear agua fría, se prefiere una solución diluida de azúcar o melaza y se prefiere calentar la misma en el calentador 69. El mezclado se ayuda preferiblemente mediante las espigas radiales 71 dispuestas helicoidalmente en el árbol 72 accionado por el motor 73.

25

Los gránulos húmedos resultantes se pueden llevar directamente a un secador 74 a través de la conducción 76 30 y de la válvula 77, o bien se puede cerrar la válvula 77

287554



5 y abrir la válvula 78, pesando los gránulos en la cinta pesadora 79 y puliéndolos en uno o más tambores pulidores 81, 82 y/u 83 situados en su trayecto hasta dicho secador 74, abriendo la válvula correspondiente 78A ó 78B y cerrando la válvula 77A ó 77B. El secador puede ser calentado por gas procedente de 84, transportándose el producto de gránulos secos a través del transportador 86, hasta el lugar de embarque o de almacenamiento, todo ello como se ha expuesto en dichas patentes sobre la granulación en húmedo.

10

En el secador 74, el gas procedente de 84 arde preferiblemente en los quemadores 87 en el anillo comprendido entre el cuerpo secador 74 y el tambor rotatorio 88, pasa a continuación como gas de purga a través de la tubería 89, y pasa axialmente a través del tambor rotatorio 88 por encima del lecho de gránulos de negro de humo existente en él, y sale por el conducto 91 que desemboca en un filtro de bolsa 92 (similar al filtro de bolsa 32) donde el gas de purga y el vapor de agua escapan a la atmósfera en 93, eliminándose los finos de negro de humo como sólidos a través de la tubería 94. Los filtros de bolsa 32 y 92 se muestran esquemáticamente, ya que se pueden emplear, como se sabe por la técnica anterior, una pluralidad de bolsas alargadas (no mostradas).

15

20

25

EJEMPLOS

Aunque en la práctica de esta invención puede resultar comercialmente práctico cualquier aceite hidrocarbonado con contenido de aromáticos con un BNCI por encima de 90, y aunque la invención puede dar buenos resultados

30

287554



con cualquier aceite o gas hidrocarbonado de EMCI mucho más bajo, se prefiere utilizar la porción más aromática y más pesada de un aceite de recicló procedente de una instalación de cracking catalítico. Dicha porción más pesada y más aromática puede ser obtenida, bien por fraccionamiento, como colas del aceite de recicló, o bien extrayéndola como extracto con un disolvente de aromáticos adecuado, tal como dióxido de azufre o furfural, separándola a continuación del disolvente por fraccionamiento. En la Tabla I, se dan cuatro aceites muy adecuados, y el aceite número C es el utilizado en los ensayos registrados en las otras tablas.

TABLA I

Propiedades de los materiales de alimentación.

Número del aceite	A	B	C	D
Descripción	Extracto con SO ₂	Colas del aceite de reciclaje de la instalación de cracking catalítico	Extracto con furfural	Colas del aceite de reciclaje de la instalación de cracking catalítico
Densidad API	11,0	3,5	2,9	3,9
Destilación a vacío 2C, 760 mm				
Primer destilado	243	238	321	236
5	292	313	352	312
10	308	343	365	344
20	321	371	379	372
30	337	387	391	387
40	349	404	401	403
50	<u>361</u>	<u>418</u>	<u>412</u>	<u>424</u>
60	377	430	425	446
70	405	456	437	471
80	438	504	450	490 (73%)

287554



TABLA I (Cont.)

90	463. (82%)	550 (82%)	468	
93			490	
Indice de correlación del Bureau of Mines	90,4	110,2	112,5	108,2
Viscosidad				
SUS 37,8°C	81,9	453,1	385,1	422,4
SUS 98,8°C	37,6	50,1	44,1	48,7
Carbono, % en peso	88,8	90,0	90,3	89,9
Hidrógeno, % en peso	9,5	8,7	8,4	8,6
Azufre, % en peso	1,29	1,41	1,17	1,50
Residuo carbonoso de Ramsbottom, % en peso	1,61	9,18	0,67	8,53
BS&W, % en volumen	0,17	0,10	0,11	0,10
Insoluble en pentano, % en peso	0,44	2,79	0,06	2,75
Punto de vertido, °C.	7,2	3,9	12,8	12,2
Punto de anilina, °C.	34,2	---	---	---
Indice de refracción, 20/D	1,5854	---	1,6375	---
Cenizas, % en peso	---	0,007	0,001	0,004



16
1
2
08
17
5
54



El horno utilizado en los ensayos de las tablas siguientes, fue como el mostrado en las Figuras 1 y 2. Las cámaras tenían las dimensiones dadas en la Tabla II.

TABLA II

5

<u>Cámara</u>	<u>Diámetro</u>	<u>Longitud</u>
Cámara anular 27	15 cm	75 cm
Cámara de precombustión 28	99 cm	30 cm
Cámara de reacción 29	30 cm	330 cm
10 Cámara de enfriamiento brusco 31	45 cm	180 cm
Cámara de túnel 58	30 cm	45,5 cm
		(promedio)

15

La distancia desde el principio del ensanchamiento entre las cámaras 28 y 29 (el extremo aguas arriba de la cámara de reacción) y la cámara de enfriamiento 12, era de 75 cm y entre dichas cámaras 28 y 29 y la cámara de enfriamiento 13 era de 110 cm. La distancia entre el extremo aguas arriba de la cámara de enfriamiento 31 y la

20

Como es natural, se pueden emplear en la invención otros tamaños de horno. Las longitudes permanecen iguales aunque varíen los diámetros, pero las velocidades óptimas de alimentación varían directamente con la potencia $2,3$ del diámetro de la zona de reacción, como sigue:

25

Diámetro de la zona de
reacción en centímetros:

Las velocidades de alimentación preferidas están por encima de es-
tos caudales:
Aire, m³ normales/hora (-)Gas, m³ norma- Aceite, litros/hora
les/hora

10,2	611	40,5	83,5
15,2	1.556	103,5	209
30,5	7.641	509,5	1.026
38,1	13.018	869	1.748
45,5	19.810	1.302	2.660

(-) Calculado como metano.

287554

24





La cámara 28 debe ser de mayor diámetro que longitud y de por lo menos dos veces el diámetro de la cámara 29. La cámara 29 debe ser de mayor longitud desde la cámara 28 hasta la cámara de enfriamiento 12, que su diámetro. Las dimensiones de las cámaras 27 y 31 no son importantes, ya que como se ha dicho arriba pueden ser eliminadas.

Aunque se pueden obtener buenos resultados en esta invención utilizando agua fría como líquido de granulación en la conducción 67 de la Figura 3, en los ensayos presentados a continuación, toda la granulación en húmedo se efectuó con 1,5% en peso de melaza en agua, calentada en el calentador 69 hasta 82°C. La cantidad puede variar ampliamente, pero, sin adición de metal alcalino por 18 de la Figura 1, se utilizaron cantidades aproximadamente iguales en peso de líquido de granulación y de negro de humo, mientras que con la adición de 10 partes de cloruro potásico por 18, por millón de partes de aceite en la tubería de alimentación 20, se necesitaron en la conducción 67 solamente 40 partes en peso de fluido de granulación por 60 partes de negro de humo. Esto redujo la carga en el secador 74, y ayudó a producir gránulos secos por la salida 86.

Como los ensayos preliminares (de los que no se da cuenta aquí) indicaron que se prepararon los gránulos mejores, sin la adición de sal de metal alcalino por 18, con un 50% en peso de fluido de granulación, mientras que los que se prepararon con adición de sal lo fueron con un 40% de fluido de granulación, se cree que lo más favorable es comparar los gránulos mejores preparados en cada procedimiento en vez de comparar los ensayos realizados

287554



con la misma cantidad exáctamente de flúido de granulación.

En los ensayos de los que se da cuenta en esta solicitud, los gránulos de negro de humo procedentes de la amasadora 66 pasaron a través de la válvula 77, de la conducción 76, de la válvula 77A y de la válvula 78B al interior de un solo tambor pulidor 83 que estaba provisto con un árbol con espigas en hélice semejante al 71 de la amasadora 66 accionado a unas 140 r.p.m, mientras que el árbol 71 giraba a una velocidad comprendida entre 330 y 350 r.p.m. Como las ventajas de esta invención aparecen en cualquier tipo de granulación en húmedo, estos detalles de la granulación en húmedo no se consideran como críticos, sino que se dan simplemente como la mejor manera que se ha encontrado para practicar esta invención.

En la Tabla IV se dan las velocidades de alimentación y de producción de cuatro ensayos representativos, ensayos 1 a 4. El Ensayo 1 era la operación original de la técnica anterior. En los Ensayos 2 a 4, se añadieron como solución acuosa, 10 partes de cloruro potásico a través de la conducción 18, por cada millón de partes en peso de aceite en la conducción 20. Aunque la cantidad de cloruro potásico en la solución acuosa de la conducción 18 es indiferente ya que se evapora en el horno, a fin de introducir exáctamente de unas 5 a 15 partes de cloruro potásico en un millón de partes de aceite, se prefiere una solución de cloruro potásico en agua de un 0,1 a un 1 por ciento en peso, habiéndose utilizado en los Ensayos 2 a 4 una solución al 0,25 por ciento. El Ensayo 3 difiere de los Ensayos 1 y 2 en que a través de la conducción 20, se

287554



suministraron 932 litros/minuto de aceite, en lugar de 875.

En el Ensayo 4, la zona de enfriamiento fue desplazada des
de la zona de enfriamiento 13 hasta la zona de enfriamien
to 12, aumentándose el aire y el gas tangenciales. En los
5 Ensayos 1 a 3, la zona de enfriamiento estaba a 110 cm. del
extremo aguas arriba de la cámara de reacción 29, mientras
que en el Ensayo 4 estaba solamente a 75 cm. de dicho ex-
tremo aguas arriba.

TABLA IV

Ensayo Nº	$\frac{m^3 \text{ normales}}{\text{hora}}$		Caudales de alimentación		Proporción de negro de humo		Longitud de la sección de reacción, centímetros
	Aire	Gas(1)	litros/hora Aceite	ppm. KCl	Kilos/litro de aceite	Kilos/hora por reactor	
1	6.905	424,5	855	0	0,5	418,5	111,8
2	6.905	424,5	855	10	0,5	418,5	111,8
3	6.905	424,5	912	10	0,5	447,2	111,8
4	7.754	477,5	1045	10	0,5	511,5	76,2

(1) 469,7 m³ normales de este gas equivalía en contenido en kilocalorías a 509,4 m³ normales de metano.

287554





El negro de humo producido en los Ensayos 1 a 4 de la Tabla IV, tenía las propiedades expuestas en la Tabla V.

TABLA V

Propiedades del negro de humo.

Ensayo Nº	Area superfi- cial de N ₂ , m/g	% de fotelóme- tro	Módulo al 300% de las muestras de caucho, kilos	
			15 minutos	30 minutos
1	116	100	785	940
2	116	100	712	862
3	110	96	753	912
4	116	93	794	958

24



287554



Una vez granulados en húmedo y secados como se ha indicado arriba, los gránulos de negro de humo secos de los Ensayos 1 a 4 tenían las propiedades expuestas en la Tabla VI, siendo los valores promedios de 9 muestras por cada ensayo. Las propiedades + 10, + 18, +35 y +60 del análisis de tamizado, se refieren al porcentaje en peso medio de gránulos que fueron retenidos por tamices en serie de malla 10, 18, 35 y 60, mientras que la porción -60 cayó a través del tamiz final de 24 mallas cm. La densidad es la de un montón suelto de gránulos, en gramos por centímetro cúbico. El índice de compacidad se mide en un cilindro hueco vertical (no mostrado), de aproximadamente 5 cm. de diámetro y unos 7,5 cm. de longitud, forzando un pistón contra la parte alta de los gránulos y compactando los contra el fondo cerrado de dicho cilindro, a presiones crecientes, hasta que se pueda separar dicho fondo cerrado sin que caigan los gránulos por estar entonces compactados por la presión de dicho pistón hasta formar una masa que se sostiene sola, cesando dicha presión antes de que se abra el cierre.

287554

TABLA VI

Propiedades de los gránulos de negro de humo secos.

Ensayo Nº	Análisis de tamizado: % retenido en los tamices				Densidad gramos/ cm ³	% de fi- nos en gránulos des	% de grá- nulos gran des	Indice de compeçidad Kg/cm ²	Contenido en agua % en pe- so	
	+10	+18	+35	+60						
	-60									
1	6,9	39,0	40,5	7,3	7,0	0,346	3,7	7,0	2,9	1,0
2	0,41	23,4	57,6	14,4	4,0	0,369	0,6	0,4	6,7	0,3
3	0,21	18,4	48,7	34,2	1,7	0,374	0,6	0,2	6,4	0,5
4	0,62	16,4	54,7	27,4	0,77	0,374	0,6	0,6	6,4	0,5

287554





Además, durante la granulación del Ensayo 1, la amasadora de gránulos 66 fue incapaz de funcionar un promedio de dos horas por día, mientras que en los Ensayos 2 a 4 fue incapaz de funcionar solamente durante 1/4 de hora por día. La capacidad del secador 74 era en el Ensayo 1 de 681 kilos/hora, mientras que en los Ensayos 2 a 4 era de 1362 kilos/hora. Los kilos de finos de negro de humo recogidos por hora en el filtro de gas de purga, fue de 65,8 en el Ensayo 1, de 20,5 en los Ensayos 2 y 3, y de 27,3 en el Ensayo 4. La caída de presión ΔP a través de la bolsa 40, medida por los manómetros 45 y 50, fue de 0,35 kilos/cm² en el Ensayo 1, de 0,12 kilos/cm² en el Ensayo 2, de 0,13 kilos/cm² en el Ensayo 3, y de 0,14 kilos/cm² en el Ensayo 4.

Por lo tanto, los datos de los Ensayos 1 a 4 demuestran todas las ventajas y realizan todos los objetos de la invención, como se expone al principio de la presente descripción.

Aunque para fines de ilustración se utilizó solamente un material de carga específico y se informó únicamente sobre algunos ensayos representativos, es evidente que la invención no está limitada a ellos.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 12 de Octubre de 1962, bajo el número 230.197, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.



N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se pre
sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente
de Invención en España, por VEINTE años, son los siguien-
tes:

1.- Un procedimiento para producir negro de humo
en gránulos o pellas, procedimiento que comprende las eta-
pas de introducir un hidrocarburo reactivo en una zona de
combustión y someter dicho hidrocarburo a combustión in-
completa, y caracterizado por el recurso de introducir en
dicha zona, durante dicha combustión incompleta, de 2 a
10.000 partes en peso de un metal alcalino de número ató-
mico igual o mayor que 19 por cada millón de partes en pe-
so de negro de humo producido, y después granular en húme-
do el negro de humo y secarlo.

2.- El procedimiento del punto 1, caracterizado
por el hecho de que el metal alcalino es el potasio.

3.- El procedimiento del punto 2, caracterizado
por el hecho de que el potasio se añade en forma de solu-
ción acuosa de cloruro potásico.

4.- El procedimiento del punto 1, 2 ó 3, caracte-
rizado por el hecho de que la granulación en húmedo se ha-
ce mezclando el negro de humo con menos de su peso, de
una solución acuosa de al menos 1% en peso de melaza.

5.- El procedimiento de cualquiera de los puntos
precedentes, caracterizado por el hecho de que dicho hidro-
carburo reactivo se introduce en una zona de combustión de
mayor diámetro que longitud, y además se introducen en di-
cha zona al menos 10 partes en peso de dicho metal alcali

287554



no, se hace que una masa de gas caliente envuelta helicoidalmente dicho hidrocarburo reactivo en dicha zona de combustión, se hacen pasar dicho hidrocarburo reactivo y dicho gas envolvente, corriente abajo, al extremo de corriente arriba de una zona de reacción cilíndrica en general, de menor diámetro que dicha zona de combustión y de mayor longitud que diámetro, y se enfrían rápidamente los gases calientes en la zona de reacción, introduciendo un refrigerante líquido en forma de atomización directamente en dicha zona de reacción a menos de 915 mm de dicho extremo de corriente arriba, estando dicha masa de gas caliente formada en parte, para una zona de reacción de 305 mm de diámetro, por la introducción tangencial, en dicha zona de combustión, de al menos 7.650 m³ normales de aire por hora, mientras dicho hidrocarburo reactivo se introduce en sentido axial en dicha zona de combustión a un caudal, medido como líquido, de al menos 1.000 litros por hora, variando los indicados caudales de introducción de aire y de hidrocarburo, para zonas de reacción de distinto diámetro, directamente con la potencia 2,3 de la relación de los diámetros de las respectivas zonas de reacción.

6.- Un procedimiento para producir negro de humo.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

287554



Esta Memoria consta de treinta hojas escritas a
máquina por una sola cara.

Madrid,

24 JUL. 1933

~~Ministro de Fomento~~
~~de Fomento~~
[Handwritten signature]

287554



287554

287554

W. J. Phillips

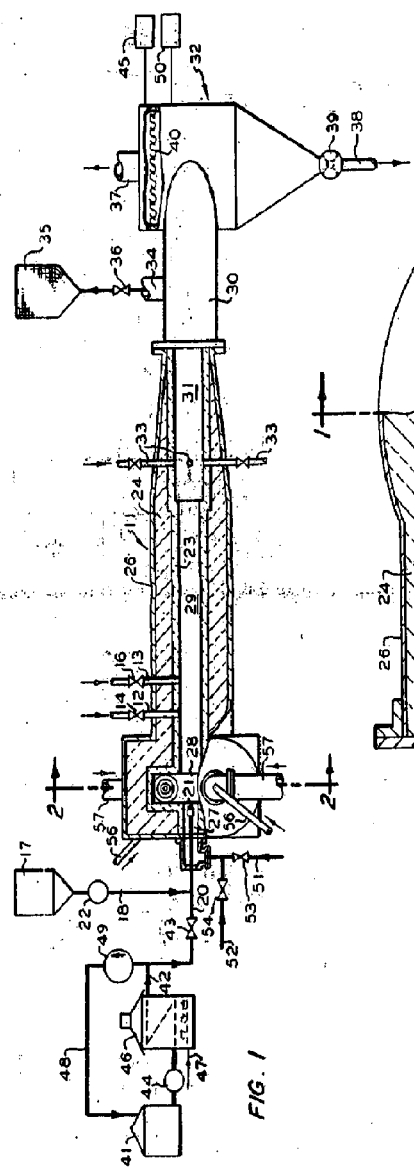


FIG. 1

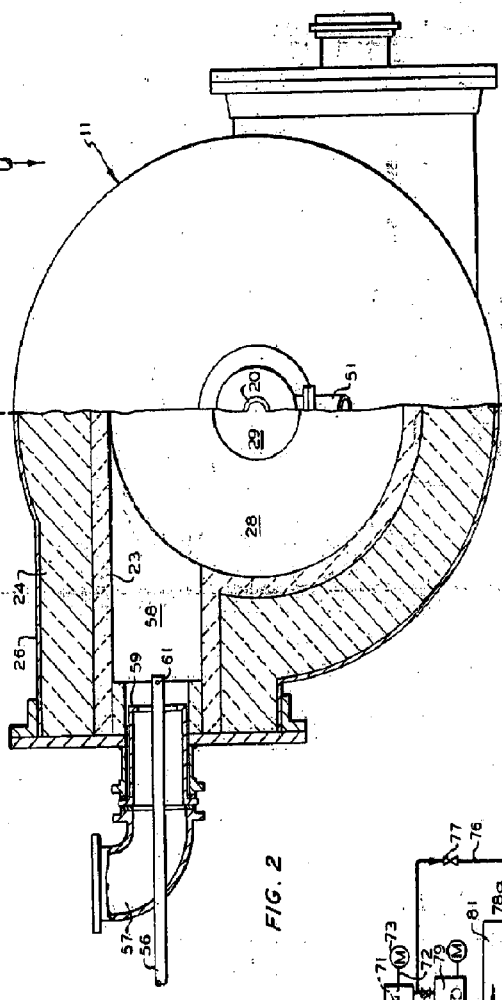


FIG. 2

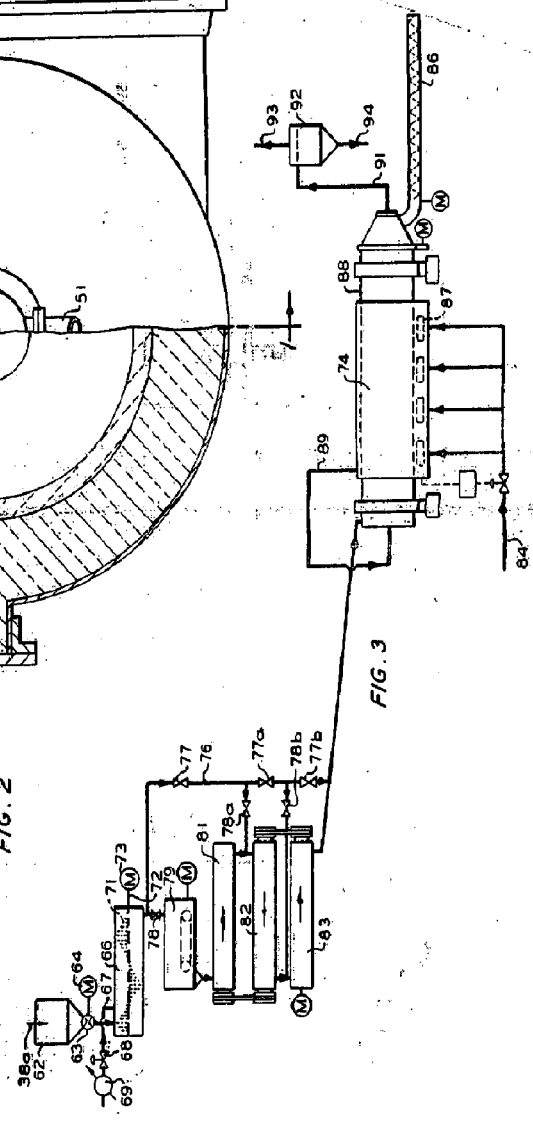


FIG. 3