

O.G. 15.646/mc 3



345704

PATENTE DE INVENCION:

MEMORIA DESCRIPTIVA

Sobre:

"UN PROCESO PARA LA FABRICACION DE ACEITE DE NEGRO  
DE CARBON".

-----

Solicitante: CONTINENTAL OIL COMPANY, sociedad norteamericana,  
domiciliada en 1000 South Pine Street. PONCA CITY,  
OKLAHOMA (U.S.A.).

-----

Inventores: Mr. John Henry Smith.  
Mr. Carl David Spangler.

-----

345704



Resumen del Descubrimiento:

Proceso para la fabricación de aceites utilizables como materia prima en la obtención de negro de carbón, mediante el re cracking térmico de un alquitrán obtenido del cracking térmico de un gas-oil de petróleo virgen, seguido de la recuperación de un alquitrán de re cracking adecuado para su utilización como aceite para negro de carbón.

Descubrimiento:

Fondo

Esta invención es un proceso para la producción de un aceite aromático de petróleo adecuado como materia prima para la fabricación de negro de carbón. Mas específicamente, el proceso implica el cracking térmico de un gas-oil de petróleo virgen seguido por el re cracking térmico del alquitrán obtenido en la operación inicial de cracking térmico, y de la recuperación de un alquitrán de re cracking adecuado para su empleo como materia prima para el negro de carbón ("Aceite de negro de carbón").

El negro de carbón es especialmente útil como relleno para mejorar las cualidades de desgaste del caucho natural y sintético. La industria del negro de carbón ha cambiado de los antiguos procesos del gas natural al empleo de hornos modernos diseñados para operar con diversos aceites como materia prima. La demanda de aceites de negro de carbón de alta calidad está tendiendo a exceder la fabricación. Esto resulta agravado por el desarrollo de usos competitivos de los aceites pesados altamente aromáticos como, por ejemplo, para la producción de coque de primera calidad.

Cuanto más alta sea la relación carbono a hidrógeno del aceite, más alto será el rendimiento de negro y también será mayor la capacidad de una planta dada. Las materias primas prefe



ridas son las ricas en aromáticos policíclicos debido que, al --  
contrario que las parafinas, los aromáticos pesados rinden muy -  
pocos hidrocarburos gaseosos con la pirólisis; un alto porcenta-  
je del carbono conténido es rendido como negro.

5. Los aceites de negro carbón son obtenidos frecuentemen-  
te mediante el cracking térmico de aceites cíclicos, constituyen-  
do el alquitrán de esta operación de cracking térmico el aceite  
de negro de carbón. Los aceites cíclicos a que se ha hecho refe-  
rencia son obtenidos en unidades de cracking térmico o catalíti-  
co. La Patente U.S. nº 2.764.527 descubre la producción de mate-  
ria prima de negro de carbón por medio del cracking térmico de -  
un aceite cíclico obtenido por cracking catalítico. La Patente -  
U.S. nº 2.895.895 descubre la fabricación de aceite de negro de  
carbón mediante el cracking térmico de una mezcla de un extracto  
15. de un aceite "lube" y de un aceite cíclico catalítico.

- Un alquitrán térmico altamente aromático puede ser pro-  
ducido por cracking térmico convencional de, esencialmente, cual-  
quier fracción de hidrocarburo siempre que esta fracción tenga -  
un punto de ebullición más bajo que el extremo delantero del al-  
quitrán producido. Por el contrario, si los rangos de ebullición  
20. de la materia prima y del alquitrán producido quedan muy super-  
puestos, el alquitrán del cracking térmico convencional será al-  
tamente aromático únicamente si la materia prima en sí es alta-  
mente aromática, ya que el alquitrán resultará más o menos dilui-  
do por componentes de la materia prima no afectados por el crac-  
king.  
25.

- Las especificaciones para los aceites de negro de car-  
bón son muy importantes, particularmente para el negro de carbón  
utilizado como aditivo para la goma. Por ejemplo, si el conteni-  
do en asfalteno del aceite de negro de carbón es demasiado alto,  
30.



3 OCT

el negro de carbón puede contener arenas, cosa que resulta indeseable. Las especificaciones para el aceite de negro de carbón de alta calidad son las siguientes:

- Gravedad,  $\rho$ A.P.I. . . . . 2.0 Max.
- 5. Gravedad específica . . . . . 1.0599 Min.
- Viscosidad, SSU, a 99°C . . . . 80 Max.
- Viscosidad, SSF, a 50°C . . . . 70/120.
- Asfaltenos, porcentaje en peso. 9.0 Max.
- Indice de correlación (C.I.). . 120 Min.
- 10. Azufre, porcentaje en peso. . . 1.75 Max.

El índice de correlación a que se hace referencia arriba fué desarrollado por el Bureau of Mines de los Estados Unidos, y denota la aromaticidad de un aceite. Este índice se calcula mediante la fórmula:

15. 
$$C.I. = \frac{48640}{K} + 473.7G - 456.8$$

donde:

- C.I. = índice de correlación del Bureau of Mines.
- K = punto medio de ebullición ( $\rho$ K) de la fracción.
- 20. G = gravedad específica a 15,5°C/15,5°C.

Breve resumen de la Invención.

Esta invención es un proceso de re cracking térmico de un alquitrán para incrementar su aromaticidad, con lo que es posible producir un aceite de negro de carbón de alta calidad mediante el cracking térmico de gas-oils vírgenes. Un alquitrán de una unidad convencional de cracking térmico (operando con una materia prima de gas oil vírgen) es alimentado a través de un serpentín separado de horno en el que sufre un re cracking para incrementar su aromaticidad. Los vapores que han sufrido el cracking son luego separados del efluente del horno de re cracking pa

25.

30.

- 5 - 345704



ra rendir un residuo de alta aromaticidad adecuado para su empleo como aceite de negro de carbón.

5. Para reducir al mínimo la formación de asfaltenos pesados en el re cracking, es conveniente efectuar esta operación con temperatura relativamente alta y corto tiempo de permanencia. Para evitar la coquización rápida de los tubos del horno de re cracking, es conveniente suprimir la vaporización en su interior y - mantener una alta velocidad del flujo líquido a su través. Es también deseable mantener una densidad de calor razonablemente uniforme alrededor de la circunferencia de los tubos del horno, particularmente en la última sección de tubos, los conocidos como "tubos empapadores", contribuyéndose así a evitar el coquizado - debido a densidades excesivas de calor localizado. Esto se consigue mejor encendiendo los tubos empapadores por ambos lados, Los 10. tubos calentadores pueden ser también encendidos ventajosamente por sus dos lados. 15.

#### Dibujos

La figura 1 es un diagrama simplificado de la marcha - de flujo ilustrando el proceso en su más básica forma.

20. La figura 2 es un diagrama del proceso del flujo, algo más detallado, de la forma de operación preferida.

#### Descripción Detallada.

25. Con referencia ahora a la figura 1, la alimentación de gas-oil virgen es introducida a través de la línea 2 en el fraccionador de cracking 1. La alimentación de gas-oil pasa del fraccionador al horno de cracking 3 que funciona bajo condiciones normales de cracking: 21,09 a 56,24 Kg/cm<sup>2</sup> de contrapresión y de -- 454,4°C a 537,7°C en la salida del horno.

30. El producto del horno de cracking es introducido en el fondo del fraccionador a través de la línea 4. El gas y productos



destilados son retirados de la parte superior del fraccionador, y los fondos de la torre son introducidos en la torre de evaporación instantánea de residuos 6. Los vapores de la torre de evaporación instantánea son devueltos al fraccionador, y los fondos, 5. (alquitrán térmico) son introducidos al horno de recracking de residuos 8 a través de la línea 7.

Los productos del cracking del horno de recracking de residuos 8 son alimentados al tambor de evaporación instantánea de alta presión 14, y los fondos de éste pasan, a través de la 10. línea 9, al tambor de evaporación instantánea a baja presión 10. Los vapores del tambor evaporador de alta presión son devueltos al fraccionador, y los vapores de tambor evaporador instantáneo de baja presión son devueltos a la torre de evaporación instantánea 6. El alquitrán de recracking del fondo del tambor de evaporación instantánea de baja presión, es el producto: aceite de negro de carbón. 15.

Con referencia a la figura 2, el gas-oil ligero y el gas-oil pesado procedentes de una unidad de vacío (no mostrada), son alimentados a través de las líneas 2a y 2b, respectivamente, 20. al fraccionador de cracking 1. El gas-oil ligero y el gas-oil pesado retirados del fraccionador son alimentados, a través de las líneas 2c y 2d a los hornos de aceite ligero y de aceite pesado 3a y 3b, respectivamente, y los productos de éstos fluyen a la zona de evaporación instantánea del fraccionador 1 a través de las 25. líneas 4a y 4b. Las dos corrientes, aceite ligero y aceite pesado, sufren el cracking en hornos separados para tener una mayor selectividad en las condiciones del cracking. El horno u hornos de aceite ligero tienen unas condiciones de salida de cerca de unos 537,7°C y 52,7Kg/cm<sup>2</sup>. El horno de gas-oil pesado tiene unas condiciones de salida de unos 496,1°C y unos 35,15Kg/cm<sup>2</sup>. El frac-- 30.

- 7 - 345704



ccionador está diseñado para operar a unos  $14,06\text{Kg}/\text{cm}^2$  en la parte superior de la torre. El gas y productos destilados son separados en la parte superior del fraccionador. El residuo del fraccionador pasa a través de la línea 5 la torre de evaporación instantánea a presión atmosférica 6. El vapor, es introducido en la torre de evaporación instantánea a presión atmosférica, a través de la línea 9. Las cabezas superiores de la torre de evaporación instantánea pasan al condensador 11, desde el cual los gases son evacuados y es retirada el agua a través de la línea 12, siendo los hidrocarburos condensados devueltos en parte a la torre de evaporación 6 y en parte al fraccionador 1. Los fondos (alquitrán térmico) de la torre de evaporación instantánea pasan al horno de re cracking de residuos 8 a través de la línea 7. En la línea 7 se inyecta vapor a través de la línea 13 para mantener el valor correcto de velocidad en los tubos y el tiempo de permanencia en el horno de re cracking. El horno de re cracking de residuos 8 está diseñado para funcionar en las condiciones siguientes:

- |     |  |   |
|-----|--|---|
|     | Densidad media de calor en la sección calentadora. . . . .                               | 86021-12903 B.T.U. hora/m <sup>2</sup>  |
| 20. | Densidad media de calor en la sección empapadora . . . . .                               | 43015-86021 B.T.U. hora/m <sup>2</sup>  |
|     | Temperatura (en salida de la - sección calentadora) . . . . .                            | 454,9°C - 496,1°C.  |
|     | Temperatura (en salida de la - sección empapadora). . . . .                              | 482,2°C - 509,9°C.  |
| 25. | Presión de salida en la sección empapadora . . . . .                                     | 10,54-70,3Kg/cm <sup>2</sup> , con preferencia de 10,54 a 21,08Kg/cm <sup>2</sup> , y mas preferentemente 14,06Kg/cm <sup>2</sup> . |
| 30. | Velocidad a través del serpen- tin (cifrada como alimentación líquida a 15,5°C). . . . . | 1,21-3,64metros/segundo, mas preferentemente - - 1,82-2,43metros/segundo.   |



El efluente del horno de re cracking pasa al evaporador 14 donde el gas y gasolina se evaporan instantáneamente del residuo y retornan a la zona de evaporación instantánea del fraccionador 1 a través de la línea 15. Los fondos del evaporador fluyen a la torre de evaporación instantánea de residuo 10 donde son condensados los gas-oils y devueltos, a través de la línea 17, al fraccionador 1. -  
5. El vapor es introducido en la sección de extracción de la torre 10 a través de la línea 18. El residuo del cracking (alquitrán) sufre una extracción al vapor en la torre evaporadora instantánea de re-  
10. siduo 10 y es retirado de la torre a través de la línea 20 para pasar al almacenamiento del producto. Este residuo del cracking o alquitrán, identificado en la figura 2 como alquitrán de re cracking, es el producto deseado, el aceite de negro de carbón. El vapor de -  
15. a través de la línea 21 para usarlo como vapor extractor en la torre de evaporación instantánea 6. Como alternativa, la línea 21a -- puede conducir a un sistema de vacío si se desea hacer trabajar la torre 10 bajo vacío.

EJEMPLO

20. Gas-oil ligero de vacío (línea 2a):

Gravedad: 28,7° A.P.I.; Peso Mol. 310.

Carga: 1.798,5m<sup>3</sup> a 15,5°C; 64 Kg/hora.

Temperatura: 232,2°C.

Aceite pesado de vacío (línea 2b):

25. Gravedad: 20,5° A.P.I.; Peso Mol 472.

Carga: 2.325,7m<sup>3</sup> a 15,5°C; 87,54Kg/hora.

Temperatura: 371,1°C.

Condiciones en el fraccionador 1:

Parte superior de la torre: 204,4°C; 14,06Kg/cm<sup>2</sup>.

30. Fondo de la torre: 437,7°C.



Alimentación de aceite ligero al horno 3a:

5.722,5 m<sup>3</sup>; 216,2 Kg/hora.

Alimentación de aceite pesado al horno 3b:

4.905 m<sup>3</sup>; 190,9 Kg/hora.

5. Horno 3a:

Temperatura de entrada 398,8°C; temperatura de salida 537,7°C

Presión de salida 52,7 Kg/cm<sup>2</sup>

Horno 3b:

Temperatura de entrada 393,3°C; temperatura de salida 496,1°C

10. Presión de salida 35,15 Kg/cm<sup>2</sup>.

Residuo a la torre de evaporación instantánea (línea 5):

Gravedad: 10,5° A.P.I.

437,7°C.

Velocidad de caudal 133,9Kg/hora; 3,312 m<sup>3</sup>

15. Torre de vaporación instantánea 6:

Presión 0,35 Kg/cm<sup>2</sup>; temperatura 371,1°C.

Vapor (línea 9): 3,51 Kg/cm<sup>2</sup>, saturado; 454 Kg/hora.

Alimentación al horno de recracking (línea 7):

Velocidad de caudal 1,440 m<sup>3</sup>; 59.877 Kg/hora.

20. Temperatura 371,1°C.

Vapor (línea 13): 42,18 Kg/cm<sup>2</sup>; 398,8°C; 226,8Kg/hora máx.

Horno de recracking 8:

Servicio 37,142,000 B.T.U./hora.

Condiciones de salida: 504,4°C, 16,17 Kg/cm<sup>2</sup>(2109Kg/cm<sup>2</sup>máx.).

25. Evaporador 14:

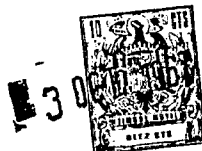
Presión 14,76 Kg/cm<sup>2</sup>; temperatura 448,8°C en la parte superior, 437,7°C en el fondo.

Torre de evaporación instantánea de residuo 10:

Ritmo de alimentación: 77,54 Kg/hora.

30. Vapor (línea 18): 7.361 Kg/hora; 3,515 Kg/cm<sup>2</sup>, saturado.

345704



Vacío completo hasta 0,3515 Kg/cm<sup>2</sup>

Temperatura (línea 21): 121,1°C.

El producto, alquitrán de recracking (línea 20), a razón de 1.105,m<sup>3</sup> (47,760,5 Kg/hora) es enfriado y pasado a almacenaje. -

5. Este producto cumple las especificaciones antes mencionadas para el aceite de negro de carbón de alta calidad.

Aún cuando en lo que antecede se han dado detalles específicos de una forma de operación preferida, con fines de ilustración, no deberá entenderse que la invención queda limitada a los mismos, -

10. sino que será limitada únicamente por lo establecido en las reivindicaciones anejas.

N O T A

- La Patente de Invención, que se solicita por veinte años para España, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer -
15. sobre: "UN PROCESO PARA LA FABRICACION DE ACEITE DE NEGRO DE CARBON" con Prioridad de la Demanda de Patente en U.S.A. Serial nº 623.387, de fecha 15 de Marzo de 1.967, según las características esenciales de las siguientes:

R E I V I N D I C A C I O N E S

20. 1ª.- Un proceso para la fabricación de aceite de negro de carbón, comprendiendo los pasos de cracking térmico de un gas-oil virgen, separación del alquitrán de los productos del cracking, el recracking térmico del alquitrán, y la separación del efluente del recracking como alquitrán de recracking adecuado para su empleo como
25. aceite de negro de carbón.

30. 2ª.- Un proceso para la fabricación de aceite de negro de carbón, según la reivindicación 1ª, en el que el primer paso de --- cracking térmico es realizado bajo condiciones convencionales de -- cracking térmico y en el que el paso de recracking es efectuado bajo condiciones de temperatura relativamente alta y corto tiempo de permanencia (alta velocidad a través del serpentín del horno).



3ª.- Un proceso para la fabricación de aceite de negro de carbón, según la reivindicación 2ª, en el que el paso de re cracking es realizado a unos 10,546-21,09 Kg/cm<sup>2</sup>, a unos 482,2-509,9°C en la salida del horno y a una velocidad a través del serpentín del horno

5. (cifrada como alimentación líquida a 15,5°C) de unos 1,219-3,658 -- m/segundo.

4ª.- Un proceso para la fabricación de aceite de negro de carbón, según la reivindicación 3ª, en el que la velocidad en el -- serpentín del horno es de 1,829-2,438 metros/segundo.

10. 5ª.- Un proceso para la fabricación de aceite de negro de carbón, según la reivindicación 2ª, en el que al menos los tubos de empapamiento del horno son encendidos por ambos lados.

6ª.- Un proceso para la fabricación de aceite de negro de carbón, según la reivindicación 3ª, en el que al menos los tubos de empapamiento del horno son encendidos por ambos lados.

15.

7ª.- Un proceso para la fabricación de aceite de negro de carbón, según la reivindicación 4ª, en el que al menos los tubos de empapamiento del horno son encendidos por ambos lados.

8ª.- UN PROCESO PARA LA FABRICACION DE ACEITE DE NEGRO DE CARBON.

20.

Según queda sustancialmente descrito en la presente Memo-

25.

.../...

- 12 - 345704

300



ria, que consta de doce hojas, escritas a máquina por una sola cara, acompañada de dibujos.

Madrid, 3 de Octubre de 1.967

CONTINENTAL OIL COMPANY,  
P. P.

FRANCISCO GARCIA CABRERIZO  
P. P.

Firmado: M.<sup>a</sup> Dolores Jorquera

5.



345704

345704

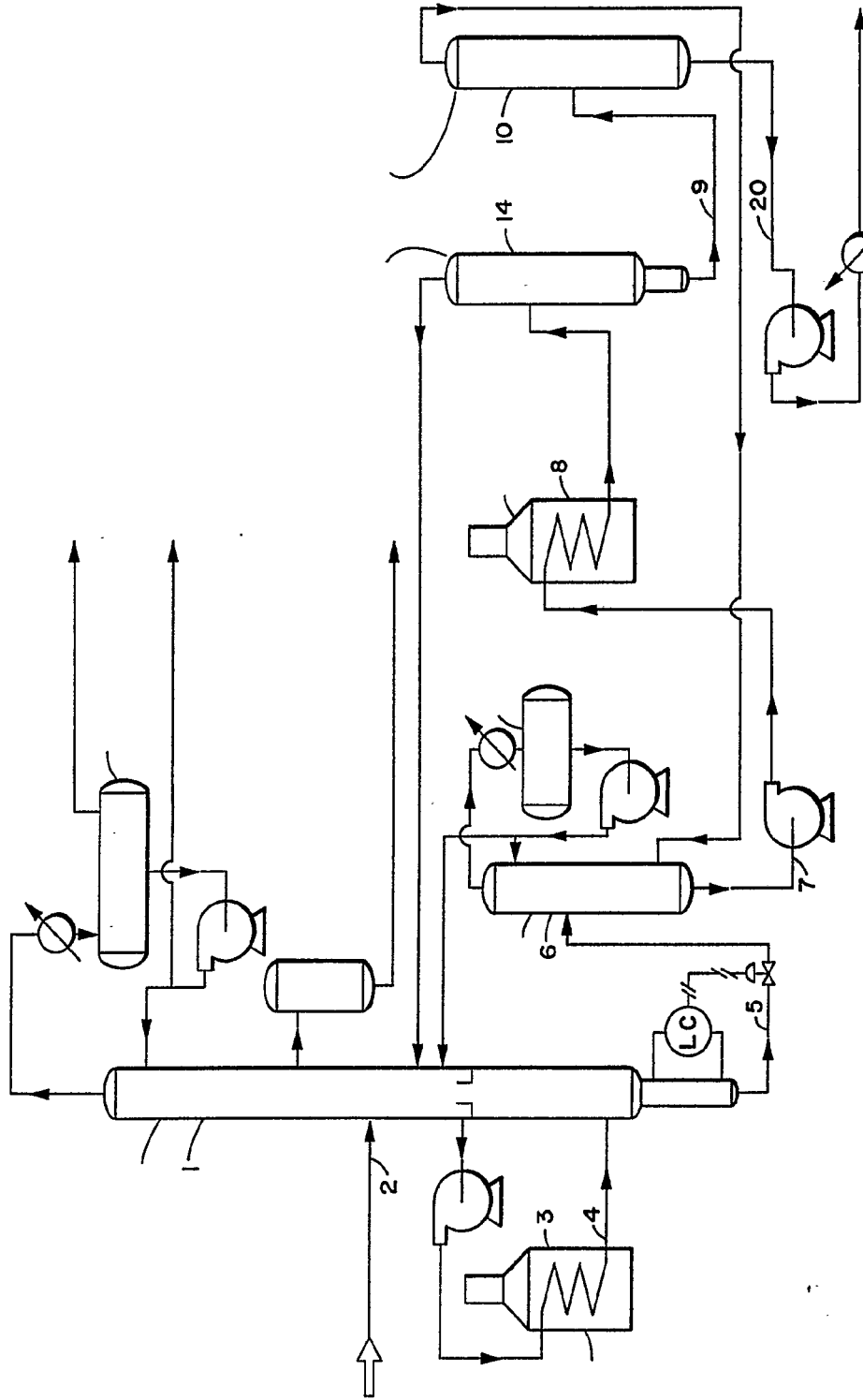


FIG. 1

3 OCT. 1971

Madrid.  
 CONTINENTAL OIL COMPANY  
 FRANCISCO GARCIA CARRERIG  
 P. R.  
 P. R.

Escala variable

345704

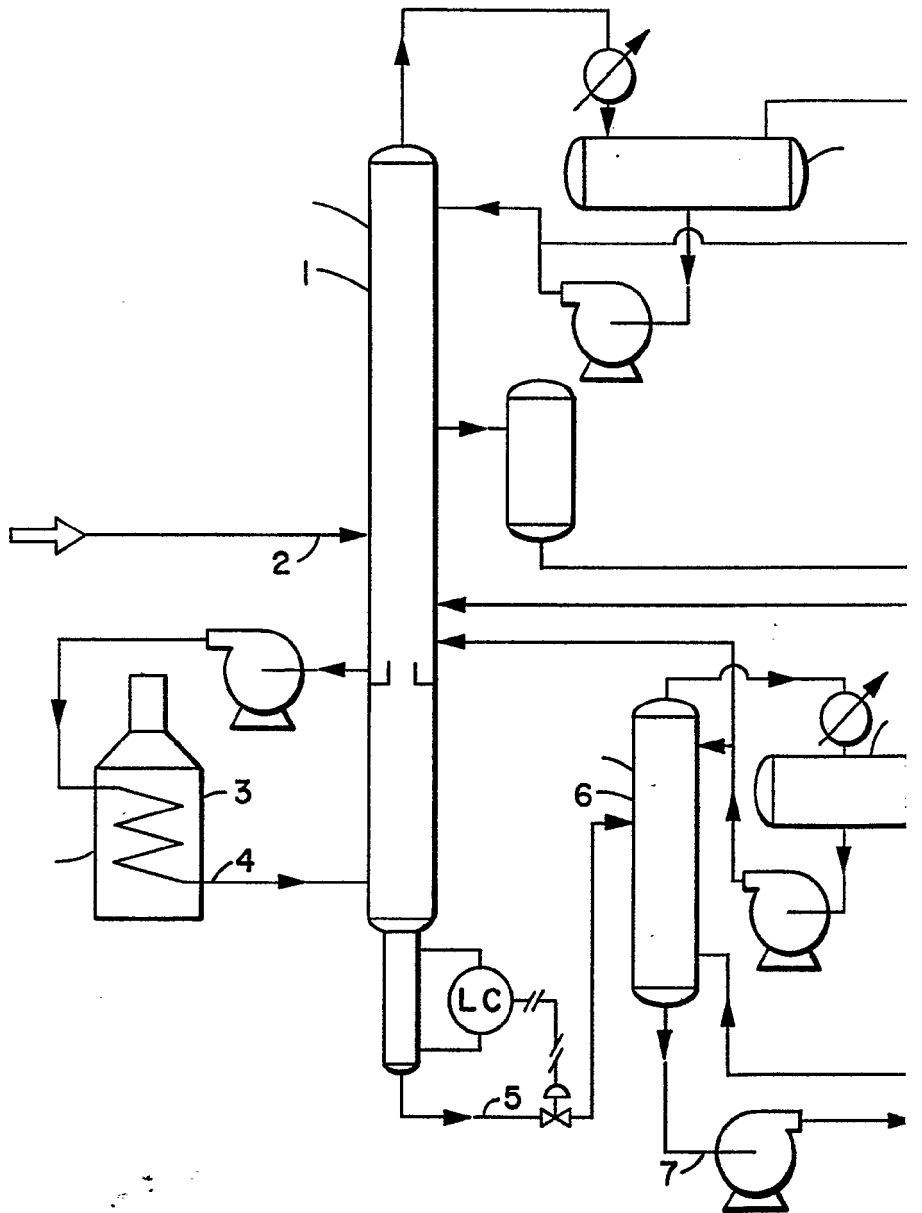


FIG.

Escala variable





345704

345704

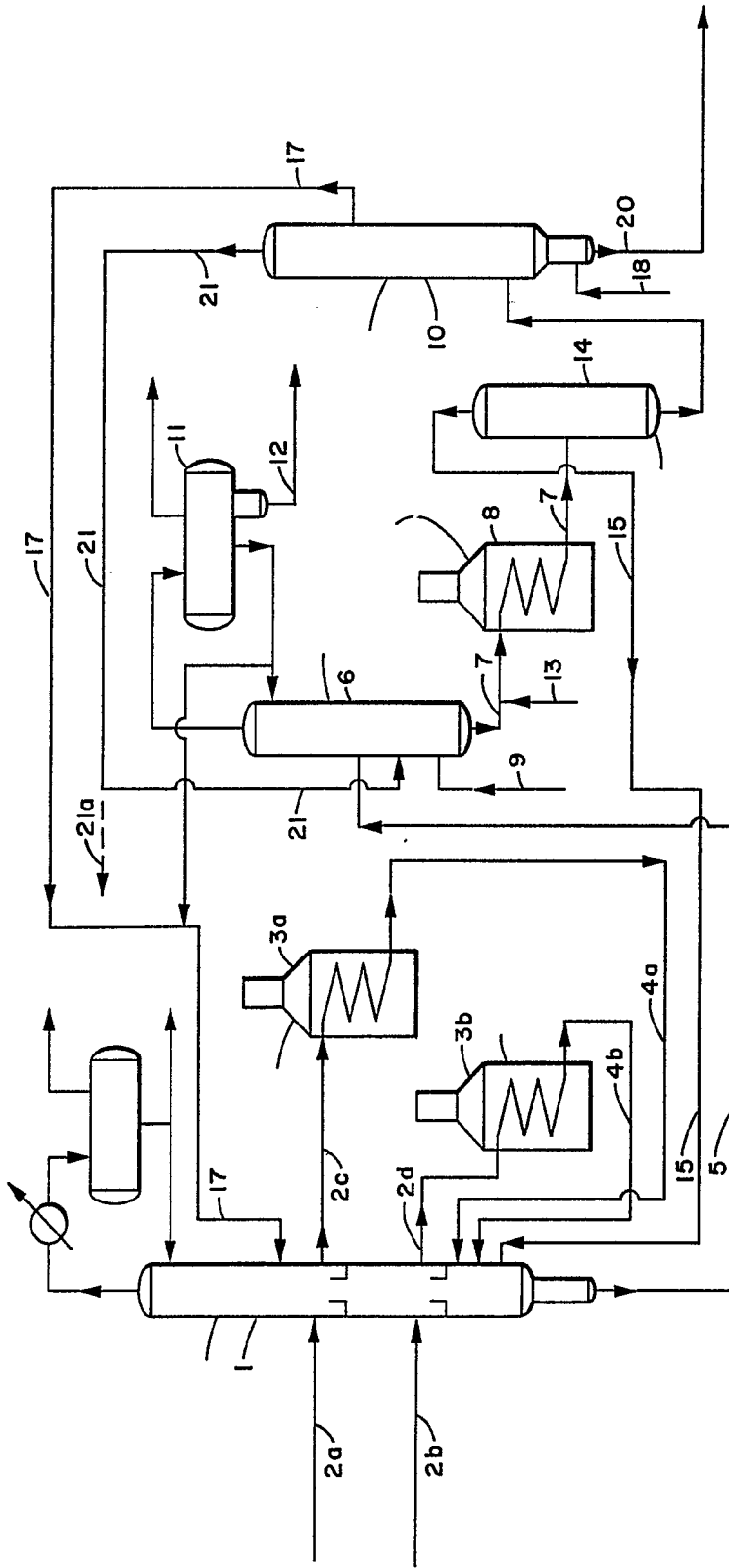


FIG. 2

3 OCT. 1957

Madrid,

CONTINENTAL OIL COMPANY

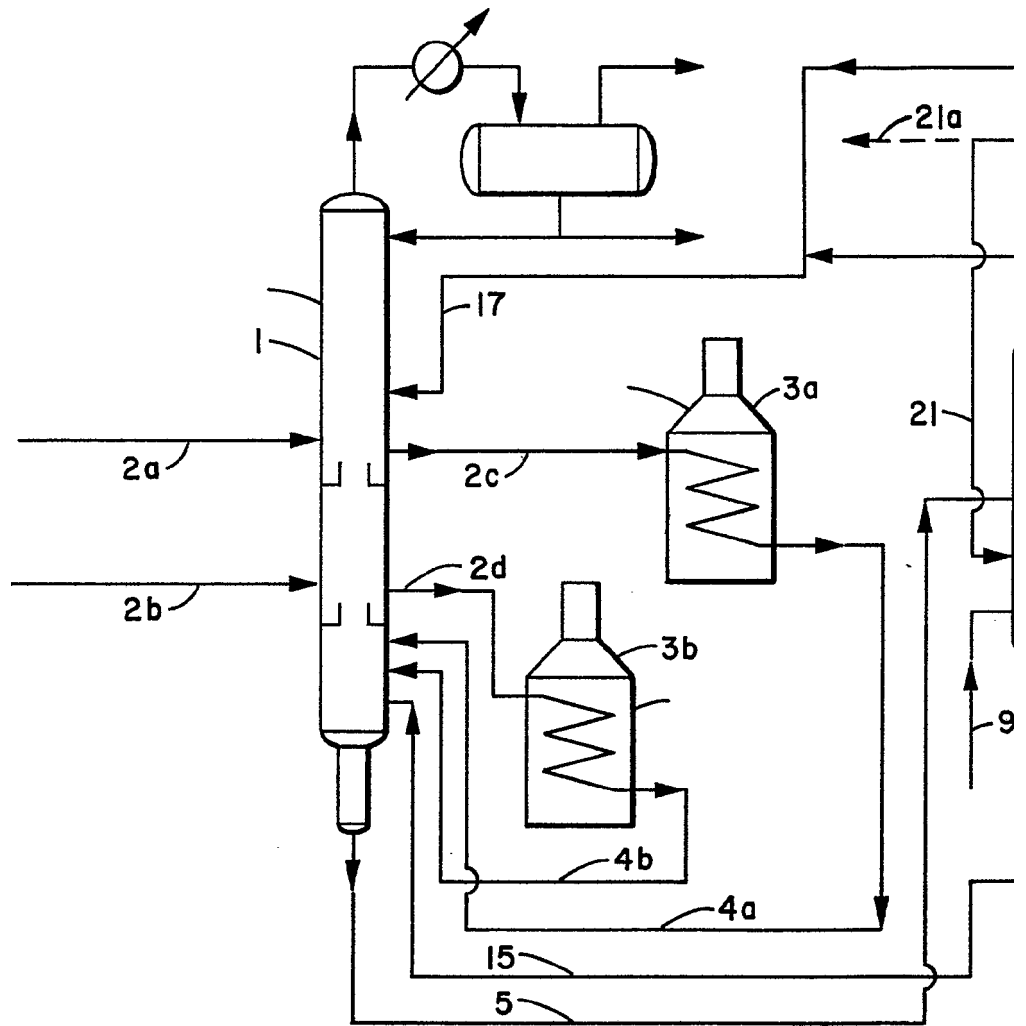
P. P.

FRANCISCO SALICRÚ CABRERO

P. P.

Revisado: M. Dolores G. G. G.

345704



*Escala variable*



345704

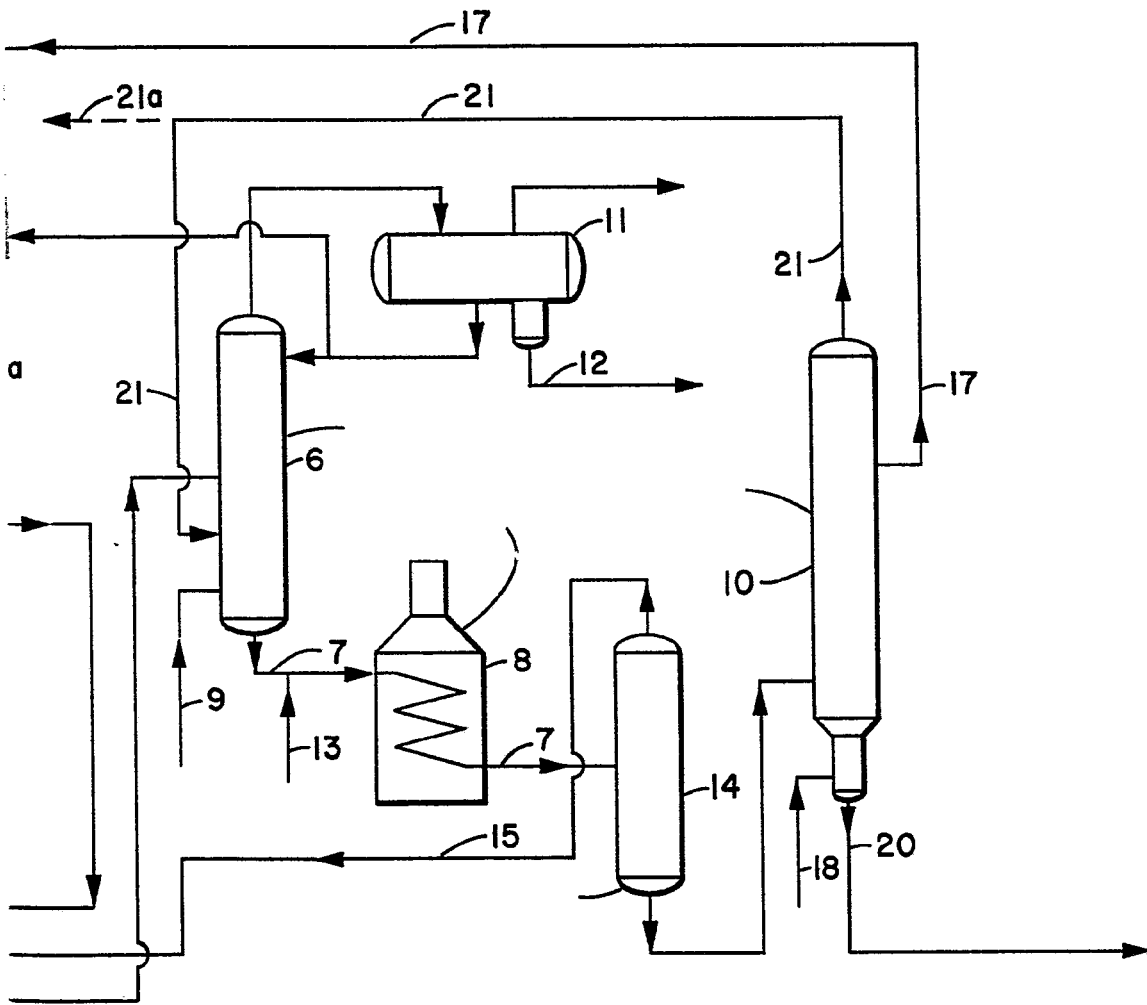


FIG. 2

Madrid, 3 OCT. 1957  
CONTINENTAL OIL COMPANY  
FRANCISCO GARCIA CABRERIZO  
P. P.

Redado: M.<sup>a</sup> Dolores Jorquera