

O.G. 16.384/mjb.



352576

PATENTE DE INVENCION

MEMORIA DESCRIPTIVA

Sobre:

"PROCESO Y APARATO PARA LA PRODUCCION DE NEGRO  
DE CARBON DE HORNO"

-----  
Solicitante: La Compañía Norteamericana: CONTINENTAL CAR-  
BON COMPANY, domiciliada en 4120 Southwest -  
Freeway. HOUSTON, TEXAS (U.S.A.).

-----  
Inventor: Theodore Allen Ruble.  
-----



Resumen del Descubrimiento.

5. Proceso y aparato para producir negro de carbón de horno, empleando como materias primas hidrocarburos se lectos, en una cámara de reacción cerrada en la que se in troduce vapor recalentado durante la reacción formadora - de negro de carbón para obtener un material con propieda- des tales, que las características de módulo del compues- to de goma en el que se incorpora el negro de carbón, re- sultan mejoradas sin alteración sustancial de la estructu- ra y demás características del negro de carbón, teniendo también dicho negro mejores propiedades para su incorpora- ción a la goma.
- 10.

Fondo de la invención.

Campo de la Invención.

15. La presente invención se refiere a la fabrica- ción de negro de carbón de horno, el cual se produce prin- cipalmente en la actualidad por descomposición térmica o "cracking" de hidrocarburos con un contenido aromático -- sustancial, y siendo al menos parcialmente líquidos en -- las condiciones ambiente. El proceso de producción de ne- gros de carbón reforzadores de goma, partiendo de hidro- -- carburos normalmente líquidos, llamado comúnmente método de horno de aceite, es conocido en el arte e implica, bá- sicamente, la combustión de una parte de la materia pri- ma productora de negro de carbón en un reactor provisto de aislamiento térmico y con deficiencia de aire, con lo que el calor producido por la combustión de la parte de materia prima disocia el resto de la misma y la convier- te en negro de carbón. A continuación, los productos de reacción, o aerosol, son enfriados sú- bitamente para ---
- 20.
- 25.
- 30.



- detener toda reacción posterior en el negro de carbón recuperado de los mismos. Generalmente, en los procesos de hornos de aceite comerciales, un gas combustible como el gas natural, propano, destilados de petróleo vaporizados
5. juntamente con una cantidad suficiente de un gas que contenga oxígeno libre, usualmente aire, es sometido a una combustión sustancialmente completa para la generación de calor, y es introducido en la cámara de reacción en conjunción con la inyección de la materia prima normalmente líquida productora de carbón dentro de la llama resultante o productos de combustión. La cantidad de aire suministrado al reactor u horno para la generación del calor de combustión, es generalmente mayor que la necesaria para la combustión completa del combustible, pero el exceso es sólo el suficiente para la combustión de una pequeña parte de la materia prima inyectada.
- 10.
- 15.

- El negro de carbón fabricado por el proceso y aparato comercial de horno reactor, posee unas características físicas que dependen en gran medida de las condiciones de combustión, forma de la inyección de vapor, composición del hidrocarburo o materia prima, tiempo de reacción y condiciones de trabajo dentro del reactor durante la producción del negro. De las varias características físicas conocidas como importantes por la industria, se cuentan la estructura del negro de carbón y el módulo del compuesto negro de carbón-goma, con los que la presente invención está básicamente relacionada.
- 20.
- 25.

- El término "estructura" según se emplea en la tecnología del negro de carbón y en esta solicitud, se refiere al fenómeno físico mostrado por el negro de carbón
- 30.



relacionado con la conexión, asociación o enlace de las -  
partículas individuales de carbón para formar unidades al  
modo de una cadena de formas y dimensiones variables, en  
lugar de referirse a alguna estructura química del negro  
de carbón. El fenómeno de estructura ocurre aparentemente  
5. como resultado de la unión física de las partículas combi-  
nada con la acción de las fuerzas atractivas entre las -  
partículas de carbón. El grado de estructura depende de -  
la extensión en la producción de este fenómeno, siendo de  
10. estructura baja el negro de carbón que tenga un bajo factor  
de asociación, y de estructura alta el que posea alto fac-  
tor de asociación, y reflejando dicha estructura la canti-  
dad de partículas asociadas en las unidades y la longitud  
de las unidades. Las características de estructura del ne-  
gro de carbón es de importancia para su efecto en la com-  
15. posición y resultado de la goma, por lo que el fabricante  
de negro de carbón se ve afectado por la formación, con-  
trol y medición de dicha estructura.

El grado de estructura de negro de carbón ha si-  
20. do determinado por el control de la cantidad de aceite --  
que puede ser absorbido por una unidad de negro de carbón,  
por lo que la determinación de la capacidad de absorción  
de un negro está reconocida como medida de la estructura.  
El negro de carbón de alto grado de estructura, absorbe  
25. una mayor cantidad de aceite, mientras que el de estructu-  
ra inferior muestra una capacidad de absorción reducida.  
Los valores de absorción de aceite en el negro de carbón  
se determinan de acuerdo con procedimientos establecidos  
en la industria, y la estructura de un negro de carbón es  
30. tá directamente relacionada con las características de --

9 ABR.



- absorción de aceite del mismo. La absorción de aceite de un negro se expresa en términos de la cantidad de aceite absorbida bajo las condiciones standard de prueba por una cantidad de negro, como, por ejemplo, ml./100 gramos. Las industrias del negro de carbón y de la goma han establecido a través del uso ciertos rangos de valores de absorción que representan los niveles "normales" de estructura para negros de carbón de tipo corriente, y los negros de carbón con valores de absorción inferiores a los aceptados como normales son denominados generalmente negros de estructura "baja", en tanto que los que poseen valores de absorción mayores que los del rango "normal" son referidos corrientemente como negros de "alta" estructura. Los negros de carbón con características de alta estructura, se sabe que proporcionan compuestos de goma que permiten su extrusión en forma más rápida y suave con menor hinchado del compuesto a la salida del troquel.
- 5.
- 10.
- 15.

- El principal usuario del negro del carbón, la industria de la goma, está interesada en la estructura del negro, ya que la misma afecta a la preparación y al resultado del compuesto de goma, y el factor básico implicado es la propiedad de módulo del compuesto goma-negro de carbón. El término "módulo" se indica por la medida de la fuerza necesaria, por unidad de área de sección transversal, para estirar un espécimen de goma hasta un estado predeterminado de elongación, de acuerdo con el procedimiento de ensayo establecido en la industria. Han sido establecidos valores aceptados para los módulos de los negros normales industriales de referencia (IRB) y para los compuestos de goma. Los valores de módulo son determinados de acuerdo con el método
- 20.
- 25.
- 30.



- de ensayo nº D-412 de las normas ASTM. El módulo de un espécimen se expresa como la variación, en libras por pulgada cuadrada, requerida para estirar el espécimen "dumbell" hasta una elongación del 300% en comparación con el módulo del mismo compuesto de goma conteniendo un negro industrial de referencia. La propiedad de módulo de un compuesto de goma indica las propiedades de estiramiento o tiora de la goma, y el módulo está referido a la capacidad reforzadora del negro de carbón en las condiciones en que se realiza la medida, es decir, que los negros de módulo alto poseen una mayor capacidad de refuerzo. El valor de módulo de un compuesto de goma puede ser variado mediante el control del ritmo de curación, es decir, que una curación más lenta dará como resultado un estado no curado totalmente en un tiempo dado, con lo que el valor de módulo decrecerá.
- 5.
  - 10.
  - 15.

- La estructura de un negro de carbón y el módulo del compuesto negro de carbón-goma están, según ha sido normalmente aceptado, proporcionalmente relacionados, es decir, que los negros de alta estructura forman compuestos de goma de alto módulo, mientras que los negros de baja-estructura originan compuestos de goma de módulo bajo. Además, ha sido generalmente aceptado en la industria, que el módulo de un compuesto negro-goma no puede ser ajustado sin ajustar proporcionalmente la estructura del negro y/o el ritmo de curación del compuesto de goma con objeto de obtener un compuesto con las propiedades deseadas. Sobre la base de lo que antecede, resulta obvio que la industria de la goma prefiere por lo general trabajar con compuestos negro de carbón-goma que no tenga un módulo
- 20.
  - 25.
  - 30.



alto, ésto por un lado; y por el otro, prefieren que los negros de carbón incorporados en la goma sean de alta -- estructura para que permitan una rápida y suave extrusión con poco inflado de troquel y dispersión mejorada, de lo que resulta una situación incompatible que exige una solución de compromiso entre las propiedades técnicas del negro referidas a las del compuesto de goma.

5.

Descripción de la Técnica Anterior.

10.

La fabricación de negro de carbón de horno mediante la disociación térmica de los hidrocarburos que constituyen la materia prima, en cámara de reacción cerrada, juntamente con la separación del negro de carbón de la corriente efluente del reactor, y subsiguiente tratamiento del negro de carbón para la obtención del producto final; es bien conocida en el arte, y existen procesos y aparatos convencionales para la misma.

15.

20.

Para la fabricación de negro de carbón de horno, antes descrita, e incorporando la inyección de agua o vapor para ciertos fines limitados y específicos, es también conocida. Convencionalmente, el agua ha venido siendo utilizada como medio de apagado para terminar la reacción de formación de negro de carbón, con la inherente formación de vapor en el momento de la terminación de la reacción. La introducción de vapor en los reactores de negro de carbón de horno, ha sido utilizada mediante la incorporación de vapor a la materia prima en el momento de la inyección o formando una emulsión de aceite o materia prima, agua y un agente emulsionante para condiciones en las que el agua se encuentra por encima del punto de ebullición de la misma. Todo ello, no obstante, para

25.

30.



- el fin de tener agua o vapor que sirve como agente atomizador en el momento de la introducción en la zona de reacción, la cual se encuentra a una presión y temperatura que hará que el agua o vapor se condense y luego, rápidamente, se --
5. evapore, para remover la introducción o atomización de la materia prima en la cámara de reacción.

- El control del módulo y estructura ha sido aplicado bajo enseñanzas del arte anterior dirigidas a la inyección de aditivos seleccionados, tales como las sales de metales alcalino-térreos y otros compuestos químicos clasificados generalmente en esta zona de la tabla periódica de --
10. elementos. La industria del negro de carbón descansa actualmente sobre esta aproximación; sin embargo, cualquier cambio en el módulo, va acompañado de un cambio proporcional --
15. en la estructura.

Resumen de la Invención.

- La invención objeto de la presente solicitud incluye un proceso para la producción de negro de carbón de --
20. horno, comprendiendo los pasos de introducción de un combustible y de un gas que contenga oxígeno dentro de una zona de combustión de un reactor de negro de carbón de horno; la combustión de dicha mezcla para desprender gases de combustión y calor en la zona de combustión y el paso de dicho calor y dichos gases de combustión al interior de una zona de --
25. reacción en el reactor. Posteriormente, se introduce el hidrocarburo que constituye la materia prima en la zona de --
30. reacción, en contacto con los gases de combustión, y se introduce vapor recalentado en la zona de reacción, en contacto con la materia prima, produciéndose en esta zona la reacción productora de negro de carbón, pasando los productos --



de reacción desde la zona de reacción a la zona de apagado -  
de dicho reactor, en la que se introduce un medio apagador -  
que se pone en contacto con los productos de reacción para -  
terminar la formación de negro de carbón con la retirada ---  
5. de los productos de reacción apagados que se sacan de dicho  
reactor,

La invención de la presente solicitud está dirigi-  
da también al aparato para la producción de negro de carbón  
de horno, el cual comprende un reactor cilíndrico con sus ex  
10. tremos de entrada y salida, estando provisto el primero de -  
un miembro de cierre que forma una cámara de combustión en -  
el extremo de entrada del reactor; se incluyen también me---  
dios de conducción para el combustible y el gas contenedor -  
de oxígeno, estando adaptados para la introducción de los ci  
15. tados fluídos en la cámara de combustión. El reactor incluye  
también una cámara de reacción intermedia entre dicha cámara  
de combustión y dicho extremo de salida del reactor, con me-  
dios de conducción para introducir el hidrocarburo que cons-  
tituye la materia prima en la cámara de reacción, teniendo -  
20. finalmente dicho reactor una sección de apagado intermedia -  
entre la cámara de reacción y el extremo de salida, incluyen  
do medios para la introducción de un medio apagador de la --  
reacción en dicha cámara de apagado.

Un objeto de la presente invención es la provisión  
25. de un proceso y aparato para la fabricación de negro de car-  
bón de horno, con los que puede efectuarse el control y modi-  
ficación del módulo sin la incorporación de aditivos en el -  
negro con su secuela de posibles efectos deletéreos sobre el  
producto final.

30. Otro objeto de la presente invención es la provisión



de un proceso y aparato capaces de producir un negro de carbón en el que las características de módulo del compuesto negro-goma y la estructura del negro de carbón pueden ser mantenidas a niveles independientes, en contraste con las aproximaciones del arte anterior.

5. Adicionalmente, es otro objeto de la presente invención el proveer un proceso y aparato para la producción de negro de carbón, con los que el negro de carbón de un nivel de estructura dado, tiene mejores propiedades para su incorporación en la goma en comparación con otros negros de nivel de estructura comparable.

Breve descripción de los Dibujos.

La siguiente descripción y los dibujos que se acompañan, establecen en detalle ciertas incorporaciones ilustrativas de la invención, particularmente en dichos dibujos, en los que los mismos números de referencia designan partes similares,

15. La figura 1 es una vista esquemática del proceso y aparato de la presente invención.

20. La figura 2 es una vista en alzado longitudinal ilustrando la forma general de un reactor para negro de carbón.

25. La figura 3 es una vista en alzado longitudinal que ilustra la forma general de un reactor para negro de carbón.

La figura 4 es una vista en alzado longitudinal que ilustra la forma general de un reactor para negro de carbón.

30. La figura 5 es una vista en alzado longitudinal que ilustra otra forma general de un reactor para negro de carbón.



La figura 6 es una vista en alzado longitudinal que ilustra otra forma general más de un reactor para negro de carbón.

Descripción de las Incorporaciones Preferidas:

5. Con referencia a los dibujos y, particularmente, a la figura 1, el número de referencia 10 designa en forma general un reactor para negro de carbón de horno, con una zona de combustión 12, una zona de reacción 14, y una zona de apagado 16. El reactor está provisto de un conducto 18 para el combustible, el cual sirve para introducir un fluido combustible en la zona de combustión; un conducto 20 para la introducción de oxígeno o un gas que contenga oxígeno en la zona de combustión, y una conducción de materia prima de alimentación 22 para la introducción de un hidrocarburo en la zona de reacción. Los conductos 20 y 22 están dispuestos, opcionalmente, en forma concéntrica, siendo el 22 interior con respecto al 20.
- 10.
- 15.

- Los aparatos auxiliares del reactor para la práctica de la presente invención comprenden un medio 24 para la generación vapor recalentado y en el que entra el agua necesaria a través del tubo 26; por el tubo 28 se introduce la mezcla requerida para la generación del calor. En la incorporación preferida de la invención, una línea de vapor 30 se extiende desde el medio 24 a un dispositivo mezclador 32, que puede ser un mezclador del tipo gas-líquido que comunica con el conducto de alimentación 22 de la materia prima y por el que se introduce la mezcla de materia prima y vapor en la zona de reacción 14. Otras disposiciones para efectuar la introducción de vapor en la zona de reacción quedan ilustradas por las líneas de vapor 34 y 36, haciéndose observar que ésta última puede ser coaxial alrededor del conducto 22, según se describirá después en mayor detalle.
- 20.
- 25.
- 30.



El reactor de negro de carbón está provisto -  
de una línea de apagado 38 que penetra en la zona de --  
apagado 16, y el efluente del reactor con los gases ca-  
lientes que arrastran el negro de carbón, abandona el -  
5. reactor por el conducto 40 para su paso a un equipo con  
vencional de recogida y tratamiento, no mostrado.

Con referencia ahora a las figuras 2 a 4, se  
ilustran en ellas varios reactores para negro de carbón  
incorporando la presente invención, siendo descritas di-  
10. chas incorporaciones en mayor detalle en las Patentes -  
U.S. nº 3.256.065 y nº 3.256.066. Estos reactores 10 --  
comprenden un alojamiento metálico alargado 42 con un -  
tubo reactor 44 de menor diámetro que dicho alojamiento  
dispuesto concéntricamente en su interior, teniendo di-  
15. cho tubo un forro refractario 46 que puede presentar --  
una configuración uniforme perfilada. Un dispositivo --  
favorecedor de la combustión 48, provisto de las persia-  
nas 49 va montado en la zona de combustión 12, y una cu-  
bierta 50 se sujeta a la brida 52, del reactor, estando  
20. adaptados dicho dispositivo y dicha cubierta, 48, 50, --  
para acomodar un conjunto inyector y quemador designado  
en forma general por 54. El conjunto 54 comprende una -  
serie de tres tubos dispuestos concéntricamente, siendo  
el tubo más interior el conducto de alimentación de ma-  
25. teria prima 22; el intermedio, el tubo 56 para la intro-  
ducción axial de oxígeno o gas contenedor de oxígeno y  
el tubo más exterior, el conducto 18 para el combusti--  
ble. El gas combustible del tubo 18 entra en la zona de  
combustión 12a través de las lumbreras 58 detrás de una -  
30. placa circular 60 que actúa como miembro de cierre para



5. el conducto 18 y la cámara anular 62. El hidrocarburo materia prima es introducido en la zona de reacción 14 a través de una tobera 64 rodeada por el tubo 56. El alojamiento del reactor 42 y el tubo 44 forman una cámara anular 66 a través de la cual pasa el gas introducido por el conducto 20 en relación intercambiadora de calor con dicho tubo 44 y la zona de combustión.

10. Con referencia específica a la figura 3, se ha previsto también en la cámara anular 66, y en la zona del extremo de entrada del tubo de reacción 44, una serie de compuertas rectas 68 para dirigir el gas desde el conducto 20 a las persianas 49 dispuestas en forma aproximadamente perpendicular a las compuertas 68.

15. Con referencia específica a la figura 4, se ha previsto también en la cámara anular 66, y en el extremo de entrada del tubo reactor 44, una serie de bandas helicoidales 70 paralelamente espaciadas para dirigir el gas desde el conducto 20 a las persianas 49 dispuestas en forma de cuchara con respecto al flujo procedente de las bandas 70.

20. Con referencia específica a la figura 5, se ilustra en ella en detalle otro reactor para negro de carbón de horno que puede incorporar las enseñanzas de la presente invención, siendo más ampliamente descrita esta incorporación en la patente U.S. nº 2.564.700. El reactor 10 comprende un alojamiento cilíndrico 42 que encierra una capa de material aislante 72 alrededor del forro refractario 46 que rodea la cámara de combustión 12 y la zona de reacción 14 del reactor, pudiendo tener también dicho reactor unas constricciones perfiladas en su interior o en la zona

25.

30.



de entrada del mismo. La zona de reacción tiene un diámetro relativamente pequeño con relación a su longitud. La zona de combustión tiene una entrada de gas 74 dispuestas para la introducción tangencial de gas en dicha zona con relación a la pared interna de la misma, y dicha entrada consiste en un pequeño conducto 76 que desemboca en un conducto mayor 78 que se adapta al conjunto quemador para la introducción a través del tubo 80, de una mezcla combustible formada por un gas combustible y un gas oxigenado. En la pared del extremo de la zona de combustión 12, hay un conducto axial 22 para la alimentación de hidrocarburo, rodeado por un tubo mayor, axial, para el aire 56. La zona de apagado 16 formada por el conducto de efluente 40, incluye una línea de agua de apagado 38 con pulverizador, y puede ir opcionalmente provista de una camisa 82 para la circulación de un refrigerante para dicha zona.

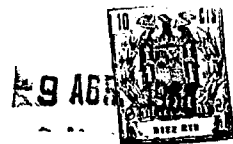
Con referencia ahora a la figura 6, se ilustra en ella otro reactor para negro de carbón que puede incorporar la presente invención, incorporación que se describe más ampliamente en la Patente U.S. 2.979.127. El reactor 10 comprende un alojamiento cilíndrico 42 alrededor de un forro refractario 46 que forma la zona de reacción 14 a cuyo extremo de entrada se fija una caja de aire 84 que comunica con el conducto 20 y provista de una pantalla de aire cilíndrica 86 que define la zona de combustión 12 en su interior. Una placa 88 con un orificio central cilíndrico 90 adaptado para dar paso al conjunto quemador 92 se encuentra sujeta entre dicho forro 46 y dicha caja 84, y tiene una serie de orificios más pequeños 94. El conjunto quemador axial 92 tiene un conducto 22 para la materia prima con una tobera 64



rodeada por un conducto concéntrico 18 para el combustible, terminado este último en un disco manguito 96 alrededor de las lumbreras 98 de dicho conducto 18, quedando fijado este conjunto por el prensaestopas 99. El reactor está provisto de una zona de apagado 16, con una línea de agua de apagado 38 que se extiende en su interior, y de un conducto para el efluente 40.

La colocación del aparato inyector para el vapor recalentado que se introduce en la zona de reacción, se ha ilustrado únicamente en la figura 1, sin embargo, debe -- quedar entendido que las disposiciones mecánicas para los conductos necesarios caen de lleno dentro de los conocimientos de los expertos en la construcción de reactores para -- negro de carbón a la vista presente de este presente descubrimiento, por lo que estas disposiciones no se detallan en las figuras 2 a la 6.

La creación de las condiciones de combustión en la zona de combustión del reactor de negro de carbón, se logra mediante la introducción e ignición de una mezcla -- combustible formada por un combustible, gaseoso o sustancialmente gasificado, en la zona de combustión, juntamente con la introducción en dicha zona de un gas que contenga oxígeno libre. El combustible y el gas oxigenado se introducen en la zona de combustión por separado, según se ilustra -- en el aparato de las figuras 1-4 ó 6, o bien mezclados, -- según se ha ilustrado en el aparato de la figura 5. El combustible para la combustión puede ser un hidrocarburo, como el gas natural, diversos gases sub-producidos en la refinación del petróleo, o hidrocarburos normalmente líquidos que permitan su vaporización en forma sustancial, siendo -- un análisis volumétrico típico de un gas natural preferido, el que sigue:



	Metano	72.09%
	Etano	9.38%
	Propano	6.24%
	Isobutano	0.46%
5.	N-Butano	1.08%
	Isopentano	0.22%
	N-Pentano	0.25%
	N-Hexano	0.18%
	Nitrógeno	9.74%
10.	Helio	0.28%
	Dióxido de carbono	0.08%

El gas contenedor de oxígeno para la combustión puede ser aire, aire enriquecido con oxígeno u oxígeno. El hidrocarburo combustible y el gas oxigenado son introducidos en relación estequiométrica de volumen suficiente para el aporte de una cantidad de gas oxigenado ligeramente superior a la necesaria para la combustión completa del combustible, siendo transportado este exceso de gas oxigenado a través de la zona de reacción para la combustión de una mínima parte del hidrocarburo materia prima. La combustión de la mezcla citada hasta el punto de sustancial terminación ocurre en un punto que define básicamente la determinación de la zona de combustión dentro del reactor, evidenciada por la máxima producción de calor, estableciendo así el punto de comienzo del límite inicial de la zona de reacción, aunque el aparato reactor o la forma de distribución de sus corrientes interiores puedan haber sido diseñados para que el punto de la zona de reacción preceda al punto de introducción de la materia prima para la reacción formadora de negro de carbón.



La materia prima hidrocarbonada para la forma--  
 ción de un negro de carbón adecuado, depende del diseño --  
 del reactor y de las condiciones de la operación sin em--  
 bargo, estas materias primas se caracterizan, generalmen--  
 te, por ser un hidrocarburo altamente aromático, como los  
 derivados de las operaciones de refinado del petróleo o -  
 del carbón, libres de materiales deletéreos y, por lo ge--  
 neral, al menos parcialmente líquidos en las condiciones  
 ambiente normales. Una materia prima preferida y apropia--  
 da para la fabricación de negro de carbón en un reactor -  
 de horno, tiene las especificaciones siguientes:

	Peso específico API a 15,5° C	1.1
	Viscosidad a 50° C., SSF	113.7
	BS&W%	0.1
15.	Cenizas%	0.03
	Asfaltenos%	8.60
	Azufre%	0.81
	Carbono%	91.58
	Hidrógeno%	8.63
20.	Tornillo cinemático, centis tokes	240
	Factor de caracterización	12.5
	Indice de correlación, Bureau of Mines	117.6
	Rango de destilación °C	
25.	IBP (Punto ebullición)	497 - 258,3
	10%	624 - 328,8
	20%	685 - 362,7
	30%	727 - 386,1
	40%	767 - 408,3
	50%	810 - 432,2
30.	60%	857 - 458,3



El vapor que se inyecta en la zona de reacción, en contacto con el hidrocarburo materia prima durante la reacción formadora del negro de carbón, es vapor de agua recalentado a presión y a una temperatura como mínimo -- por encima del punto de condensación o de rocío del vapor de agua en las condiciones de presión existentes en el punto de inyección o introducción en la zona de reacción. La presión de inyección en la tobera de atomización del hidrocarburo materia prima, es normalmente del orden de 4,21 a 7,031 Kg./cm<sup>2</sup>, por lo que el vapor debe ser calentado a una temperatura de al menos 154,4<sup>o</sup> C a 4,21 Kg/cm<sup>2</sup> y a 171,1<sup>o</sup> C a 7,03 Kg/cm<sup>2</sup> con objeto de conseguir las condiciones de recalentamiento. La presión dentro de la zona de reacción está comprendida en el orden de 0,14 a 0,21 Kg/cm<sup>2</sup>, por lo que la introducción de vapor a través del tubo axial, o por algún otro punto de introducción a través de la pared lateral del alojamiento del reactor, en la zona de reacción, exige que el vapor y aire, o el vapor solo a inyectar tenga una presión de más de unas 0,3515 Kg/cm<sup>2</sup> con el fin de establecer una presión diferencial adecuada del orden de unas 0,21 Kg/cm<sup>2</sup> y a una temperatura de más de 109,9<sup>o</sup> C. El criterio primordial con respecto a la introducción del vapor recalentado en la zona de reacción es que éste debe estar a una temperatura y presión suficientes para que se produzca la inyección sin la producción de ninguna cantidad de condensación de vapor de agua ni inyección de agua en estado líquido. La inyección de vapor por la tobera de atomización de la materia prima ha dado excelentes resultados manteniendo el vapor a una presión de 7,73 Kg/cm<sup>2</sup> por medio de un regulador de presión



- situado antes del punto de inyección. Ha quedado demostrado que la inyección de agua o vapor en otras condiciones que no sean las de recalentamiento no realizan objetivos de la presente invención, y pueden producir un efecto deletéreo en las operaciones del reactor. La cantidad de vapor recalentado a inyectar en la zona de reacción depende, necesariamente, de la capacidad del reactor y, particularmente, del volumen de la zona de reacción, por lo que la cantidad de vapor puede ser expresada razonablemente en términos de kilogramos con relación a la cantidad de hidrocarburo materia prima inyectado expresado en litros por hora, evitando así la necesidad de compensar las condiciones variables del vapor: temperatura y presión. El vapor recalentado ha de ser inyectado en cantidad de unas 0,0908 Kg. de vapor por cada 3,785 litros de aceite de materia prima, con preferencia, desde 0,158 a 0,86 Kgr. de vapor por cada 3,785 litros de aceite de materia prima con objeto de conseguir los resultados deseados con la presente invención. El agua a utilizar para su conversión en vapor recalentado, para su aplicación en la presente invención, puede ser agua corriente, la cual, es también apropiada para su empleo como agua de apagado en el tratamiento del negro de carbón.
- En la operación de un reactor para negro de carbón de horno, de acuerdo con las enseñanzas de la presente invención, el combustible de combustión y el gas conteniendo oxígeno son introducidos en la zona de combustión del reactor, donde se produce su ignición; posteriormente continúa la combustión hasta el momento en que el reactor se ha calentado al punto de estabilización de temperatura mediante el paso de los gases calientes de combustión a través de la
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- zona de reacción y zona de apagado del reactor, para su salida por el conducto efluente. El hidrocarburo materia prima, con pre-calentamiento opcional, es introducido -
5. luego en la zona de reacción a través del conjunto de - inyección, en forma generalmente axial con respecto a - dicha zona de reacción, mediante la pulverización del - hidrocarburo a través de una tobera dispuesta al final del conducto de inyección de la materia prima, teniendo dicha tobera un ángulo de pulverización, de naturaleza
10. convencional, del orden de 30 a 80 grados con respecto al eje de la misma. En un momento determinado, sustan-- cialmente concurrente con la introducción de materia -- prima, el vapor recalentado es introducido en la zona - de reacción, en contacto con el hidrocarburo materia --
15. prima reaccionante. Según se afirmó antes, el procedi-- miento preferido para inyectar el vapor es el de incor-- porarlo a la materia prima alimentada para su introduc-- ción concuente a través del conducto de materia prima del conjunto inyector-quemador, y ésto a la vista del -
20. hecho de que el grado de efectividad de la inyección de vapor depende directamente del grado de proximidad en-- tre los puntos de inyección del vapor y de la materia - prima. El vapor recalentado puede ser inyectado a tra-- vés del tubo axial de aire que rodea al tubo de inyec--
25. ción de la materia prima, sustituyendo, en todo o en -- parte, a dicho aire axial. En otra alternativa, el vapor puede ser introducido a través de un conducto separado en cualquier punto intermedio entre la inyección de la materia prima y la sección de apagado del reactor, como,
30. por ejemplo, por los conductores 34 ó 36. Adicionalmente



- el vapor recalentado puede ser inyectado a través de una pluralidad de las antes mencionadas localizaciones. La reacción formadora de negro de carbón continúa produciéndose como resultado del cracking del hidrocarburo materia prima en presencia del calor generado en la zona de combustión que llega a la zona de reacción con los gases de combustión juntamente con la combustión de una pequeña parte de la materia prima gracias al exceso de aire introducido en la zona de combustión y a la relativamente pequeña cantidad de gas contenedor de oxígeno introducido axialmente, con carácter opcional, alrededor del conducto de inyección de la materia prima, produciéndose dicho cracking y formación de negro de carbón en presencia vapor de agua recalentado, hasta un punto tal en que el negro de carbón progresa a través de la zona de reacción hacia la zona de apagado, donde entra en contacto con el agua de apagado quedando finalizada la reacción. El efluente del reactor de negro de carbón comprende los gases de combustión y vapores de agua producidos por el apagado, arrastrando dicha corriente de gases las partículas de negro de carbón, las cuales pasan al equipo de separación, recogida y tratamiento para la conversión del negro de carbón en el producto terminado.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- La presente invención quedará mejor ilustrada con los ejemplos y datos que se exponen a continuación. En un aparato de dimensiones comerciales, con la disposición general mostrada en las figuras 2-4, se produjo negro de carbón empleando procedimientos de trabajo y condiciones de tipo convencional y también de acuerdo con la invención descubierta en esta solicitud. El negro de
- 25.
- 30.



/carbón fué obtenido con un aceite hidrocarburo como materia prima, sustancialmente igual al descrito en las especificaciones típicas establecidas anteriormente, empleándose se como gas combustible un gas natural sustancialmente idéntico al que se describió con anterioridad, utilizándose se como gas oxigenado el aire y aire axial. La producción de las muestras 2-4 de negro de carbón fue llevada a efecto en una planta piloto y la de las muestras 5 y 6 tuvo lugar en una planta comercial, bajo las condiciones siguientes:

10.	Aceite, galones/hora	224	186	185	240	190
	Gas combust. m <sup>3</sup> /hora	254,7	257,7	283	264,1	264,1
	Aire, m <sup>3</sup> /hora	3820,5	3891,2	4245	3962	3962
	Relación Aire/gas	15:1	15:1	15:1	15:1	15:1
	Inyección de vapor	ninguna	inyecc. aceite vapor	inyecc. aceite vapor	ninguna	inyecc. aceite vapor
15.	Temperatura del vapor °C.	---	173,8	173,8	---	162,2
	Presión del vapor, Kg/cm <sup>2</sup>	---	7,73	7,73	---	5,62
	Vapor, Kgs/hora	---	58,05	158,76	---	54,43
20.	Muestra N <sup>o</sup>	2	3	4	5	6

La producción de las muestras citadas tuvo lugar en tandas de duración suficiente para asegurar la estabilidad de las operaciones, y los datos fueron obtenidos mediante la determinación de los valores medios sobre la duración de las tandas.

25.

Adicionalmente, un aparato de la disposición general de la figura 5, fué puesto en operación utilizando un aceite hidrocarburo como materia prima que tenía unas especificaciones comparables a las que se indicaron anteriormente; el combustible para combustión fué el gas natural de --

30.

9 ABR



5. características comparables a las especificaciones establecidas con anterioridad, y el gas contenedor de oxígeno se empleó en la forma de aire y aire axial. La operación fué conducida en el aparato de una planta comercial en forma convencional para la producción del negro de carbón anotado como la muestra 7 más abajo, y de acuerdo con las enseñanzas de la invención, con la inyección de vapor recalentado, para la obtención de la muestra 8. El vapor fué inyectado en la zona de reacción mezclado con el aceite materia prima a una temperatura de 171,1°C, una presión de 7,031 Kg/cm<sup>2</sup> y en cantidad de 27,22 Kg. por hora.

10. Las muestras del negro de carbón producido en las tandas de producción anteriormente descritas fueron ensayadas analíticamente de acuerdo con los procedimientos industriales en cuanto a las propiedades particulares más apropiadas para medir el efecto de la aplicación de las enseñanzas de la invención aquí descubierta. La medición analítica significativa para el reflejo del efecto de la inyección del vapor sobre la calidad del negro de carbón producido, es la absorción de aceite, ya que ésta es la medida aceptada de la propiedad de estructura del negro de carbón; sin embargo, se efectuaron otros análisis sobre muestras seleccionadas con el fin de aportar información relativa a otras propiedades revelantes de las muestras, tales como el número de yodo que es indicativo del área de su superficie; la fuerza de teñido, indicativa de las dimensiones de las partículas, y el valor pH. En los datos que siguen se han incluido, además de los análisis de las muestras de negros, la información analítica comparable del Negro Industrial de Referencia nº 2 (IRB-2), para fines de comparación:

15.

20.

25.

30.



Muestra	2	3	4	5	6	7	8	IRB-2
Absorción aceite	131	131	122	133,5	130,2	101,8	102,6	93,5
Nº de yodo	89,9	91,1	103	-	-	-	-	83
Fuerza teñido	96	92	102	-	-	-	-	7,7
5. Valor pH	8,4	8,4	-	-	-	-	-	7,7

Los datos anteriores fueron obtenidos sometiendo las muestras a los procedimientos de ensayo siguientes:

Absorción de aceite, DBP (ftalato dibutilo)	ASTM D-2414
Número de yodo	ASTM D-1510
10. Fuerza de teñido	Comparación visual con IRB2
Valor pH	ASTM D-1512

Los perfeccionamientos descubiertos por la presente - invención son realmente mensurables sólomente como información con respecto a los resultados de las pruebas efectuadas con com puestos de goma en los que se había incorporado el negro de car bón. Por lo tanto, los negros de muestra entraron en la compo- sición de muestras de goma que fueron sometidas a prueba, efectuán dose dicha composición de acuerdo con el procedimiento D-15 de las normas ASTM, para la siguiente composición de goma:

20.		<u>Partes en peso-RHC</u>
	Caucho liberiano	100
	Acido estearico - NBS	3
	Disulfuro de benzotiazil - NBS	0,6
	Azufre - NBS	2,5
25.	Oxido de cinc - NBS	5
	Negro de carbón	<u>50</u>
		161,1

En la incorporación de los negros de carbón producidos de acuerdo con el presente descubrimiento, en comparación con - los negros de estructura similar preparados en la forma conven-

30.



5. cional, los tiempos requeridos para la incorporación, de acuerdo con la D-15 de ASTM, fueron de 6,75 y 7,5 minutos, respectivamente, indicando un incremento en la relación de incorporación del 11%, aproximadamente. Así pues, el negro de carbón hecho mediante el proceso y aparato de la invención, requiere un tiempo de incorporación sustancialmente reducido, en comparación con los negros de estructura similar producidos mediante procesos convencionales.

10. Los compuestos de goma preparados de acuerdo con el procedimiento establecido fueron designados como muestras de goma por los números de muestra correspondientes a las muestras de negro de carbón que se describen antes. Las muestras de los compuestos de goma fueron sometidas a las pruebas apropiadas con el fin de corroborar la mejora en las propiedades del negro, especialmente, fueron medidas y determinadas las características de módulo y tensión de acuerdo con el procedimiento D-412 de ASTM. Los datos procedentes de los ensayos de la goma quedan expuestos en la tabla siguiente, expresándose los valores en términos de las diferencias con los resultados de las pruebas de medición del IRB-2.

Muestra	2	3	4	5	6	7	8
Módulo 300% a los 30 minutos de tiempo <u>cu</u> ración.	+500	+185	+90	+529	+293	+338	+190
25. Tensión en Kg/cm <sup>2</sup> a los 30 minutos de tiempo de curación.	-17,9	-11,9	15,4	--	--	+4,56	+4,92
	-255	-170	-220	--	--	+65	+70

30. Estas muestras se agrupan para fines comparativos de acuerdo con la historia del negro de carbón incluido en las mismas, específicamente, las muestras 2 a 6 forman un primer grupo, y las muestras 7 y 8 forman un segundo grupo.



5. En el primer grupo, las muestras 2 a 5 fueron producidas sin utilizar vapor, y las muestras 3, 4 y 6 fueron obtenidas utilizando vapor, en tanto que en el segundo grupo, la muestra 7 se obtuvo sin utilizar vapor, y la muestra 8 con empleo de vapor.

10. Al comparar los datos de la tabla precedente de los dos grupos de muestras en los que los negros de carbón de cada grupo tienen sustancialmente las mismas propiedades de estructura, los datos establecen que las muestras de goma que incluyen los negros de carbón producidos de acuerdo con la presente invención, dan unos resultados de módulo en los ensayos que es sustancialmente inferior que aquéllas --  
15. muestras de goma que incluyen negros de carbón producidos sin utilizar la presente invención. Específicamente, los resultados de módulo de las muestras 3, 4 y 6 resultan sustancialmente mejorados con respecto a las muestras 2 y 5, y esta misma mejora se ilustra por los resultados de módulo de la muestra 8 cuando se la compara con la 7.

20. Estos datos establecen concluyentemente el proceso y aparato perfeccionados para la fabricación de negro de carbón descubiertos por la presente especificación y establecidos en las reivindicaciones que siguen.

NOTA

25. La Patente de Invención que se solicita para España, por veinte años, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer sobre: "PROCESO Y APARATO PARA LA PRODUCCION DE NEGRO DE CARBON DE HORNO", con Prioridad de la Demanda de Patente --  
30. en U.S.A. Serial nº 632.691, de fecha 21 de Abril de 1.967, -- a nombre del inventor que ha cedido sus derechos a favor de -- la firma solicitante, según las características esenciales --



de las siguientes:

### REIVINDICACIONES

5. 1<sup>a</sup>.- Proceso para la producción de negro de carbón de horno, comprendiendo los pasos de: introducción de un combustible para combustión y de un gas contenedor de oxígeno dentro de una zona de combustión de un reactor; la combustión de dicho combustible y dicho gas, para su conversión en gases de combustión, en dicha zona de combustión; el paso de dichos gases de combustión a la zona de reacción de dicho reactor; la introducción de un hidrocarburo materia prima en dicha zona de reacción, en contacto con dichos gases de combustión; la introducción de vapor recalentado en dicha zona de reacción, en contacto con dicha materia prima; el paso de los productos de reacción desde dicha zona de reacción a la zona de apagado de dicho reactor; la introducción de un medio apagador en dicha zona de apagado, en contacto con dicho producto de reacción, y la retirada de los productos de reacción apagados de dicho reactor.

20. 2<sup>a</sup>.- Proceso para la producción de negro de carbón de horno, según la reivindicación 1<sup>a</sup>, en el que un gas contenedor de oxígeno es introducido coaxialmente alrededor de dicha materia prima en dicha zona de reacción.

25. 3<sup>a</sup>.- Proceso para la producción de negro de carbón de horno, según la reivindicación 1<sup>a</sup>, en el que dicho combustible de combustión y gas contenedor de oxígeno son introducidos mezclados en dicha zona de combustión.

30. 4<sup>a</sup>.- Proceso para la producción de negro de carbón de horno, según la reivindicación 1<sup>a</sup>, en el que vapor recalentado es premezclado con dicha materia prima e introducido simultáneamente con ella en dicha zona de reacción.



5. 5ª.- Proceso para la producción de negro de carbón de horno, según la reivindicación 1ª, en el que el vapor recalentado es introducido separada y coaxialmente alrededor de dicha materia prima en dicha zona de reacción, y por sustancialmente el mismo punto de introducción, de dicha materia prima en dicha zona de reacción.

10. 6ª.- Proceso para la producción de negro de carbón de horno, según la reivindicación 1ª, en el que el vapor recalentado es introducido separadamente de dicha materia prima en dicha zona de reacción por un punto intermedio situado entre la zona de introducción de dicha materia prima y dicha zona de apagado.

15. 7ª.- Proceso para la producción de negro de carbón de horno, según la reivindicación 1ª, en el que la cantidad de vapor recalentado introducido en la zona de reacción es del orden de 0,09 a 0,9 Kg. de vapor por cada 3,785 litros de hidrocarburo materia prima.

20. 8ª.- Aparato para la producción de negro de carbón de horno, comprendiendo: un reactor cilíndrico que tiene un extremo de salida y un extremo de entrada, estando provisto este último de un miembro de cierre; una cámara de combustión en el extremo de entrada de dicho reactor; medios de conducción para el combustible de combustión y el gas contenedor de oxígeno, adaptados para introducir y quemar los mismos en dicha cámara de combustión; una cámara de reacción en dicho reactor dispuesta en un lugar intermedio entre dicha cámara de combustión y dicho extremo de salida, y en comunicación con ambas; medios de conducción para el hidrocarburo materia prima adaptados para introducir éste a través de dicho miembro de cierre en

25.

30.



- dicha cámara de reacción; medios para introducir vapor recalentado en dicha cámara de reacción; una cámara de apagado - en dicho reactor dispuesta en un lugar intermedio entre dicha cámara de reacción y dicho extremo de salida, en comunicación con ambos; y medios para introducir un medio apagador de la reacción en dicha cámara de apagado.
- 5.
- 9ª.- Aparato para la producción de negro de carbón de horno, según la reivindicación 8ª, en el que dichos medios para introducir vapor recalentado y dicha materia prima en dicha zona de reacción comprenden una mezcla gas-líquido; conductos adaptados para convertir dicha materia prima y vapor recalentado en dicha mezcla; un conducto sencillo que se extiende axialmente desde dicho reactor a través de dicho miembro de cierre; y medios adaptados para introducir la mezcla resultante de vapor y materia prima en dicha zona de reacción.
- 10.
- 15.
- 10ª.- Aparato para la producción de negro de carbón de horno, según la reivindicación 8ª, en el que dichos medios para introducir vapor recalentado en dicha zona de reacción, comprenden un conducto separado alineado coaxialmente conterminal con dicho conducto para dicha materia prima; y medios adaptados para introducir dicho vapor a través de dicho conducto en dicha zona de reacción.
- 20.
- 11ª.- Aparato para la producción de negro de carbón de horno, según la reivindicación 8ª, en el que dichos medios para la introducción de vapor recalentado en dicha zona de reacción comprenden por lo menos una abertura a través de la pared lateral de la zona de reacción de dicho reactor; un conducto que se extiende a través de dicha abertura; y medios para introducir dicho vapor a través de dicho conducto en dicha zona de reacción.
- 25.
- 30.



1ª.- "PROCESO Y APARATO PARA LA PRODUCCION DE NEGRO DE CARBON DE HORNO".

Según queda sustancialmente descrito en la presente Memoria descriptiva, que consta de treinta hojas - escritas a máquina por una sola cara y acompañada de dibujos.

Madrid, 9 de Abril de 1.968.

CONTINENTAL CARBON COMPANY.

P.P.

FRANCISCO GARCIA CABRERIZO  
P P.

A large, stylized handwritten signature in black ink, appearing to be "M. Dolores Jorquera".

Firmado: M.ª Dolores Jorquera

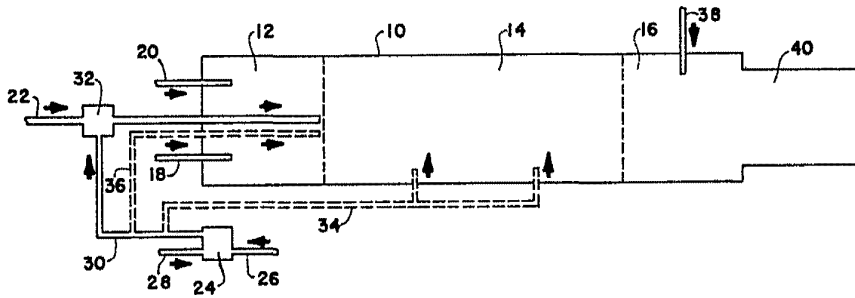


Fig. 1

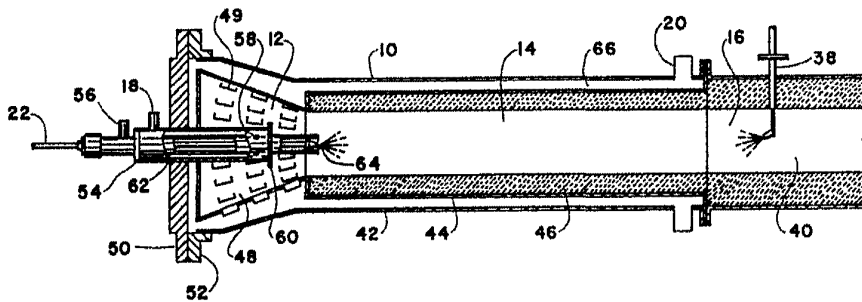


Fig. 2

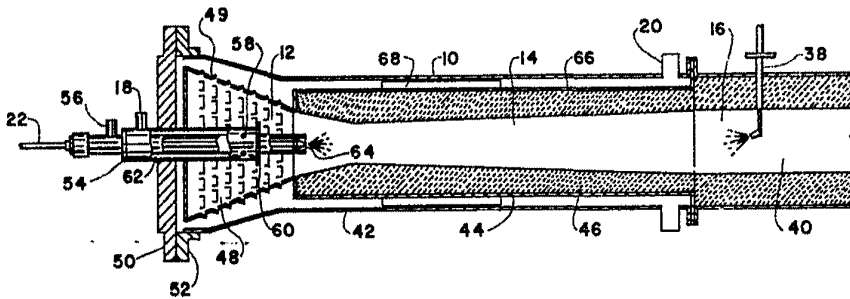


Fig. 3

Madrid, ~~9 MAR 1967~~  
CONTINENTAL CARBON COMPANY  
P. R.

INGENIERO FRANCISCO CABRERIZO  
P. R.

Escala variable

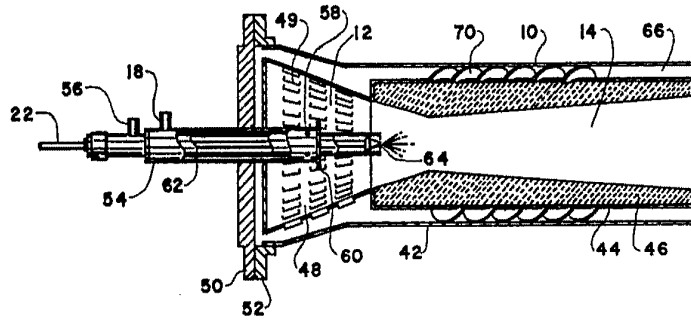


Fig. 4

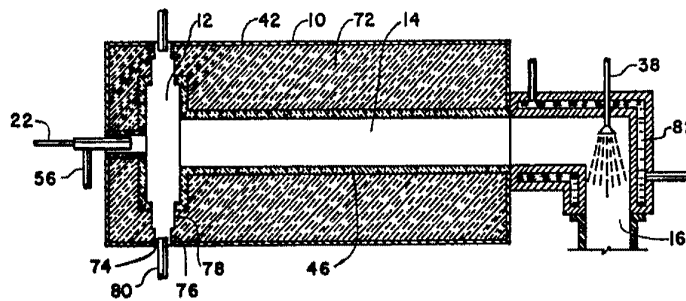


Fig. 5

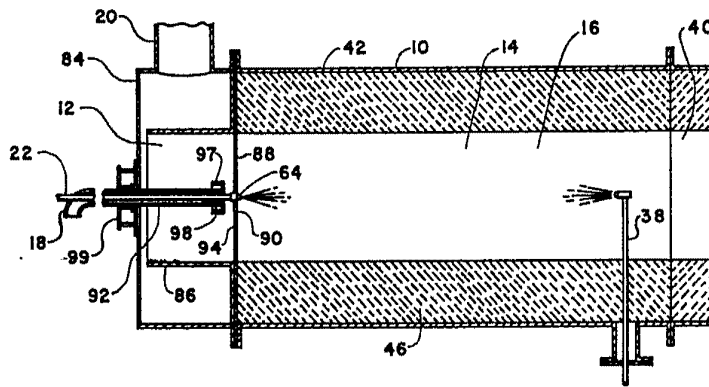


Fig. 6

Madrid, ~~1911~~ 1912  
 CONTINENTAL CARBON COMPANY  
 P. P.

Escala variable

MADE IN MEXICO  
 P. P.

*Milz*