

369396

16



SECCION TECNICA
 CLASIFICACION I.P.C.
 CLASE C-09
 SUBCLASE C

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

UNA PATENTE DE INVENCION

a favor de PHILLIPS PETROLEUM COMPANY, Sociedad de nacionalidad norteamericana, residente en BARTLESVILLE, Oklahoma, U.S.A.

por

"PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE NEGRO DE HUMO". Con prioridad de la Patente norteamericana núm. 746.435 de fecha 22 de Julio de 1.968.

=====

La presente invención se refiere a la producción de negro de humo. En uno de sus aspectos más específicos, la presente invención se refiere al control de las propiedades del negro de humo.

5

La producción de negro de humo, tal como aquí se hace referencia a ella, comprende generalmente la pirólisis de un material hidrocarbonado o aceite de producción dentro de un reactor, para producir una suspensión de partículas de negro de humo en fase gaseosa, efectuándose la separación



10 para obtener el material sólido carbonoso.

El negro de humo, ampliamente usado en la fabricación de goma, es valorado en cuanto a su adecuación para sus muchos usos, según varias de sus propiedades. Una de estas propiedades es llamada generalmente "estructura". Por "estructura", tal como aquí se usa, se entiende la propiedad que se mide por la cifra de absorción de ftalato de dibutilo definida por el Método de Ensayo Tentativo ASTM D 2414-65T, publicado en 1965, o por cualquier otro método equivalente al mismo.

20 Se ha comprobado ahora que se puede modificar la estructura del negro de humo regulando la mezcla de la alimentación hidrocarbonada con una parte de los gases de combustión, o gas combustible y aire, antes de su introducción en la zona de formación de negro de humo, afectando tal regulación no sólo el grado de la mezcla, sino también los componentes con los cuales la alimentación hidrocarbonada es mezclada antes de ser llevada a la temperatura de formación de negro de humo.

30 Por consiguiente, la invención crea, para la producción de negro de humo mediante la pirólisis de un hidrocarburo, un procedimiento que comprende asociar con el reactivo hidrocarbonado una primera mezcla de combustión para elevar la temperatura del reactivo hasta inmediatamente por debajo de la temperatura de formación de negro de humo, asociar con la mezcla de reactivo hidrocarbonado y mezcla de combustión una segunda mezcla de combustión para llevar la temperatura del reactivo a la temperatura de formación de negro de humo, y conducir la masa gaseosa resultante a la zona de formación de negro de humo para convertir en negro de humo



40 el reactivo hidrocarbonado.

La presente invención, se puede llevar a efecto mediante un aparato para producir negro de humo, una de cuyas formas de realización se representa a título de ejemplo comprendiendo un reactor de varias zonas provisto en alineación axil y contigua de una zona de entrada de alimentación, de una zona de combustión y de una zona de formación de negro de humo estando prevista la zona de entrada de alimentación para la introducción de gases de alimentación y de combustión y para la mezcla de gases de alimentación, y de combustión para aumentar la temperatura de la alimentación entre la zona de entrada de alimentación y la zona de combustión.

En uno de los procedimientos anteriores de la especialidad, se forma el negro de humo introduciendo una alimentación hidrocarbonada en el reactor y rodeando la alimentación de gases de combustión para llevar la alimentación a la temperatura de reacción, después de lo cual se introduce la masa reactiva en una zona en la cual se considera formada la parte principal del negro de humo.

En la especialidad anterior, existen variaciones de este procedimiento, según las cuales se prevé una zona separada de introducción de la alimentación, en la cual se alimenta una parte de la alimentación con los gases de combustión y en la cual se introduce con la alimentación una parte de los gases de combustión.

El procedimiento de la presente invención es aplicable a todos los procedimientos anteriores de la especialidad que se han mencionado, al uso de materiales clásicos de alimentación y a las condiciones empleables generalmente y requiere la introducción de gases de combustión en una zona



70 intermedia adyacente a la zona de introducción de alimenta-
ción, de manera que la temperatura de los reactivos sube rá-
pidamente a una temperatura inmediatamente inferior a la
temperatura de la zona de formación de negro de humo, y para
realizar simultáneamente a ello una dilución y dispersión de
75 la alimentación hidrocarbonada, y en todos los gases de com-
bustión, en grado tal que se obtiene la calidad deseada de
negro de humo.

La "zona intermedia", dispuesta entre la tobera de
entrada de alimentación y la zona de combustión, se encuentra
80 dispuesta de modo que permite la introducción de los gases
de combustión en el reactor de modo que se efectúa una mezcla
completa con la alimentación reactiva y se eleva la tempera-
tura del hidrocarburo reactivo alimentado hasta una tempera-
tura inmediatamente inferior a la temperatura de formación de
85 negro de humo, que se considera generalmente superior a 1204°
C. aproximadamente. Por consiguiente, la temperatura de sali-
da de la zona intermedia, que puede variar para cada alimen-
tación hidrocarbonada individual, se encontrará generalmente
en proximidad de la temperatura de formación de negro de hu-
90 mo, es decir entre 927 y 316° C., y preferiblemente entre
aproximadamente 720 y 440° C., menos de la temperatura más
baja de formación de negro de humo del material cargado. En
todo caso, la temperatura de salida de la zona intermedia
será la temperatura desde la cual el hidrocarburo alimentado
95 es llevado de manera esencialmente instantánea a la tempera-
tura de formación de negro de humo al ser introducido en la
zona clásica de combustión.

Simultáneamente, es deseable introducir los gases
de combustión en la zona intermedia de modo que se efectúe



100 en el tiempo más corto posible una mezcla completa de la
alimentación con los gases de combustión y que se consiga
una dispersión máxima y uniforme del hidrocarburo alimen-
tado en los gases de combustión. Con este fin, los gases
calientes de combustión pueden ser introducidos radial o
105 tangencialmente en la zona intermedia después de la produc-
ción, por la oxidación, de un combustible con un gas que
contiene oxígeno libre, dentro o fuera del reactor.

El procedimiento de la presente invención será com-
prendido más fácilmente con referencia a una forma de reali-
110 zación de un reactor de tipo adecuado para el uso en el pro-
cedimiento que a modo de ejemplo se representa en los adjun-
tos dibujos, en los cuales.

La figura 1, es una vista en alzado y en sección
transversal del aparato susceptible de utilizarse para la
115 realización del procedimiento de la invención.

La figura 2, es una vista en sección por la línea
2-2 de la figura 1.

Refiriéndonos a las adjuntas figuras, se representa
en ellas un reactor en varias secciones que comprende zonas o
120 cámaras axialmente contiguas. La zona (2) es la zona de intro-
ducción de alimentación; la zona (3) es la zona intermedia,
es decir la zona en la cual el reactivo es llevado a la tem-
peratura inmediatamente inferior a la temperatura de forma-
ción de negro de humo; la zona (4) es la zona de combustión y
la zona (5) es la zona de formación de negro de humo. Estas
125 zonas están contenidas en la envoltura de acero y con el ais-
lamiento clásico, no representado.

La principal adaptación realizada en el reactor con-
vencional se refiere a la zona (3) o zona intermedia. En rea-
lidad, es poco lo que diferencia la zona (2) de la zona (3),



130 pero, a los efectos de la explicación, se considerarán como
existentes dos zonas.

El reactivo es introducido en la zona (2) por el
conducto (10), provisto de la tobera (17). La zona (2) está
provista de la cámara o anillo de combustión (11), dispuesto,
135 por ejemplo, periféricamente con respecto a la tobera de en-
trada (17), estando provista la cámara (11) de la tobera de
combustible (13) y de una tobera (14) de aire o de gas que
contiene oxígeno libre, dispuestas en ella. En la cámara (11)
se producen los gases calientes de combustión que, por con-
ductos (16), son conducidos a la cámara (2).
140

Preferiblemente, habrá dos conductos (16) que con-
ducen desde la cámara (11) hasta la tobera digo cerca de la
tobera (17), como se muestra en la figura 2ª. Los mismos es-
tán dispuestos preferiblemente de modo que descargan en di-
145 recciones opuestas en relación de impacto con respecto a la
descarga de la tobera (17). Las dimensiones de los conductos
(16) están previstas para la mayor caída admisible de presión
para alcanzar una elevada velocidad cerca de la tobera (17) y
para conseguir la dispersión máxima del reactivo dentro de la
zona de umbral (3).
150

En una variante, el gas de combustión puede ser pro-
ducido de una manera análoga a la usada en la zona de combus-
tión (4), es decir en aberturas y por la efectiva oxidación,
dentro de dichas aberturas, del combustible con oxidante, y
155 con introducción desde las mismas en la zona próxima a la to-
bera de descarga (17). Análogamente, la cámara (11) puede
también estar dispuesta periféricamente con respecto a la to-
bera (17) y descargar desde esta zona periférica en cualquier
punto de la zona (2).



160 La introducción de los gases calientes de combustión en la zona (2) desde la cámara (11) eleva la temperatura del reactivo de alimentación y dispersa la alimentación dentro de los gases calientes, elevándose la temperatura de la alimentación preferiblemente hasta cerca de la temperatura de formación de negro de humo.

165 En las aberturas (6) de la zona de combustión (4), se producen gases de combustión que son después introducidos en la zona de combustión (4), radial o preferiblemente tangencialmente con respecto a la masa reactiva, y que fluyen axilmente por ella de modo que llevan la masa de reacción a la temperatura de formación de negro de humo, o a una temperatura superior, en cuyo momento la masa reactiva resultante es introducida en la zona (5) de formación de negro de humo, siendo extraído del reactor el negro de humo por la tobera

170

175 (15).

La exposición anterior no tiene que excluir el uso de aire y combustible precalentado en cualquier momento del procedimiento, así como tampoco tiene que excluir la introducción directa en la zona (4) de alguna parte de combustible.

180

Según el procedimiento de la presente invención, puede introducirse en la zona (2), por las aberturas (13 y 14), un exceso de oxidante o de combustible. Sin embargo, se prefiere trabajar con un exceso de combustible, ya que un exceso de oxidante tiende a provocar una prematura formación de negro de humo. Aun cuando en la zona (3) puede producirse algún negro de humo, tal formación indica un sobrecalentamiento localizado o una mezcla inadecuada del reactivo y de los gases calientes.

185

369396



190 Variaciones análogas pueden realizarse en las cantidades relativas de combustible y de oxidante introducidas por las aberturas (6) en la zona (4). Sin embargo, se prefiere trabajar con la cantidad de aire introducida en la zona (4) en exceso con respecto a la cantidad estequiométrica.

195 También se comprenderá que no hay límites a la temperatura a la cual la carga de hidrocarburo es precalentada dentro de cualquiera de las zonas (2 y 3), siempre que no se supere la temperatura de formación de negro de humo. Por consiguiente, es posible precalentar el hidrocarburo a dicha temperatura - o cerca de ella - en la zona (2) de introducción de alimentación, con poca o ninguna adición sucesiva de calor en la zona (3), siendo la mezcla de los componentes el factor principal afectado en la zona (3).

200 Como se comprenderá, pueden emplearse distintos combustibles para realizar el precalentamiento en una de las distintas zonas. Por ejemplo, pueden usarse gas natural y aire en la zona (2), y propano y aire en la zona (4).

205 El procedimiento de la invención produce no sólo negro de humo de estructura inferior a la normalmente obtenida en los procedimientos clásicos de horno, sino que permite cierto grado de control de la estructura mediante la variación de las cantidades relativas de gas de combustión introducidas en la zona (2) y en la zona (4). La cantidad de gas de combustión introducida en la zona (2) es preferible y
215 aproximadamente del 3% al 45% del total introducido en el reactor, estando relacionada dicha cantidad con las características de estructura del negro de humo producido, como resulta del ejemplo siguiente:

=.=.=.=



E J E M P L O

220 Se realizó una serie de tandas para producir negro de humo usando un reactor de la configuración general del reactor representado en las adjuntas figuras.

225 Como combustible, se empleó propano, que se introdujo con aire por las aberturas (13 y 14) y se quemó en la cámara o zona anular (11). Como material carbonado alimentado se empleó benceno, introducido por la abertura (10) en forma de vapor, a temperaturas comprendidas entre 268^o y 287^o C.

230 Se hizo primero una tanda de control sin más introducción de combustible ni aire que en la zona (4). Los resultados de esta tanda fueron considerados representativos de los procedimientos clásicos de producción de negro de humo. Se efectuaron después tandas adicionales en condiciones esenciales idénticas, excepto que la alimentación fué mezclada con gases de combustión y llevada en la zona (3) a la temperatura
235 inmediatamente inferior a la temperatura de formación de negro de humo. Los resultados fueron los siguientes:

==.==.==

369396¹⁶



	<u>Control</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	
240	Alimentación de benceno, kgs/h.	29,6	31,2	27,3	25,2
	Alimentación de propano, m ³ /h.	4,81	5,30	5,78	6,25
	a la zona intermedia	0	0,96	1,93	2,89
	a la zona de combust.	4,81	4,34	3,85	3,36
245	Entrada de aire, m ³ /h.	170	170	170	170
	a la zona intermedia	0	17	34	51
	a la zona de combust.	170	153	136	119
	% estequiométrico de aire				
	a la zona intermedia	0	75	75	75
	a la zona de combust.	150	150	150	150
250	Temp. de salida de la zona intermedia, ° C.	271	593	816	982
	Zona de formación de negro de humo				
255	Temperatura de entrada, ° C. (*)	1327	1327	1327	1327
	Permanencia en la zona intermedia				
	Tiempo, segundos	-	0.010	0.005	0.0025
260	Zona de formación de negro de humo				
	Tiempo de permanencia, segundos	-	0.037	0.037	0.037
	Rendimiento, base C en la alimentación, %	46.2	54.5	52.7	53.1
265	Conversión, base C total, %	37.0	42.0	39.0	38.0
	Fotómetro, % (**)	91	87	93	91
	Superficie de N ₂ , m ² /g	94.9	80.4	81.5	83.3
	Absorción de ftalato de dibutilo, n ^o (***)	129.3	117.2	110.0	111.1

270 (*) Considerada temperatura de formación de negro de humo.
 (***) Ensayo ASTM D 1618-58T.
 (***) Ensayo ASTM D 2414-65T, 1965.

275 Estos datos muestran que la estructura del negro de humo producido partiendo de la alimentación de un material hidrocarbonado es influida de manera significativa por la mezcla preliminar con gases calientes de combustión, para llevar el material alimentado a una temperatura inmediatamente inferior a la temperatura de formación de negro de humo, en condiciones de mezcla completa exactamente cuanto entra en

280 la zona de formación de negro de humo.

En los datos anteriores, se considera la temperatura de 1327° C. como temperatura de formación de negro de



humo. Como la alimentación ha sido precalentada en la tanda
de control, está indicada para la tanda de control mismo y
285 para la zona intermedia una temperatura de 271° C. En cada
una de las otras tandas, se llevó la mezcla de reacción a
una temperatura cada vez mayor antes de introducirla en la
zona de combustión, aun cuando la temperatura a la cual la
alimentación hidrocarbonada había sido introducida en la zo-
290 na de formación de negro de humo era la misma en todos los
casos. Análogamente, aun cuando en cada caso se introdujo en
el reactor la misma cantidad de aire, al aumentar la propor-
ción del aire total introducido en la zona intermedia, la
estructura del producto negro de humo disminuía. Como la can-
295 tidad de aire introducida en la zona intermedia es, hasta
cierto punto, una medida de la turbulencia creada en la zona
intermedia, la cantidad de aire y de combustible introducida
en la zona intermedia indica la cantidad de mezcla y el gra-
do de dispersión de la alimentación hidrocarbonada dentro de
300 esa zona.

A base de los datos anteriores, se ha comprobado
que la cantidad de aire introducida en la zona intermedia
del reactor debería ser aproximadamente de un 2% a un 30%,
y con preferencia aproximadamente de un 5 a un 25% del aire
305 total introducido en el reactor. Se ha comprobado que esta
cantidad es particularmente ventajosa cuando la zona inter-
media es hecha trabajar con el 75% aproximadamente del aire
teóricamente requerido en esa zona y la zona de combustión
es hecha trabajar con aire en exceso de la cantidad teórica,
310 es decir, con un 150% aproximadamente de dicha cantidad teó-
rica.

Los datos indican, además, que tiempos de permanen



315 cia en la zona intermedia muy cortos son adecuados para ob-
tener una dispersión satisfactoria del hidrocarburo en los
gases calientes, siendo esta vez aproximadamente de 0,0025
segundos hasta 0,010 segundos, y con preferencia de aproxi-
madamente 0,0035 hasta 0,010 segundos.

320 Se ha explicado la invención refiriéndose a un de-
terminado material alimentado, sin querer con ello limitar al
mismo la alimentación, ya que se admite que las condiciones
o resultados generalmente aplicables al tratamiento de ben-
ceno, o que se derivan del mismo, son análogamente aplicables
a otros materiales hidrocarbonados alimentados, empleados pa-
ra la producción de negro de humo. Análogamente, la exposi-
325 ción de la invención que se refiere al precalentamiento de
material alimentado mediante la combustión de propano o de
gas natural con aire no ha sido hecha con intención de limi-
tar la invención ni al uso de tales medios para elevar la
temperatura del material hidrocarbonado alimentado, ni al nú-
330 mero de zonas empleadas en la ejecución de tal precalenta-
miento.

335 Todo aquello que sea accesorio en la realización
del procedimiento descrito, podrá ser objeto de modificacio-
nes y las cuestiones de forma, dispositivos y máquinas utili-
zadas en la ejecución de la invención deberán tomarse como
de orden secundario, pudiéndose emplear aquellos que mejor
convengan en tanto no alteren fundamentalmente las particu-
laridades características.

340 La entidad solicitante se reserva el derecho de ob-
tención de los oportunos Certificados de Adición complementa-
rios por las mejoras o perfeccionamientos que en lo sucesivo
la práctica pudiera aconsejar.



NOTA :

345 Describa suficientemente la naturaleza y alcance de la presente invención, así como la forma en que la misma puede ser llevada a la práctica, se reivindican a título privativo las siguientes particularidades características, sobre las cuales ha de recaer la concesión del privilegio de PATENTE DE INVENCION que se solicita.

350 1). Procedimiento para la producción de negro de humo mediante la pirólisis de una alimentación hidrocarbonada que se pone en contacto con una corriente principal de gas caliente que le comunica el calor de la pirólisis a dicha alimentación, caracterizado por el hecho de ponerse preliminarmente en contacto con una corriente separada de gas caliente dicha alimentación y calentarse así
355 inmediatamente antes de ponerse en contacto con dicha corriente principal, a una temperatura que se acerca - pero es inferior - a la temperatura de formación de negro de humo.

360 2). Procedimiento según la reivindicación 1) y caracterizado por el hecho de obtenerse dicha corriente principal y dicha corriente separada de gas caliente por combustión de un combustible con un gas que contiene oxígeno libre.

365 3). Procedimiento según la reivindicación 2), caracterizado por el hecho de que la cantidad de gas que contiene oxígeno libre usada para formar dicha corriente separada de gas caliente es del 2 al 30% del total del gas que contiene oxígeno libre empleado en el procedimiento.

4). Procedimiento según la reivindicación 2) o 3),



370 caracterizado por el hecho de que la cantidad de gas que contiene oxígeno libre, usada para formar dicha corriente separada de gas caliente, es inferior a la requerida para una combustión completa del combustible que la acompaña.

375 5). Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2) a 4), caracterizado por el hecho de que la cantidad de gas que contiene oxígeno libre, usada para formar dicha corriente principal de gas caliente, es mayor que la requerida para la combustión completa del combustible que la acompaña.

380 6). Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1) a 5), caracterizado por el hecho de que dicha temperatura que se acerca - pero es inferior - a la temperatura de formación de negro de humo, es inferior en 927° - 316° C. a la temperatura de formación de negro de humo.

385 7). Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1) a 6), caracterizado por el hecho de que la duración del contacto entre dicha alimentación y dicha corriente separada de gas caliente, antes del contacto con dicha corriente principal, está comprendida entre 0,0025 y 0,010 segundos.

390 8). "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCIÓN DE NEGRO DE HUMO". Con prioridad de la Patente norteamericana núm. 746.435 de fecha 22 de Julio de 1.968.

=.=.=.=

Todo ello según queda expuesto en la presente Me-



369396

moria, que consta de quince hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara, y una hoja de dibujos que con la misma se acompaña.

MADRID, 11 de Julio de 1.969.

P. A.

Modesto Pato

P. P.



369396

FIG. 1

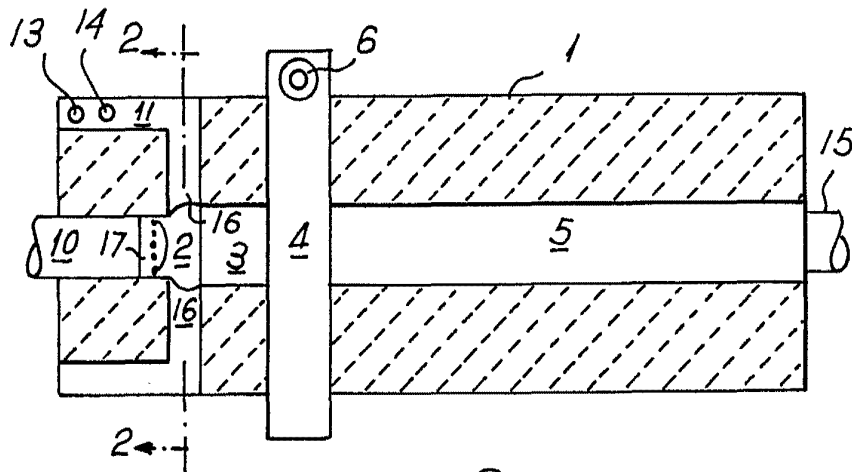
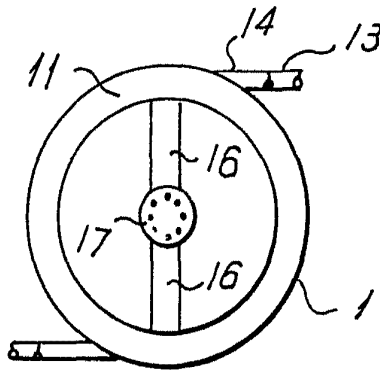


FIG. 2.



Madrid. 11 JUL. 1969

Modesta Polo

ESCALA VARIABLE.