

M/1

27
386897



MEMORIA DESCRIPTIVA

— PATENTE DE INVENCION.

DURACION: VEINTE AÑOS

OBJETO: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE NEGRO DE HUMO Y APARATO PARA SU APLICACIÓN".

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. O.
CLASE 09
SUBCLASE e

— PRIORIDAD : País : Estados Unidos de Norteamerica.

Serial núm.: 1.432.

Fecha de depósito : 8 de Enero de 1970.

Solicitante: PHILLIPS PETROLEUM COMPANY.

Residencia: BARTLESVILLE, Oklahoma, U.S.A.

Nacionalidad: norteamericana.



La presente invención se refiere a la producción de negro de humo en partículas grandes por un procedimiento de -
horno, aproximándose estrechamente las propiedades del negro
de humo obtenido a las propiedades del negro de humo produci-
do por el procedimiento térmico.

Generalmente, el procedimiento de horno conocido para la producción de negro de humo en partículas grandes requiere la dispersión de un material hidrocarbonado, alimentado en forma de masa altamente concentrada de partículas finamente divididas a un reactor de posición esencialmente vertical, a temperaturas comprendidas dentro del campo inferior de la formación de negro de humo, y el paso por el reactor de la masa caliente concentrada de hidrocarburo y de otros reactivos a velocidades bajas, para producir negro de humo de baja estructura y de gran tamaño de partículas.

El procedimiento conocido emplea como material alimentador combustible, oxidantes y reactivos, los materiales clásicos empleados en la producción de negro de humo, en el estado en el cual dichos reactivos son empleados normalmente. Aun cuando la posición vertical del reactor no es de esencial importancia para el procedimiento, sin embargo es la preferida, ya que el flujo hacia abajo del aceite de producción puede afectar la formación del negro de humo y reducir al mínimo su recirculación dentro del reactor.

Dicho procedimiento emplea una relación total entre el aire y el aceite de aproximadamente 1,87 a 3,36 m³/litro. Las velocidades de los reactivos dentro del reactor, que se basan en sus composiciones químicas cuando son introducidos en el reactor y en la temperatura y presión que reinan en éste, son inferiores a aproximadamente 4,9 m/segundo. La temperatura de formación de negro de humo empleada es de aproxima-



27

35 damente 1.316 a 1.371² C. a una presión de aproximadamente 1 hasta 2 atmósferas absolutas. El tratamiento ulterior del negro de humo es conducido preferiblemente de modo que se obtiene negro de humo de un índice fotométrico de aproximadamente 90, una superficie de nitrógeno de aproximadamente 5 hasta aproximadamente 20 m²/g. y una estructura de aproximadamente 35 hasta aproximadamente 110 cm³. de ftalato de dibutilo/100 g.

40 Se ha descubierto ahora un perfeccionamiento del método antes aludido que concierne en primer lugar el procedimiento de introducción en el reactor de la alimentación hidrocarbonada, o material de carga.

45 Según el procedimiento de la presente invención, el hidrocarburo y un dispersante son introducidos en el reactor en forma de corriente central de gran velocidad y de corriente periférica de baja velocidad, para obtener dos masas de entrada de distinta velocidad, introduciéndose la masa central a una velocidad que es de dos a seis veces aproximadamente la velocidad de la masa periférica.

50 Según el aparato de la presente invención, se prevé una tobera provista de una abertura central y de una pluralidad de aberturas periféricas, siendo la cantidad de flujo de la abertura central, del 30 al 80% aproximadamente del flujo total, y de dos a seis veces la velocidad del flujo procedente de las aberturas periféricas la velocidad de la masa procedente de la abertura central.

60 En general, el procedimiento de la presente invención emplea el establecimiento de dos concentraciones de alimentación de aceite de producción dispuestas sucesivamente y formadas simultáneamente centro del reactor. El establecimiento de estas zonas de aceite de producción concentrado es facilitado por el empleo del aparato de la presente invención, del cual

386897



se representa una forma de realización en los adjuntos dibujos.

65 Este aparato emite una mezcla de dispersante y de aceite, preferiblemente aire de atomización y aceite, a gran velocidad y en el centro de una pluralidad de mezclas, emitidas periféricamente, de la misma composición y lanzadas a menores velocidades.

70 La invención se describirá seguidamente con la ayuda de los dibujos adjuntos, en los cuales:

La figura 1, ilustra una forma de realización de la tobera de la presente invención en sección transversal y en alzado.

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

La figura 3, es una vista en sección transversal por la sección 3-3 de la figura 1.

80 La figura 4, es una vista en sección transversal por la sección 4-4 de la figura 1.

La figura 5, es una vista en sección transversal por la sección 5-5 de la figura 1.

Refiriéndonos ahora a la adjunta figura 1, se verá que la carga de hidrocarburo es introducida en la tobera (1) que puede componerse de dos secciones acopladas, la sección de introducción (2) y la sección de mezcla (3).

85 La sección (2) comprende una sección central (4) de entrada de dispersante, periféricamente a la cual se encuentra dispuesta la sección (5) de entrada de aceite. La relación entre estas secciones puede ser invertida. Como se verá por la figura 2, la pared (10) separa el aceite y el aire cuando los dos materiales fluyen por la sección de introducción (2) de la tobera, aun cuando pueden ser mezclados fuera

90

386897



de la tobera e introducidos por un conducto común.

95 La sección (4) se abre en una pluralidad de pasajes
 (6) que descargan en un conducto central (7) de la sección de
 mezcla (3). Análogamente, la sección (5) se abre en una plura-
 lidad de pasajes (8) que descargan hacia dentro en el conducto
100 central (7) a través de pasajes de aceite (9). Después de ha-
 ber sido desviado hacia dentro, el aceite es mezclado con el
 aire, formándose en la zona (15) una mezcla uniforme de aire y
 de aceite. Como se verá por las figuras 3 y 4, los pasajes de
 aire (6) pueden ser dispuestos adyacentes a los pasajes (9) de
 salida de aceite. Los pasajes (9) están formados en la superfi-
105 cie (11) y el aceite pasa desde allí a la sección de mezcla -
 (15). Al pasar un fluido dentro del otro, se verifica en la zo-
 na (15) una mezcla completa del aire y del aceite.

 Refiriéndonos ahora nuevamente a la figura 1, la mez-
 cla de aire de la zona (15) y aceite pasa o entra en la plura-
110 lidad de las salidas periféricas (14) y la salida central (12).
 Se efectúa una distribución entre dichas salidas periféricas y
 la salida central previendo los orificios (13) que conducen a
 las salidas periféricas (14) de un tamaño que proporcione la
 distribución deseada entre la salida central (12) y la salida
115 periférica (14). Sin embargo, después de pasar por los orifi-
 cios (13), la mezcla de aire y aceite entra en las salidas pe-
 riféricas (14), teniendo el área total de las salidas (14) una
 relación tal con el área de la superficie (12) que asegura las
 velocidades deseadas. Se obtiene, por tanto, la cantidad y la
120 distribución de velocidad deseadas, siendo la velocidad de la
 mezcla de aire y aceite por la abertura central (12) de aproxi-
 madamente dos hasta aproximadamente seis veces la velocidad de
 las salidas periféricas (14).

 Con referencia a la figura 5, se muestra en ella la

386897



125 relacion entre las salidas periféricas (14) y los orificios de restricción (13), dispuestos periféricamente con respecto a la salida central (12).

125b Las superficies totales de flujo restringido de los conductos periféricos puede ser esencialmente igual a la superficie del conducto central. Asimismo, la superficie total de descarga del conducto central puede ser aproximadamente $1/3$ de la superficie total de descarga de los conductos periféricos.

130 La tobera descrita efectúa las mezclas de aire y aceite que son introducidas en el reactor periféricamente con respecto a una mezcla de aire y aceite introducida por el centro, siendo introducida esta última corriente central a una velocidad superior a la de las corrientes periféricas. Como el calor que efectúa la descomposición pirolítica de estas corrientes tiene que penetrar hacia dentro de dichas corrientes periféricas, se verá que las corrientes periféricas actúan a modo de pantalla con respecto a la corriente central. Dicha acción de pantalla y la introducción de la corriente central a una mayor velocidad hacen que la corriente central entre en el reactor en una considerable distancia antes de experimentar una descomposición comparable con aquella a la cual las corrientes periféricas son sometidas inmediatamente después de salir de la tobera.

135 El dispersante introducido por la tobera descrita anteriormente puede ser cualquier material gaseoso, incluidos el aire, el aire enriquecido con oxígeno, un gas inerte o similares, aunque será preferiblemente aire. El aire así introducido, puede añadirse al aire que puede ser introducido en otro punto del reactor, cerca de la introducción del aceite de producción o en puntos corriente abajo de la misma, o en una combinación de puntos.

150 Aun cuando puede emplearse una pluralidad cualquiera



de corrientes periféricas, es preferible usar cuando menos cuatro de ellas. Análogamente, puede emplearse una pluralidad de aberturas centrales, aun cuando se prefiere una sola abertura.

155 El fluido introducido como dispersante es introducido preferiblemente en una cantidad comprendida entre aproximadamente 37 y 560 litros por litro de aceite de producción. Preferiblemente, el aceite de producción es introducido en fase líquida y puede ser precalentado.

160 La tobera está prevista para emitir por la salida central de 30 a 80 por ciento aproximadamente de su mezcla total de aire y aceite, prefiriéndose la emisión por la abertura central de cuando menos el 50 por ciento. El material emitido por la abertura central debería tener una velocidad de
165 dos a seis veces aproximadamente la velocidad de la mezcla de aire y aceite que sale de las aberturas periféricas. Preferiblemente, la velocidad por la abertura central debería acercarse a la velocidad del sonido en las condiciones reinantes.

170 Los datos siguientes indican el funcionamiento de la invención. Todas las tandas fueron realizadas en un reactor vertical.

175 En la Tanga de control núm. I, se introdujo por la circunferencia de la tobera aire axil como aire de atomización emitiéndose a la misma velocidad todas las corrientes de aire y aceite procedentes de la tobera, no habiendo corriente alguna de salida central protegida por corrientes de salida periféricas. En correspondencia con las tandas en las cuales se emplearon el procedimiento y el aparato de la presente invención, se introdujo también aire axil por la circunferencia de
180 la tobera por la cual se emitía una corriente central de gran



velocidad, rodeada de corrientes periféricas de menor velocidad.

185 Primero, se introdujeron aire y gas combustible por la periferia del reactor inmediatamente corriente abajo del punto de descarga de las corrientes de aire y aceite procedentes de la tobera. Una segunda corriente de aire fué introducida tangencialmente en el reactor, corriente abajo con respecto a la introducción del aire primario. En todos los casos, se introdujo una sal de metal alcalino para el control de la estructura del negro de humo y se enfrió bruscamente la masa de reacción en la parte corriente abajo del reactor, para obtener un negro de humo de un índice fotométrico de 90.

190

Los resultados fueron los siguientes :

=.o.=

386897



T A B L A I

Tanda n ^o	Tanda de base						
	I	II	III	IV	V	VI	VII
195	352	345	320	368	352	360	345
	113	113	57	170	113	113	113
	141	141	141	141	141	141	141
200	0	311	155	467	311	311	311
	314	104	52	155	104	104	104
	204	204	210	204	191	218	191
	576	576	576	576	425	850	850
205	37	37	37	37	31	37	37
	280	280	283	283	425	0	0
	321	329	177	461	321	314	329
	3.12	3.20	3.16	3.16	3.13	3.08	3.20
	953	812	789	838	796	780	810
210	Propiedades del negro de humo :						
	16.7	21.06	19.8	18.6	19.2	19.8	19.0
	31.4	30	33	30	29.5	32.4	31.0
	89	94	93	95	88	90	89
215	645	610	610	621	585	621	610

(x) Valores calculados a presión y temperatura standard.

386897



220 Se verá por lo anteriormente expuesto que el uso de una mezcla de dispersante y de aceite para establecer dos con-
centraciones de aceite de producción dentro del reactor afec-
ta apreciablemente la superficie del negro de humo en condi-
ciones por lo demás comparables. También se verá que se produ-
ce por el procedimiento de la presente invención, en presen-
cia de un aditivo de metal alcalino, un nuevo negro de humo -
de un índice fotométrico de cuando menos 90, una superficie
225 de aproximadamente 19 a 27 m²/g aproximadamente y una estruc-
tura de aproximadamente 25 hasta aproximadamente 34 cm³ DBP/100 g.

Los datos anteriores comprenden valores de la velo-
cidad de la corriente central y velocidades de las corrientes
periféricas o anulares que salen de las toberas. Estos valo-
res son solamente relativos, habiendo sido calculados a base
230 de los volúmenes interesados en condiciones standard de tempe-
ratura y de presión. Aun cuando se indican valores superiores
a la velocidad del sonido, se cree, que, aun cuando es posi-
ble acercarse a la velocidad del sonido, ésta no es superada
235 en ningún caso.

En los datos anteriores, las corrientes de mezcla -
de aire y aceite emitidas periféricamente con respecto a la
corriente central eran paralelas al eje del reactor y a la co-
rriente central. Sin embargo, la descarga de dichas corrien-
tes periféricas puede efectuarse angularmente con respecto a,
240 la corriente central, y de manera divergente o convergente.

El negro de humo producido por el procedimiento de
la presente invención, y concretamente el producido en la Tan-
da núm. II, Tabla I, ha sido comparado con el negro de humo
245 producido en la Tanda núm. I, Tabla I, y con el negro de humo
térmico medio (MT), ASTM N 990, por incorporación en una rece-



27/10/53

ta de goma natural, de la cual se determinaron los datos de la goma.

La receta de goma natural era la siguiente :

250

T A B L A II

	<u>Componente</u>	<u>Partes en peso</u>
	Goma natural crepé liberiana	100
	Negro de humo	75
	Acido esteárico	3
255	Azufre	2,5
	Oxido de cinc	5
	Acelerador Altax (disulfuro de benzotiazilo)	0,6

Los resultados obtenidos en las gomas resultantes fueron los siguientes:

260

T A B L A III

	<u>Producto negro de humo</u>	<u>Tanda de control I</u>	<u>Tanda II</u>	<u>MT</u>
265	Viscosidad Mooney a 100° C.	44	41	44
	Prevulcanizado a 135° C., min. 30 min. de curado a 145° C.	7	6	10
	Deformación por compresión, %	25	24	30
	Módulo 300%, kg/cm ²	93,5	85,7	54,9
270	Resistencia a la tracción, kg/cm ²	199	243	191
	Alargamiento, %	530	610	620
	Δ T, ° C	18	19	20
	Resiliencia, %	81	80	81
	Dureza Shore A	55	55	47

275

Se verá, por la Tabla anterior, que el negro de humo producido por el procedimiento de la presente invención se tradujo en una mayor resistencia a la tracción y en un módulo más bajo en el 300 por ciento en la goma producida que los de dicho negro de humo producido en la Tanda de Base I. Se verá además

280

que, mientras que el negro de humo MT tiene un N₂SA de 8 y una estructura de 35, el negro de humo de la presente invención po-

386897



285 día compararse con el negro de humo MT en cuanto concernía a las propiedades de histéresis de la mezcla de goma, es decir, en lo que concierne, digo concernía a los resultados T y de resiliencia. Esto no estaba previsto, por cuanto se acepta ge
neralmente que los negros de humo de gran superficie les comu
nican a las mezclas de goma propiedades de histéresis inferio
res a las que proporcionan los negros de humo de pequeña su -
perficie. Se ve, por ello, que el negro de humo de la presen-
te invención les comunica a las mezclas de goma propiedades
290 de histéresis inesperadamente elevadas.

Se ha comprobado que el procedimiento de descarga y el aparato de la presente invención contribuyen de manera sig
nificativa a reducir la deposición de carbón sobre las pare -
des del reactor y a eliminar la formación de partículas debi-
das a la exfoliación del material refractario del reactor.
295

Por lo anteriormente expuesto, resultará evidente -
que pueden introducirse varias modificaciones tanto en el pro
cedimiento como en el aparato de la presente invención. Por -
ejemplo, puede emitirse una pluralidad de corriente centrales
300 a las altas velocidades, rodeadas por la pluralidad de las co
rrientes de baja velocidad, más bien que la corriente única
de gran velocidad de que se habla anteriormente.

Qualquier experto en la materia puede comprender -
que el término "corriente introducida axialmente", tal como se
305 usa en la presente Memoria descriptiva y en las reivindicacio
nes, es exacto desde un punto de vista estrictamente geométri
co sólo cuando se introduce así una sola corriente. Cuando se
introduce más de una de tales corrientes, una cuando menos de
310 tales corrientes fluiría adyacente al eje de la zona de reac
ción.

386897



27/18

315 Todo aquello que sea accesorio en la realización del
procedimiento descrito, podrá ser objeto de modificaciones, y
las cuestiones de forma, dispositivos y máquinas utilizadas en
la ejecución de la invención deberán tomarse como de orden se-
cundario, pudiéndose emplear aquellos que mejor convengan en
tanto no alteren fundamentalmente las particularidades carac-
terísticas.

320 La entidad solicitante se reserva el derecho de ob-
tención de los oportunos Certificados de Adición complementa-
4 rios por aquellas mejoras o perfeccionamientos que en lo suce-
sivo pudiera aconsejar la práctica.

N O T A :
=====

325 Descrita suficientemente la naturaleza y alcance de
la presente invención, así como la forma en que la misma pue-
de ser llevada a la práctica, se reivindican a título privati-
vo las siguientes particularidades características, sobre las
cuales ha de recaer la concesión del privilegio de PATENTE DE
INVENCION que se solicita.

330 1). Procedimiento para la producción de negro de hu-
mo de un tamaño de partículas relativamente grande por piróli-
sis de un hidrocarburo alimentado a una temperatura compendi-
da entre 1316^o y 1371^o C., cargándose el hidrocarburo alimen-
tado en una zona de pirólisis a una velocidad lineal inferior
a 4,9 m. por segundo, c a r a c t e r i z a d o por el he-
335 cho de que el hidrocarburo alimentado es introducido en dicha
zona en forma de pluralidad de corrientes, introduciéndose -

386897 21



340 una pluralidad de dichas corrientes periféricamente con respecto a cuando menos una corriente introducida axilmente, alimentándose dicha corriente introducida axilmente a una velocidad comprendida entre dos y seis veces la velocidad de las corrientes introducidas periféricamente.

345 2). Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por el hecho de que cuando menos una parte de dichas corrientes comprende la alimentación de un hidrocarburo y de un dispersante gaseoso.

350 3). Procedimiento según la reivindicación 2), caracterizado por el hecho de que la cantidad de dicha corriente introducida axilmente equivale al 30 - 80 por ciento del hidrocarburo total alimentado y del dispersante introducido en dicha pluralidad de corrientes.

4). Procedimiento según la reivindicación 3), caracterizado por el hecho de que la cantidad de la corriente introducida axilmente es cuando menos el 50% de la alimentación total más el dispersante.

355 5). Procedimiento según las reivindicaciones 2), 3) ó 4), caracterizado por el hecho de que dicho dispersante está presente en una cantidad comprendida entre 37 y 560 litros por litro de hidrocarburo alimentado.

360 6). Procedimiento, según la reivindicación 1) en el que el negro de humo obtenido, que tiene una clasificación fotométrica de cuando menos 90, y está caracterizado por una superficie comprendida entre 18 y 22 m²/gramo y una estructura comprendida entre 29 y 34 cm³ de ftalato de dibutilo/100 gramos.

365 7). Aparato para la aplicación del procedimiento, según las reivindicaciones 1) a 6), integrando una tobera para introducir hidrocarburo en un reactor de negro de humo, que com -

386897



370

375

prende una cámara, cuando menos un conducto que se abre en dicha cámara, una pluralidad de conductos de descarga que se abren des de dicha cámara, una pluralidad de dichos conductos de descarga dispuestos periféricamente con respecto a cuando menos un conducto de descarga dispuesto en el centro, caracterizado por el hecho de que dichos conductos dispuestos periféricamente tienen una sección de flujo reducida y una sección de salida de sección transversal superior a la de dicha sección reducida, y porque la superficie total de la sección transversal de las secciones de salida de dichos conductos periféricos es de dos a seis veces la superficie del conducto central.

8). "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCIÓN DE NEGRO DE HUMO Y APARATO PARA SU APLICACIÓN".

Todo ello según queda expuesto en la presente Memoria, que consta de quince hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara, y dibujos que con la misma se acompañan.

MADRID, 30 DIC. 1970

P. A.

Modesto P. A.
P. P.

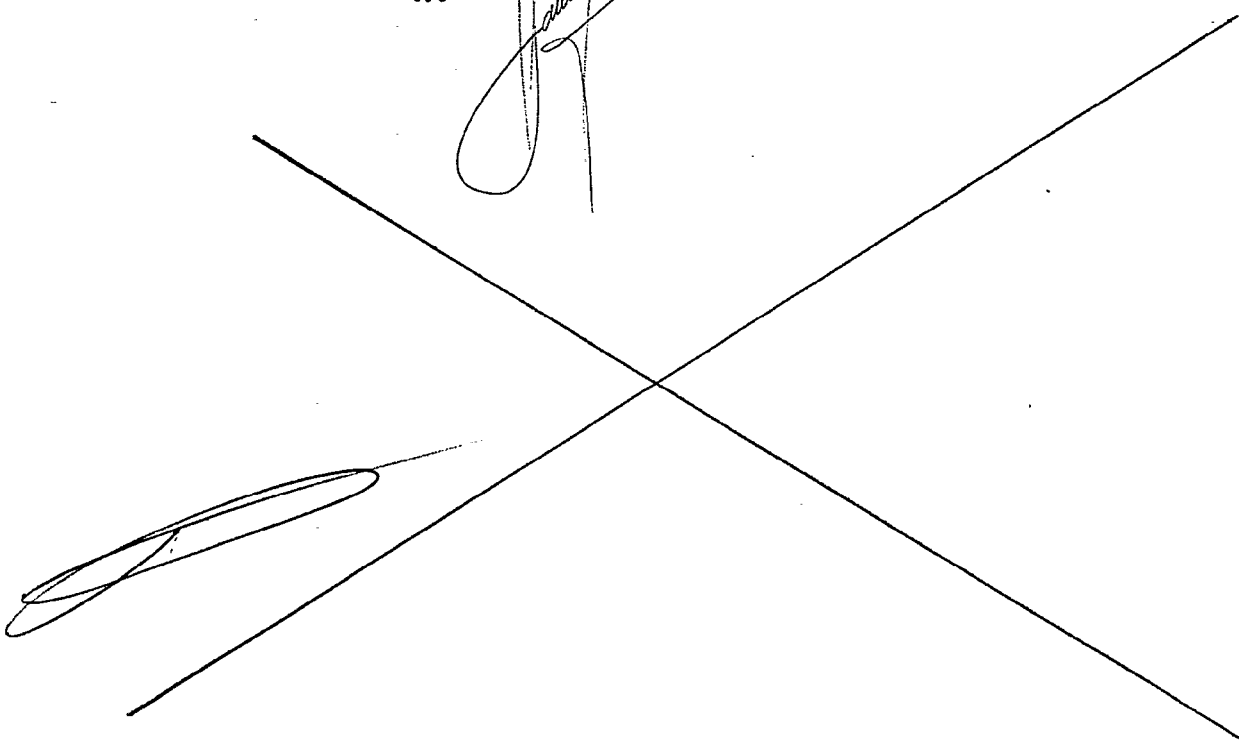
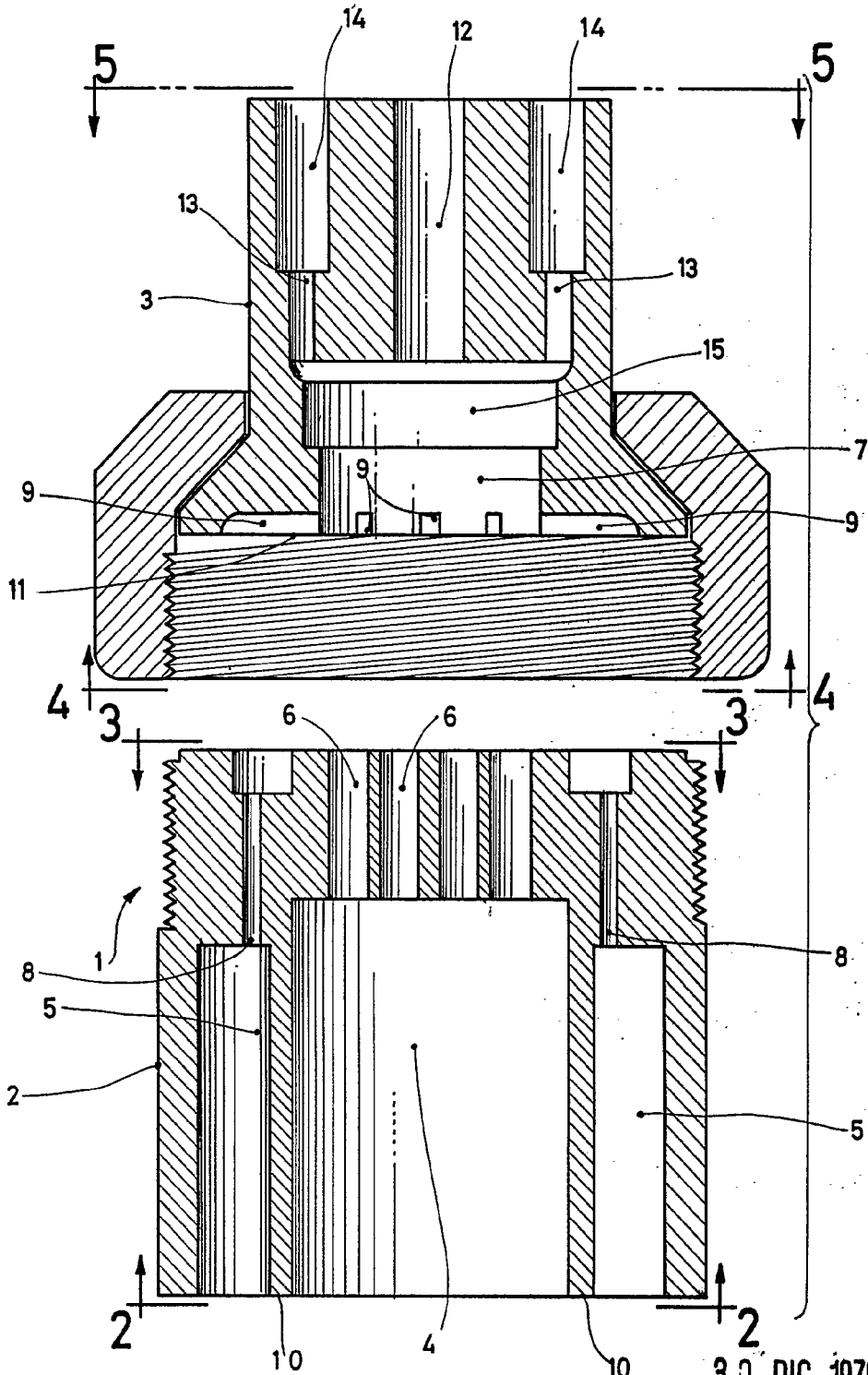




FIG. 1ª



ESCALA VARIABLE

30 DIC. 1970
Madrid

Modesto P. G.



FIG. 2ª

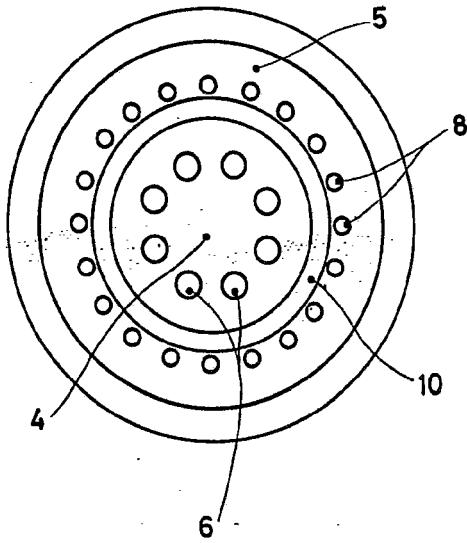


FIG. 3ª

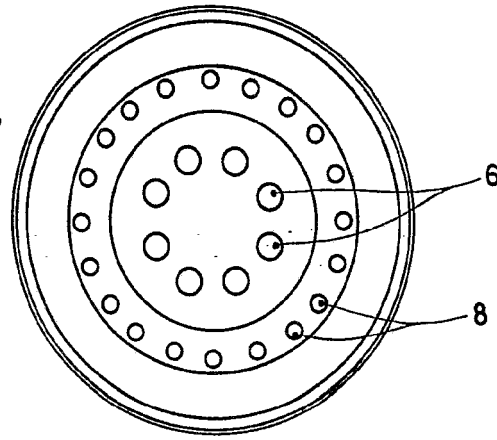


FIG. 4ª

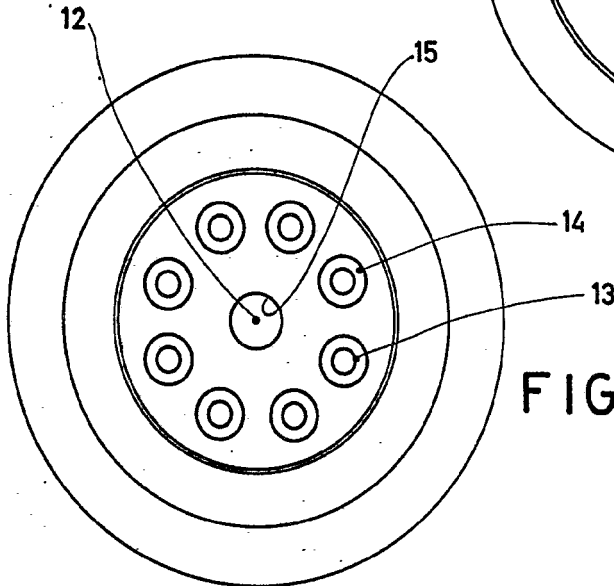
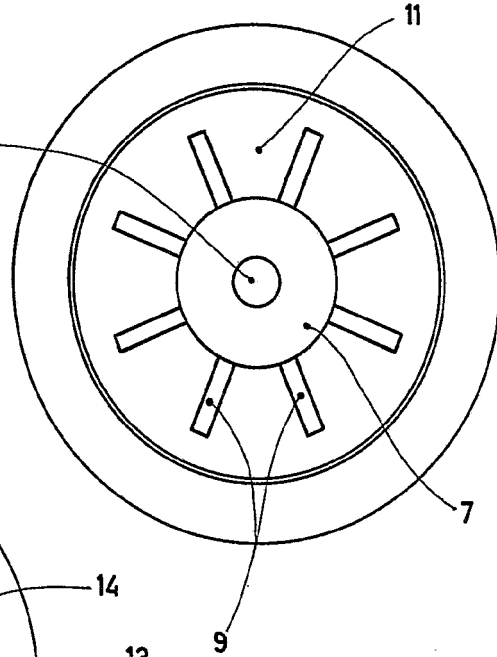


FIG. 5ª

ESCALA VARIABLE

Madrid 30 DIC. 1970

Modesto Polo
P.P.