

388025

2 OCT. 1978



P.- 46.936

U.S. Serial Nos.  
12.750 and 25039

388025

Memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>G10</u>
SUBCLASE <u>G</u>

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de CABOT CORPORATION

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 125 High Street, Boston, Massachusetts,  
Estados Unidos de América

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR NEGRO DE HUMO".  
(Clase Internacional B05b).

388025

18 SEP.



TECNICA ANTERIOR

5 La técnica de la atomización y/o vaporización de líquidos en gran escala ha requerido generalmente que el aparato utilizado tenga partes móviles. De acuerdo con ello, cuando, por ejemplo, han de pulverizarse líquidos insecticidas, el atomizado o aerosol fino deseado se produce frecuentemente en la actualidad por inyección del líquido en la sección de compresión de un motor a chorro. Análogamente, otro tipo de aparato de atomización implica el choque del líquido de alimentación contra una rueda desbastadora que gira rápidamente o similar, dependiendo 10 el efecto de atomización de la disgregación física violenta del líquido en gotitas minúsculas. Ciertas variedades de aparato secador de pulverización, por ejemplo, tipifican este modo de atomización.

15 En las técnicas químicas industriales, a menudo es deseable convertir líquidos al estado de vapor. Hasta ahora, tales conversiones se han conseguido frecuentemente mediante el uso de diversos medios vaporizadores en los cuales el líquido de alimentación se pulveriza contra una supercifie de un recinto cerrado calentada suficientemente 20 para vaporizar el líquido en el recinto de espacio libre. Asimismo, se emplea también en gran escala a la técnica simple de la ebullición de un líquido. Cada uno de estos procedimientos presenta ventajas, por supuesto, para ciertas aplicaciones. Sin embargo, cuando es preciso vaporizar 25 líquidos viscosos o mezclas de líquidos, tales métodos de vaporización se han encontrado a menudo deficientes. Por ejemplo, muchas mezclas de líquidos son azeótropicas, y así, cuando se evaporan instantáneamente o se hierven 30 tales mezclas no forman normalmente sistemas de vapor --

388025

18 SEP



5           cuya relación de componentes sea sustancialmente la misma  
que en la mezcla líquida de alimentación. Además, muchas  
mezclas líquidas, tales como ciertos productos alquitra-  
nosos de las operaciones de las refinerías de petróleo,  
están compuestas de sustancias tan diferentes con respecto  
a sus presiones de vapor y puntos de ebullición, y poseen  
viscosidades tan altas que la vaporización o atomización  
sustancial de las mismas en aerosoles o vapores de compo-  
sición constante se ha considerado generalmente imposible  
10           de conseguir hasta ahora. Cuando se someten a métodos de  
vaporización instantánea reconocidos en la técnica, tales  
alquitranes de refinería usualmente se vaporizan sólo par-  
cialmente, quedando retenidas las colas pesadas como al-  
quitrán pesado no vaporizado o cok. Es innecesario decir  
15           que la formación de tal material residual es en general  
sumamente indeseable. De acuerdo con la presente invención,  
en cambio, se han resuelto muchos de los problemas arriba  
indicados.

20           El procedimiento del horno de aceite representa  
uno de los métodos mejor conocidos y más ampliamente prac-  
ticados para la producción de negro de humo. En líneas  
generales, el procedimiento se caracteriza por las etapas  
de (a) pulverizar una alimentación hidrocarburada líquida,  
tal como los alquitranes y aceites pesados hidrocarbura-  
dos de refinería arriba descritos, en el seno de los productos  
25           turbulentos de combustión producidos por la reacción de un  
combustible fluido con un gas que contiene oxígeno tal  
como aire; (b) llevar la mezcla de reacción resultante a  
una zona de formación de carbono en la que la alimentación  
30           hidrocarburada se convierte en negro de humo; (c) enfriar

388025



5 bruscamente el afluyente de la zona de formación de negro de humo, y (d) recoger el producto de negro de humo arrastrado por los gases del procedimiento. Detalles ulteriores referentes al procedimiento de negro de humo del horno de aceite pueden encontrarse en las Patentes de EE.UU. Núms. 2.375.795; 2.590.660; 2.976.127; 3.009.784; 3.009.787; 3.011.872; 3.103.148; 3.206.285; 3.244.484; 3.307.911; 3.410.660 y 3.460.911.

10 Uno de los problemas asociados con el procedimiento del horno de aceite antes descrito está centrado en el método por el que la alimentación líquida hidrocarburada se inyecta en los gases producidos en la combustión. Como será reconocido por los expertos en la técnica, la producción de negro de humo de horno de aceite de calidad uniforme depende notablemente de la dispersión rápida de las  
15 gotitas uniformes de la alimentación en dichos gases producidos en la combustión. Por desgracia, sin embargo, el carácter físico y químico de las alimentaciones hidrocarburadas comúnmente empleadas en el procedimiento del horno de aceite tiende a atenuar acusadamente el comportamiento  
20 uniforme deseable de las gotitas minúsculas y la dispersión subsiguiente de las mismas en los gases producidos en la combustión. En gran parte, por razones de economía, las alimentaciones empleadas normalmente comprenden los "fondos" o alquitranes residuales de las operaciones de refino de  
25 petróleo. Tales alquitranes residuales son por lo general extremadamente viscosos y, además, comprende mezclas de constituyentes alcohol- y aril-hidrocarburados de intervalos de punto de ebullición amplios. Debido a su naturaleza  
30 viscosa, los alquitranes residuales son extremadamente

388025

10 SEP 1952



5 difíciles de atomizar de un modo uniforme. Por otra parte,  
debido a la amplitud de los puntos de ebullición de los  
diversos constituyentes que forman parte de los mismos,  
dichos alquitranes no son usualmente susceptibles de tra-  
tamiento por técnicas de vaporización. En realidad, algunos  
de los constituyentes de estos alquitranes no poseen punto  
de ebullición bien definido y tienden a descomponerse más  
bien que a vaporizarse cuando dichos alquitranes se calien-  
tan por encima de unos 371°C. Así, las técnicas de vapori-  
10 zación adecuadas para materiales líquidos menos complejos  
fallan usualmente cuando se aplican a los alquitranes de  
refinería residuales, debido a degradación prematura de  
ciertos constituyentes de los mismos, y lo que tiene aún  
más significación práctica, tales fenómenos de degradación  
15 conducen a menudo a una coquización perjudicial del apa-  
rato.

Hablando en términos generales, los esfuerzos ante-  
riores para mejorar la dispersión del material de aliment-  
tación en el procedimiento del horno de aceite han estado  
20 dirigidos hacia técnicas de atomización mejoradas. En  
primer lugar, los alquitranes residuales pesados se preca-  
lientan frecuentemente por debajo de la temperatura a la  
que se produce una degradación severa de los mismos con  
el fin de reducir su viscosidad y permitir así un bombeo  
25 y una atomización más fáciles de los mismos. Asimismo, se  
utilizan diversas boquillas de atomización que están dise-  
ñadas para lanzar la alimentación en una forma tan geomé-  
trica como sea posible para el horno de negro de humo par-  
ticular empleado. Normalmente, el diseño de tales boqui-  
30 llas proporciona una pulverización completa o en forma de

388025

13 SEP.



como hueco. A pesar de tales esfuerzos, sin embargo, persisten los problemas de obstrucción, coquización del aparato, y uniformidad de la inyección de alimentación.

5 De acuerdo con la presente invención, en cambio, muchos de estos problemas previamente asociados con la inyección de alimentaciones de alquitran residual a un horno de producción de negro de humo se han resuelto enteramente o al menos se han mejorado sustancialmente.

#### OBJETOS DE LA INVENCION

10 Es un objeto fundamental de la invención proporcionar un procedimiento nuevo para la producción de negro de humo.

15 Es otro objeto de la invención proporcionar un método nuevo para la introducción de alimentaciones hidrocarbурadas líquidas en un ambiente productor de negro de humo.

20 Es todavía otro objeto de la invención proporcionar un procedimiento del tipo de horno para la producción de negro de humo en el que una alimentación hidrocarbурada líquida se atomiza e inyecta en una zona de formación de negro de humo de una manera altamente eficiente pero sencilla y prácticamente exenta de inconvenientes.

25 Es otro objeto de la invención proporcionar un procedimiento de tipo de horno para la producción de negro de humo en el que alimentaciones de alquitran residual se atomizan de una manera excelente.

30 Es todavía otro objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para la producción de negro de humo caracterizado por rendimientos desusadamente altos para calidades dadas de negro de humo.



Es todavía otro objeto de la presente invención proporcionar un nuevo aparato para la producción de negro de humo.

Otros objetos y ventajas de la presente invención, en parte serán evidentes y en parte aparecerán más adelante en esta memoria.

#### DESCRIPCION GENERAL DE LA INVENCION

Se ha descubierto que se consigue una atomización y/o vaporización eficiente y rápida de líquidos inyectando una alimentación líquida en una corriente de gas caliente producida por combustión de un combustible y un oxidante en un recinto cerrado. Asimismo, se ha descubierto que puede producir un negro de humo mientras que se incurre en muchos de los anteriores objetos y ventajas cuando se atomiza una alimentación líquida esencialmente hidrocarburada, inyectando dicha alimentación en forma de una o más corrientes coherentes que penetran en una corriente de gas confinada rica en energía producida por combustión de un combustible y un gas oxidante, y conduciendo después de ello la alimentación así atomizada sustancialmente en dirección transversal a una corriente gaseosa que contiene un producto de combustión y/o oxígeno. La mezcla de reacción así producida se mantiene en condiciones de formación de carbono, se enfría bruscamente, y el negro de humo se recoge como producto a partir de los gases de procedimiento asociados.

#### DIBUJOS

La figura 1 de los dibujos que forman parte de esta invención es un corte longitudinal en diagrama esquemático de un aparato adecuado para atomizar o vaporizar

388025

13 SEP.



líquidos de acuerdo con la práctica de la invención.

La figura 2 es una vista en corte longitudinal en diagrama esquemático de una realización de aparato adecuado para la producción de negro de humo de acuerdo con la presente invención.

La figura 3 es una vista en corte longitudinal en diagrama esquemático ampliado del mecanismo de inyección de alimentación líquida del aparato de la figura 2.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

Haciendo de nuevo referencia a la Figura 1, la invención se practica en líneas generales cargando un combustible fluido y un gas oxidante para el mismo en la zona 1, en la cual tiene lugar la combustión de dicho combustible. Preferiblemente, el combustible se difunde antes de su entrada en la zona 1, lo que se consigue cargando primeramente el combustible en el recinto 3. El combustible pasa luego a través de la placa perforada 5 a la cámara de combustión 1. El gas oxidante se mezcla con el combustible fluido cargando el mismo en la porción final de aguas arriba de la zona 1 a través de la abertura 11. Además de la función evidente de mantener la separación física entre la zona 1 y el recinto 3, la placa 5 sirve también como difusor para el combustible fluido y como limitador de la llama para la reacción de combustible. La reacción de combustión se completa de modo sustancialmente total dentro de los límites de la zona 1, proporcionando así una salida de la misma de gases de producto de combustión calientes. Estos gases de producto de combustión se aceleran a una presión cinética de al menos 0,21 kg/cm<sup>2</sup>, y la alimentación líquida que se desea --

388025

13 SEP 19



5 atomizar y/o vaporizar se inyecta en los mismos a través de las entradas 7. Convenientemente, dichas entradas se pueden alimentar simultáneamente por medio del distribuidor 9. Después de ello, el líquido así inyectado se vaporiza y/o se atomiza predominantemente en virtud del calor y de la energía cinética impartidos al mismo por los gases de producto de combustión fluyentes.

10 El término "líquido", tal como se emplea en esta memoria con respecto a materiales de alimentación adecuados se refiere generalmente a aquellas sustancias que, en el momento de la inyección en la corriente de gas de combustión:

(1) fluyen continuamente en respuesta a los esfuerzos de cizallamiento aplicados a las mismas.

15 (2) no se recuperan sustancialmente cuando se retiran dichos esfuerzos de cizallamiento, y

(3) mantienen volúmenes sustancialmente constantes a temperaturas constantes.

20 Adicionalmente, es también importante que la alimentación líquida a vaporizar y/o atomizar de acuerdo con el presente procedimiento no reaccione perjudicialmente con los gases de producto de combustión puestos en contacto con la misma durante el curso del procedimiento. De acuerdo con ello, se reconocerá ulteriormente que el  
25 criterio de inercia sustancial de la alimentación líquida vendrá dictado asimismo, en alto grado, por la composición particular, la temperatura, el tiempo de contacto y el volumen de los gases de combustión que han de ponerse en contacto con aquélla. Así, el problema de la inercia  
30 puede resolverse prestando la consideración debida tanto

388025

12 SEP.



a las relaciones físicas como a las químicas entre los gases de producto de la combustión y el líquido a convertir en atomizado y/o vapores.

5 Ejemplos de alimentaciones líquidas normalmente adecuadas para uso en la práctica de la invención de atomización y/o vaporización, son: agua; soluciones acuosas de compuestos inorgánicos u orgánicos; compuestos organometálicos; metales y aleaciones metálicas; líquidos orgánicos, etc. Ejemplos específicos de tales líquidos de partida adecuados para tratamiento por el procedimiento de la invención son: tetracloruro de silicio, tetracloruro de titanio, aceites hidrocarbonados, alquitranes, aceites de silicona, alcohol butílico, alcohol isopropílico, decanol, glicerina, tributilaluminio, sodio, plomo, azufre, cloruro de sulfurilo, aceite mineral, 10 aceite de pino, aceite de semilla de algodón, ftalato de dioctilo, ftalato de diisooctilo, alcoholhalosilanos tales como metiltriclorosilano, dietildiclorosilano, metildiclorobromosilano, etcétera. De interés particular son 15 aquellos alquitranes de refinería residuales esencialmente hidrocarbureados que comprenden mezclas amplias de distribución de peso molecular y de intervalo de punto de ebullición de sustancias alcohol- y aril-hidrocarbonadas. Tales alquitranes han sido históricamente extremadamente 20 difíciles de vaporizar y/o atomizar eficientemente y, como resultado, su utilidad, por ejemplo como producto químico intermedio, ha estado limitada hasta ahora a aquellas 25 aplicaciones en las que no se requieren vapores o atomizado.

30 En las Figuras 2 y 3, se efectúa la atomiza-



5 ción y/o vaporización de una alimentación productora de negro de humo. Si bien se muestran dos atomizadores 1000 sustancialmente opuestos en las Figuras 2 y 3 como una realización preferida de la invención, para los propósitos de claridad y sencillez la descripción siguiente hará referencia a las operaciones de uno solo de tales atomizadores 1000, entendiéndose que atomizadores adicionales estarán sujetos a consideraciones similares. Por consiguiente, detallando la etapa de atomización, se efectúa una reacción de combustión energética en la zona de combustión 10 entre un combustible fluido y un gas que contiene oxígeno. La corriente de gas de producto de combustión resultante se acelera a una presión cinética de al menos aproximadamente  $0,21 \text{ kg/cm}^2$  y preferiblemente a más de aproximadamente  $0,35 \text{ kg/cm}^2$ , al mismo tiempo que dicha corriente se hace pasar a través del orificio de inyección de alimentación 90. Dicho orificio 90 comprende una entrada no restringida en la zona 20 a través de la cual se inyecta la alimentación líquida esencialmente hidrocarburada en dirección sustancialmente transversal en la corriente de gas de producto de combustión que se desplaza a lo largo de dicha zona 20. Por el término "en dirección sustancialmente transversal" se entiende en un ángulo comprendido entre aproximadamente  $45^\circ$  y aproximadamente  $135^\circ$  con relación al eje longitudinal de dicha zona 20. No obstante, se prefiere la inyección de la alimentación en un ángulo comprendido entre  $45^\circ$  y aproximadamente  $95^\circ$  con relación al eje longitudinal de la zona 20. Si bien solamente se muestra un único orificio 90, debe entenderse que puede existir una pluralidad de tales orificios

388025

18 SEP



alrededor de la zona 20 de tal modo que se obtenga como resultado una inyección sustancialmente radial de una pluralidad de corrientes de alimentación hidrocarburadas líquidas coherentes no fragmentadas desde alrededor de la periferia de dicha zona 20 hacia el interior de los gases de producto de combustión. Cuando el diámetro de la zona 20 es mayor que aproximadamente 12,7 mm, es muy preferido que se emplee una pluralidad de tales orificios a fin de que la alimentación puede inyectarse uniformemente.

La temperatura y la velocidad másica de los gases producidos en la combustión a conseguir vendrá dictada por parámetros tales como: el tipo y caudal de líquido a atomizar y/o vaporizar; la geometría del aparato empleado y la nueva modalidad de introducción del líquido en la corriente de gas de producto de combustión empleada en el presente procedimiento.

Debido a que la alimentación líquida se carga en la corriente de producto de combustión por inyección de la misma con un chorro no fragmentado o pluralidad de chorros desde aproximadamente la periferia de la corriente de gas de combustión, resultan varias ventajas. Por ejemplo esta modalidad no fragmentada de inyección no requiere medios de obstrucción que dificulten el flujo de la alimentación hasta la corriente de gas de combustión, p. ej., medios de boquilla, y por tanto proporciona ventajas adicionales sustanciales cuando el líquido a tratar es viscoso o contiene materia sólida, la cual tendería a enlodar tal aparato de pulverización ordinaria de la técnica anterior.

Con objeto de que la corriente o corrientes --



coherentes inyectadas de alimentación líquida se fragmentan o cizallen rápida y eficientemente, es importante que la corriente de gas de combustión que se hace pasar a través de la zona 20 tenga una velocidad másica intensa.

5 De acuerdo con ello, el desarrollo de una presión cinética sustancial en el seno de la corriente de gas de producto de combustión de al menos  $0,21 \text{ kg/cm}^2$  es de capital importancia para el éxito del procedimiento global de atomización de la presente invención. Preferiblemente, dicha  
10 corriente de producto de gas de combustión alcanzará normalmente una presión cinética mayor que aproximadamente  $0,35 \text{ kg/cm}^2$  en el punto de inyección de la alimentación.

Cualquiera que sea la elección del número de corrientes de inyección de alimentación no fragmentadas a emplear, en provecho de un comportamiento estable del  
15 procedimiento y de la calidad del producto atomizado de alimentación, es de mayor importancia que dicha(s) corriente(s) de líquido penetre(n) en la corriente de producto de combustión de tal manera que no se ponga(n) -  
20 apreciablemente en contacto con las paredes del aparato cerrado antes del mezclado completo de aquella(s) con los gases de combustión. Evidentemente, la eficacia del anterior criterio de penetración dependerá en alto grado de parámetros tales como la velocidad másica de los gases de  
25 combustión que fluyen a través de los puntos de la inyección de líquido, la geometría y dimensiones del aparato cerrado, las dimensiones y número del orificio u orificios de inyección de líquido, el caudal de inyección de alimentación líquida empleado, la presión de inyección de líquido  
30 utilizada, etc. De acuerdo con ello, los expertos en la

388025<sup>13</sup> SEP. 1951



técnica reconocerán que la provisión de una penetración adecuada de la corriente o corrientes de líquido no fragmentada(s) en los gases de combustión calientes puede alterarse mediante un control apropiado de cualquiera o de una combinación de diversas variables del procedimiento que incluyen la geometría y dimensiones del aparato de producción. Por consiguiente, será suficiente decir que la penetración de la corriente o corrientes de líquido de alimentación no fragmentada(s) en los gases de combustión se expresa probablemente de modo más directo (aunque no exclusivamente) como función directa de la proporción de la presión cinética de dichos gases de combustión a la presión o presiones cinéticas de la(s) corriente(s) de alimentación líquidas. Normalmente, dicha proporción debe mantenerse entre aproximadamente 1:3 y aproximadamente 1:100 a fin de mantener dicho criterio de penetración deseado. Existen muchos métodos al alcance del técnico de la presente invención para asegurar que la velocidad másica de los gases de producto de combustión equivaldrá a una energía cinética suficiente para disgregar adecuadamente el chorro o los chorros no fragmentados de alimentación líquida inyectado(s) en el seno de aquellos. Por ejemplo, la reacción de combustión efectuada en la zona 1 de la Figura 1 y en las zonas 10 de las Figuras 2 y 3 puede controlarse a menudo por las entradas de combustible o de oxidante en las mismas a fin de conseguir, en un aparato dado, una presión cinética resultante mayor de aproximadamente  $0,21 \text{ kg/cm}^2$  manom. No obstante, debe reconocerse también que el diseño del aparato puede producir también un efecto muy acusado sobre la velocidad másica finalmente



5 alcanzada por los gases de producto de combustión. Así,  
haciendo pasar los gases de producto de combustión a través  
de un paso restringido, tal como las zonas 20 de las Fi-  
guras 2 y 3, puede conseguirse una importante aceleración  
de los mismos. En esta realización particular del aparato,  
la corriente o corrientes líquida(s) no fragmentada(s) se  
inyecta(n) en las zonas 20 de la sección transversal res-  
tringida donde la velocidad másica de los gases de pro-  
ducto de combustión procedentes de las zonas 10 tenderá  
10 a alcanzar un valor máximo. Así, será normal en la prác-  
tica de la invención que la alimentación líquida, dentro  
de aproximadamente 10 milisegundos después de la inyec-  
ción de la misma en la corriente de gas de combustión, se  
haya transformado en una forma de atomizado fino. Con -  
15 frecuencia, se encontrará que el tiempo requerido para la  
consecución de dicho atomizado será sustancialmente menor,  
esto es, menor de aproximadamente 1 milisegundo. Esta ato-  
mización extraordinariamente rápida que es característica  
del procedimiento de la invención, confiere también a -  
20 menudo al procedimiento la aptitud para atomizar alimen-  
taciones líquidas hidrocarbonadas tales como los alquitra-  
nes residuales pesados que normalmente serían alterados  
o descompuestos prematuramente de modo perjudicial por el  
ambiente de alta temperatura de la corriente de gas de  
25 combustión.

30 Como una consecuencia adicional de la manera  
altamente eficiente en que las alimentaciones hidrocar-  
bonadas líquidas se atomizan en el procedimiento de la  
presente invención, se ha descubierto también sorprenden-  
temente que los rendimientos en negro de humo, basados en

388025<sup>3</sup> SEP.



5 el aporte de carbono total al aparato de producción, son  
a menudo sustancialmente mayores que en procedimientos  
esencialmente similares en los que la alimentación hidro-  
carbonada líquida se inyecta en la zona de formación de  
10 carbono en virtud de métodos de atomización a presión o  
bifluidos típicos de la técnica anterior. Evidentemente,  
tales ventajas en rendimientos pueden proporcionar impor-  
tantes ventajas económicas adicionales al presente proce-  
dimiento. Demostraciones comparativas de este aspecto de  
15 la presente invención se dan en un ejemplo que forma parte  
de esta memoria.

En cualquier caso, una vez que el líquido  
inyectado se ha cizallado rápidamente en forma de atomi-  
zado, tendrá lugar una atomización o vaporización adicio-  
15 nal de las gotitas líquidas en gran parte como resultado  
de la carga térmica ejercida sobre dichas gotitas por la  
corriente de producto de combustión asociada con ellas.  
Así, dichas gotitas, recubiertas ahora con una capa de  
gases de producto de combustión calientes, a menudo se  
20 reducirán adicionalmente en tamaño o al menos pasarán par-  
cialmente al estado de vapor por la acción del ambiente de  
alta temperatura de la corriente de gas de producto de  
combustión. En los casos en que se desee tal reducción  
adicional, normalmente será también deseable que el nivel  
25 de desprendimiento de calor de la reacción de combustión  
confinada en el atomizador sea al menos de  $178 \times 10^6$  Kcal  
por hora y por  $m^3$  del volumen de la zona de combustión.  
En algunos casos, el nivel de desprendimiento de calor de  
la reacción de combustión será mayor que aproximadamente  
30  $8900 \times 10^6$  Kcal/h/ $m^3$ .



5 En estas etapas de la reacción de combustión arriba  
descritas, el oxidante empleado debe estar constituido  
principalmente por oxígeno molecular. De acuerdo con ello,  
puede emplearse aire u otros gases que contengan al menos  
aproximadamente 20% en volúmen de oxígeno molecular. No  
10 obstante, en muchos casos se preferirá, teniendo en cuenta  
los puntos de vista de la eficiencia de volúmen del apa-  
rato y la flexibilidad de la operación, el empleo de oxi-  
dantes que contengan oxígeno en mayor concentración. Así,  
normalmente será preferible que la corriente de oxidante  
comprenda al menos aproximadamente 50% en volúmen de oxi-  
15 geno. Dado que actualmente es fácil disponer de grados  
industriales de oxígeno gaseoso de tal pureza, y normal-  
mente con concentraciones de oxígeno de pureza mayor aún  
que el 95% en volúmen aproximadamente, la posibilidad de  
suministrar tales concentraciones elevadas de oxígeno mo-  
lecular a la zona de combustión será normalmente fácilmen-  
te asequible al técnico de la presente invención.

20 El combustible fluido puede ser cualquier corriente  
de vapor o líquido fácilmente combustible (o mezclas) que  
incluya componentes comunes tales como  $H_2$ , CO,  $CH_4$ , ace-  
tileno, alcoholes, keroseno, etc. Sin embargo, hablando  
en términos generales, existe una preferencia por combus-  
25 tibles que tengan un alto contenido de componentes que  
contienen carbono, y particularmente por hidrocarburos.  
Por ejemplo, corrientes ricas en metano tales como el gas  
natural y el gas natural modificado o enriquecido son  
generalmente combustibles excelentes, como lo son también  
30 otras corrientes ricas en hidrocarburos tales como diversos  
gases, líquidos y sub-productos de las refinerías de -

388025 13 SEP 1954



5 petróleo que incluyen fracciones comprendidas entre  $C_2$  y aproximadamente  $C_4$  ó  $C_5$ , fueloils, etc. En general, los alquitranes más pesados y más viscosos y los aceites de tipo residual deben utilizarse como combustible para la combustión únicamente con las corrientes de oxígeno más concentradas o relativamente puras, y sólo cuando se diluyen o se reduce su viscosidad de algún otro modo a fin de asegurar una reacción enérgica y sustancialmente completa en la zona de combustión 1.

10 Hablando en terminos generales, las cantidades relativas de combustible y oxidante cargadas en las zonas de combustión 1 de la Figura 1, y en las zonas 10 de las Figuras 2 y 3, pueden ajustarse a fin de proporcionar entre aproximadamente 50 y aproximadamente 500% del oxígeno requerido para la reacción estequiométrica con el combustible fluido. Preferiblemente, sin embargo, la concentración de oxidante se mantendrá entre aproximadamente 80 y aproximadamente 350% de la requerida para completar teóricamente la reacción de aquel con el combustible fluido para dar  $CO_2$ . El ajuste de temperatura de la reacción de combustión puede verificarse también ajustando la reacción combustible /oxígeno, la entrada de combustible, o cargando adicionalmente en la zona de combustión cantidades relativamente poco importantes de un gas inerte tal como  $CO_2$ ,  $N_2$ , etc.

25 Se reconocerá, por supuesto, que cuando la cantidad de oxígeno empleada es mayor que el 100% de la estequiométrica y la alimentación es un líquido combustible, tal como un aceite hidrocarburado o alquitrán, dicha alimentación reaccionará ordinariamente con el exceso de oxígeno cuando se inyecta subsiguientemente en la corriente de gas



de combustión rica en oxígeno.

5 Cuando una alimentación hidrocarburada atomizada y/o vaporizada ha de convertirse en negro de humo, es necesario adicionalmente poner en contacto la corriente de alimentación con un producto de combustión caliente y/o una corriente que contiene oxígeno. De acuerdo con ello, haciendo nuevamente referencia a las Figuras 2 y 3 una corriente de gas que contiene producto de combustión y/o oxígeno se proporciona en el interior de la zona 200. -

10 Cuando se emplea una corriente que contiene oxígeno, dicha corriente no precisa ser calentada. Normalmente, sin embargo, se empleará un calentamiento directo sustancial de aquella en virtud de una reacción de combustión verificada con la misma. A menudo, por tanto, la zona 200 comprenderá

15 un quemador tal como se representa generalmente. En la operación de combustión un combustible fluido, tal como metano, se carga a través del conducto 220 en el recinto 230. En aquellos casos en que el combustible fluido es un gas, preferiblemente se distribuye a través de los orificios 260 de la placa difusora 250, yendo a parar a la zona cerrada 200. Una corriente de gas que contiene oxígeno, tal como aire, se carga en dicha zona 200 a través del conducto 210 y la entrada 240. Preferiblemente, para fines de estabilización de la combustión, dicha corriente de gas

20 que contiene oxígeno está dirigida tangencialmente a dicha zona 200 a fin de estabilizar la reacción de combustión por rotación de aquella.

25 Con posterioridad a la provisión de una corriente gaseosa adecuada que contiene producto de combustión y/u oxígeno en la zona 200 como se ha indicado arriba, dicha

30

388025



5 corriente se hace pasar a través de la zona de inyección del producto atomizado 350 en la que se carga un producto atomizado de alimentación líquida, esencialmente hidrocarburado, en dirección sustancialmente transversal desde los orificios 150 hasta la corriente de gas que contiene oxígeno y/o producto de combustión. Hablando en términos generales, dicha operación de carga transversal estará representada por un ángulo de introducción del producto atomizado comprendido entre aproximadamente 45° en dirección 10 aguas arriba y aproximadamente 135° en dirección aguas abajo con relación al eje longitudinal de dicha zona 350. La atomización de la alimentación se realiza dentro de los límites de los atomizadores 1000. Si bien es adecuado emplear solamente uno de tales atomizadores 1000, es muy preferible que al menos estén dispuestos dos de dichos aparatos de una manera tal que carguen sus respectivos productos atomizados hidrocarburados de un modo sustancialmente coplanar en la periferia de la corriente de gas que contiene producto de combustión y/u oxígeno, que fluye a 15 lo largo de la zona 350.

20 Hablando en términos generales, cuando se emplea una reacción de combustión en las operaciones de la zona 200, las cantidades relativas de combustible y gas que contiene oxígeno cargadas en la zona 200 pueden ajustarse a 25 fin de proporcionar entre aproximadamente 50 y aproximadamente 500% del oxígeno requerido para la conversión completa del combustible fluido. Evidentemente, cuando la cantidad de oxígeno empleada representa menos del 100% de estequiometría, la corriente de producto de combustión 30 resultante contendrá poco o nada de oxígeno molecular. No



5 Obstante, tales reacciones de combustión ricas en combusti-  
ble sirven su finalidad principal como fuente de calor  
para la conversión de la alimentación atomizada que se  
inyecta subsiguientemente con aquéllas. Cuando la reacción  
de combustión se efectúa en condiciones de defecto de -  
combustible, esto es, con concentraciones de oxígeno ma-  
yores que aproximadamente 100% de la estequiométrica, los  
10 productos gaseosos contendrán, por supuesto, oxígeno ca-  
liente sin reaccionar, el cual reaccionará con una por-  
ción de la alimentación atomizada inyectada subsiguien-  
temente en su seno. Preferiblemente, la concentración de  
oxígeno se mantendrá entre aproximadamente 80 y aproxima-  
damente 350% de la requerida para completar teóricamente  
la reacción de la misma con el combustible fluido. El -  
15 ajuste de temperatura de la reacción de combustión puede  
llevarse a cabo ajustando la proporción combustible/oxí-  
geno, la entrada de combustible o cargando adicionalmente  
en la zona de combustión cantidades apropiadas de un gas  
inerte tal como  $\text{CO}_2$ ,  $\text{N}_2$ , etc.

20 En la preparación final para la etapa de for-  
mación real del negro de humo, merece subrayarse que un  
requisito adicional para la conversión de una alimenta-  
ción hidrocarburada en carbono reside en que se alcance  
una temperatura ambiente superior a unos  $1316^\circ\text{C}$  y prefe-  
25 riblemente superior a unos  $1649^\circ\text{C}$  en el interior de la  
zona de formación de carbono. De acuerdo con ello, el calor  
total generado por las reacciones de combustión en la -  
zona 10 de los atomizadores 1000 y en la zona 200 (cuando  
se emplea dicha zona 200 como zona de combustión) debe ser  
30 normalmente suficiente para calentar la mezcla de reacción

388025<sup>13</sup> SEP.



5 por encima de unos 1316°C. Esto es particularmente cierto cuando los aportes de oxígeno molecular al sistema representan 100% de los requisitos de combustión del combustible fluido o menos. En cambio, cuando los aportes totales de oxígeno molecular representan más del 100% del estequiométrico con relación a los aportes totales de combustible fluido, generalmente será posible calentar la mezcla de reacción a una temperatura sustancialmente inferior a 1316°C en virtud de la reacción o reacciones de combustión y asegurar todavía el alcance eventual de esta temperatura mínima por reacción de una porción de la alimentación líquida atomizada con este oxígeno en exceso.

10 La mezcla de reacción formada en la zona de mezclado de la alimentación 350 representada en las Figuras 2 y 3 se halla de este modo en condiciones para la formación de negro de humo. El único requisito adicional reside en la provisión de una zona cerrada de formación de carbono en la que se provea un tiempo de permanencia adecuado para la formación del producto negro. Esto puede conseguirse descargando la citada mezcla de reacción desde el extremo de aguas abajo 410 de dicha zona de mezclado de la alimentación 350 en una zona de reacción 510 adecuada. Como se muestra en la Figura 2 de los dibujos, la cámara de reacción 450 está en comunicación directa con el extremo de aguas abajo de dicha zona 350. La zona de reacción 510 deberá estar libre de obstrucciones en general, y normalmente tendrá un área de corte transversal mayor que el extremo de aguas abajo 410 de la zona de inyección de la alimentación 350. Preferiblemente, el extremo de aguas arriba de la zona de reacción 510 debería



5 ser varias veces, p. ej., aproximadamente 4 veces, mayor  
en área de corte transversal que el extremo de aguas abajo  
410 de la zona de inyección de la alimentación 350. El -  
tiempo de permanencia deseado que debe transcurrir para la  
formación de carbono en condiciones operatorias conocidas  
puede evidentemente, por tanto, controlarse por una elec-  
ción apropiada de longitud y área de corte transversal de  
la zona de reacción 510. Aunque el tiempo de permanencia  
exacto para cada caso dependerá naturalmente de las con-  
10 diciones particulares de reacción y de la calidad del pro-  
ducto de negro de humo deseada, en el presente procedimiento  
estará comprendido usualmente en el intervalo que va desde  
menos de aproximadamente 1 milisegundo hasta varios segun-  
dos, y la mayor parte de las veces estará comprendido en el  
15 intervalo que va desde aproximadamente 1 a aproximadamente  
100 milisegundos para la mayoría de los grados de negro de  
humo de mayor interés.

Con objeto de ayudar a la terminación de la  
reacción de formación de carbono, están dispuestas boqui-  
20 llas de pulverización de líquido 610 en puntos adecuados  
de la zona de enfriamiento brusco 550. Así, dos de tales  
boquillas de pulverización 610 se muestran en la Figura 2.  
Durante la operación, el líquido de enfriamiento brusco a  
pulverizar, usualmente agua, se alimenta a dicha boquilla  
25 610 por medio de conductos de entrada 620. Como la reac-  
ción de formación de carbono es prácticamente detenida por  
la etapa de enfriamiento brusco, la mezcla que sale de la  
zona de enfriamiento brusco 550 se compondrá de un negro  
de humo aerosol o producto caliente suspendido en sub-pro-  
30 ductos gaseosos. Después de salir de la zona 550, el aerosol

388025

13 SE



se somete a las etapas de acabado usuales de enfriamiento adicional y separación y recogida de partículas sólidas, tal como se practica corrientemente en la técnica del negro de humo de horno.

5 Aunque la cámara 450 puede ser de construcción de refractario tal como sucede corrientemente en la mayoría de los hornos de negro de humo, se prefiere que - prácticamente la totalidad del aparato de producción de negro de humo de la invención esté construida de materia-  
10 les de alta conductividad térmica tales como metales y esté provista de camisas de refrigeración 50, 290, 400, 500 y 600 a fin de que durante las operaciones pueda hacerse circular a su través un refrigerante líquido adecuado, tal como agua, por medio de bocas de entrada y salida 130,  
15 y 140, 300 y 310, 360 y 370, 460 y 470, y 560 y 570.

A continuación se dan ejemplos ilustrativos, no limitativos.

Ejemplo 1

20 Se emplea un aparato del tipo mostrado en las Figuras 2 y 3. Las dimensiones importantes del mismo son las siguientes:

Zona 200

Diám. int., zona 20	20,65 milímetros
longitud total (medida desde el centro de la placa 250)	12 cm.
25 longitud (medida desde el centro de la entrada 240)	9,5 cm.

Zona 350

Diám. int., zona 350	20,65 milímetros
longitud total (brida a brida)	15 cm.
30 diámetro, orificio 150	6,35 mm.



distancia, orificio 150 al extremo

de aguas abajo 410 3,75 cm.

Atomizadores 1000 (cada uno)

Diám. int., zona 10 9,52 milímetros

5 diámetro, zona 20 6,35 mm

longitud total (placa 60 a orificio 150) 6,5 cm

longitud, zona 20 3,12 cm

diámetro, orificio 90 0,63 milímetros

10 distancia, orificio 90 a orificio 150 25,4 mm

distancia, centro a centro, placa 60 a entrada 160 12,7 mm

Zona 450

Véase Tabla I

Zona 550

15 longitud total, brida a brida 15 cm

distancia, boquillas de enfriamiento brusco 610 a brida de aguas arriba 7,5 cm

En la tabla I que figura más adelante se indican las variables de producción de negro de humo así como el rendimiento y las propiedades de superficie y graduación de los negros resultantes. Las operaciones Núms. 14 y 15 representan una desviación del alcance de la presente invención en el sentido de que la alimentación líquida se inyecta por una técnica convencional de atomización a presión en la corriente de gas que contiene oxígeno que fluye a través de la zona 350. De acuerdo con ello, en dichas operaciones Núms. 14 y 15 los atomizadores 1000 se retiran totalmente y se reemplazan por boquillas de atomización convencionales. Los resultados de estas operaciones, cuando se comparan con los resultados de las Operaciones 12 y 13 en

388025 SEP. 197



las que se producen negros similares expresan las mejoras de rendimiento sobre la técnica de atomización convencional que resulta de la práctica de la presente invención.

5 En todas las operaciones se emplea oxígeno como gas oxidante, metano como combustible fluido y nitrógeno como diluyente inerte.

10 La alimentación líquida, que se introduce por los orificios 90, es un alquitrán residual obtenido del ciclo de craking catalítico de una refinería de petróleo y que tiene las siguientes características:

Densidad API a 15,6°C (ASTM D 287)	-4,5
Densidad relativa 15,6/15,6°C (ASTM D 287)	1,092
Viscosidad, SSU a 54,4°C (ASTM D 88)	516,2
Viscosidad, SSU a 98,9°C (ASTM D 88)	61,4
15 Contenido de carbono, % en peso	90,87
Contenido de hidrógeno, % en peso	7,40
Contenido de azufre, % en peso	1,98

20 En la Tabla I siguiente, el rendimiento de negro de humo resultante de cada una de las operaciones se expresa en términos de % de Eficiencia en Carbono. Este parámetro se determina por comparación del peso total de aportes de carbono al aparato con el peso de negro de humo recogido. Así, la función apropiada se expresa como sigue:

25 
$$\% \text{ Eficiencia en Carbono} = \frac{\text{negro de humo recogido}}{\text{aportes de carbono totales}} \times 100$$
  
(expresados como carbono elemental)

388025

TABLA I

388025

Zona 200		Atomizadores 1000. Aportes Totales a Ambos				Presión Cinética de los gases de Combustión a través de la Zona 20 (kg/cm <sup>2</sup> abs.)		Caudal de Alimentación de líquido (Kg/H)		Presión Cinética de la Alimentación a través del Orificio 90 (kg/cm <sup>2</sup> abs.)
Operación N°.	Caudal de combustible (m <sup>3</sup> /h)	Proporción Oxígeno/Combustible (%)	N° Diluyente - Inerte (m <sup>3</sup> /h)	Caudal de combustible (m <sup>3</sup> /h)	Caudal de Oxígeno (M <sup>3</sup> /h)	Proporción de Oxígeno/Combustible (%)	Presión Cinética de los gases de Combustión a través de la Zona 20 (kg/cm <sup>2</sup> abs.)	Caudal de Alimentación de líquido (Kg/H)	Presión Cinética de la Alimentación a través del Orificio 90 (kg/cm <sup>2</sup> abs.)	
1	15,28	150	22,07	2,40	9,34	190	1,05	64,9	8,79	
2	13,44	180	22,36	4,24	8,49	100	1,05	64,9	8,79	
3	9,20	213	22,64	8,49	16,98	100	2,46	77,1	9,84	
4	6,59	300	22,64	4,24	6,79	80	0,98	60,8	7,45	
5	9,90	160	22,64	4,24	13,58	160	1,41	56,2	5,69	
6	13,44	148	22,64	4,24	16,98	200	2,32	70,8	7,52	
7	13,44	148	22,64	4,24	16,98	200	2,18	61,2	7,66	
8	13,44	148	22,64	4,24	16,98	200	1,62	72,6	9,00	
9	9,20	216	22,64	8,49	16,98	100	2,04	75,3	8,58	
10	Nulo	N/A*	22,64	10,61	16,98	80	2,25	62,6	4,78	
11	Nulo	N/A*	22,64	12,45	19,81	80	2,67	83,9	9,63	
12	12,40	160	22,64	5,29	16,98	160	1,76	75,3	8,79	
13	9,20	213	22,64	8,49	16,98	100	2,11	75,3	8,44	
14	17,69	160	22,36	N/A+	N/A+	N/A+	N/A +	66,2	8,58	
15	18,25	155	22,36	N/A+	N/A+	N/A+	N/A +	58,1	8,15	

\* No Aplicable

\* No Aplicable; Atomizado a Presión

# 388025

TABLA I

Opera- ción Núm.	Zona 200				Atomizadores 1000. Aportes Totales a Ambos			Presión tica de ses de C tión a t de la Zo (kg/cm <sup>2</sup> )
	Caudal de com- busti- ble (m <sup>3</sup> /h)	Caudal de oxí- geno (m <sup>3</sup> /h)	Propor- ción Oxí- geno/Com- bustible (%)	N <sub>2</sub> Dilu- yente - Inerte (m <sup>3</sup> /h)	Caudal de com- busti- ble (m <sup>3</sup> /h)	Caudal de Oxígeno (M <sup>3</sup> /h)	Propor- ción de Oxígeno/ Combús- tible (%)	
1	15,28	45,85	150	22,07	2,40	9,34	190	1,05
2	13,44	48,11	180	22,36	4,24	8,49	100	1,05
3	9,20	39,62	213	22,64	8,49	16,98	100	2,46
4	6,59	39,62	300	22,64	4,24	6,79	80	0,98
5	9,90	31,70	160	22,64	4,24	13,58	160	1,41
6	13,44	39,62	148	22,64	4,24	16,98	200	2,32
7	13,44	39,62	148	22,64	4,24	16,98	200	2,18
8	13,44	39,62	148	22,64	4,24	16,98	200	1,62
9	9,20	39,62	216	22,64	8,49	16,98	100	2,04
10	Nulo	42,45	N/A*	22,64	10,61	16,98	80	2,25
11	Nulo	42,45	N/A*	22,64	12,45	19,81	80	2,67
12	12,40	39,62	160	22,64	5,29	16,98	160	1,76
13	9,20	39,62	213	22,64	8,49	16,98	100	2,11
14	17,69	57,45	160	22,36	N/A+	N/A+	N/A+	N/A+
15	18,25	56,60	155	22,36	N/A+	N/A+	N/A+	N/A+

\* No Aplicable

\* No Aplicable; Atomizado a Presión

388025



Presión Cinética de los gases de Combustión a través de la Zona 20 (kg/cm <sup>2</sup> abs.)	Caudal de Alimentación de líquido (Kg/H)	Presión Cinética de la Alimentación a través del Orificio 90 (Kg/cm <sup>2</sup> abs.)
1,05	64,9	8,79
1,05	64,9	8,79
2,46	77,1	9,84
0,98	60,8	7,45
1,41	56,2	5,69
2,32	70,8	7,52
2,18	61,2	7,66
1,62	72,6	9,00
2,04	75,3	8,58
2,25	62,6	4,78
2,67	83,9	9,63
1,76	75,3	8,79
2,11	75,3	8,44
N/A +	66,2	8,58
N/A +	58,1	8,15

388025

Tabla I (Cont.)

Zona de Formación de Carbono 450

Propiedades del Producto

Operación N <sup>o</sup> .	Diámetro-Longitud (cm)	Tiempo de Permanencia tomado desde los Ori- ficios 150 a las Boqui- llas 610 de Enfriamiento Brusco (milisegundos)	% de Eficien- cia en Carbo- no	Superficie m <sup>2</sup> /t	Graduación
1	5-30	2,6	30,5	121	80
2	5-30	2,6	28,9	124	80
3	5-30	2,7	25,4	131	80
4	5-30	3,4	28,0	148	82
5	5-30	3,7	28,5	156	81,5
6	5-60	5,5	36,6	310	76,5
7	5-60	6	26,2	428	73
8	7,5-60	12,8	48,8	124	82
9	7,5-60	12,9	46,2	129	82
10	5-15	2,2	36,1	137	83,5
11	5-15	1,8	39,2	126	80
12	5-30	2,6	51,2	178	81
13	5-60	6,0	47,2	154	80,5
14	2,5-120	2,5	44,0	162	81
15	5-60	5,0	39,5	161	78,5



388025

# 388025

## Tabla I (Cont.)

Zona de Formación de Carbono 450

Operación Núm.	Diámetro-Longitud (cm)	Tiempo de Permanencia Tomado desde los Ori- ficios 150 a las Boqui- llas 610 de Enfriamiento Brusco (milisegundos)	% de cia e no
1	5-30	2,6	30,1
2	5-30	2,6	28,1
3	5-30	2,7	25,1
4	5-30	3,4	28,0
5	5-30	3,7	28,1
6	5-60	5,5	36,6
7	5-60	6,1	26,1
8	7,5-60	12,8	48,8
9	7,5-60	12,9	46,1
10	5-15	2,2	36,1
11	5-15	1,8	39,1
12	5-30	2,6	51,1
13	5-60	6,0	47,1
14	2,5-120	2,5	44,0
15	5-60	5,0	39,5

388025



10 SEP

Propiedades del Producto

a - ui- ento )	% de Eficiencia en Carbono	Superficie m <sup>2</sup> /g	Graduación
	30,5	121	80
	28,9	124	80
	25,4	131	80
	28,0	148	82
	28,5	156	81,5
	36,6	310	76,5
	26,2	428	73
	48,8	124	82
	46,2	129	82
	36,1	137	83,5
	39,2	126	80
	51,2	178	81
	47,2	154	80,5
	44,0	162	81
	39,5	161	78,5

388025

13 SEP



La capacidad del presente procedimiento para -  
operar satisfactoriamente en un amplio campo de condiciones  
con producción de una gran variedad de negros (incluyendo  
calidades con tamaño de partícula excepcionalmente fino)  
5 con rendimientos inesperadamente altos ha quedado demos-  
trada por el ejemplo anterior. No obstante, debe tenerse  
en cuenta que, en su mayor parte, estas operaciones repre-  
sentan sólo porciones preferidas del campo operable total  
de la mayoría de las variables, y la posibilidad de llevar  
10 a la práctica la presente invención dentro de los campos  
operables indicados en esta memoria poco fuera de las por-  
ciones preferidas de los mismos ilustradas realmente por  
los ejemplos de operación será evidente para los expertos  
en la técnica.

15 Así, será evidente, por ejemplo, que puede uti-  
lizarse prácticamente cualquier alimentación líquida esen-  
cialmente hidrocarbonada como materia prima fundamental en  
el presente procedimiento de negro de humo con tal que se  
atomice primeramente por inyección sustancialmente trans-  
20 versal de la misma en forma de una o varios chorros cohe-  
rentes no fragmentados en una corriente de producto de com-  
bustión que tiene una energía cinética equivalente a al  
menos  $0,21 \text{ kg/cm}^2$  de presión y se inyecte después de ello  
en dirección sustancialmente transversal en la corriente  
25 que contiene producto de combustión y/o oxígeno. Análoga-  
mente, como se ha mencionado con anterioridad, en las eta-  
pas de combustión del procedimiento se pueden emplear mu-  
chas combinaciones diferentes de gases que contienen oxí-  
geno y combustibles fluidos.

30 Los negros de humo que pueden producirse por el

388025

13 SEP



procedimiento de la presente invención son útiles en muchas aplicaciones. Se incluyen, por supuesto, las aplicaciones clásicas bien conocidas de los negros de humo en general como agentes reforzadores, cargas, pigmentos, estabilizadores frente a la luz ultravioleta, etc., para diversas composiciones de caucho, plásticos, pinturas, esmaltes, lacas y tintas, etcétera.

Asimismo, los negros de humo de la invención pueden tratarse posteriormente a fin de adaptarlos mejor para sus aplicaciones finales deseadas. Por ejemplo, estos negros se pueden convertir en pastillas en húmedo o en seco; pueden oxidarse parcialmente por tratamiento con ozono, aire, oxiácidos minerales, etc., en condiciones adecuadas; grafitarse por tratamiento térmico de los mismos; tratarse con vapor de agua; tratarse en un molino de energía fluida o someterse a otros tratamientos convencionales conocidos en las técnicas de producción de negro de humo.

Cuando la alimentación líquida no es de naturaleza hidrocarbonada, o cuando no se desea la formación de negro de humo, el producto atomizado y/o en fase de vapor de la invención global puede emplearse a voluntad. Por ejemplo, pueden atomizarse o vaporizarse en el presente procedimiento líquidos insecticidas, y descargarse a la atmósfera en forma de nube. No obstante, otras aplicaciones del procedimiento pueden requerir realmente que la corriente resultante de vapor o atomizado se trate o confine posteriormente. Evidentemente, lo anterior representa únicamente dos ejemplos específicos de aplicaciones finales posibles de los presentes procedimiento y aparato. Otras aplicaciones aparecerán evidentes por sí mismas para los expertos en las

388025

13 SEP. 19



diversas técnicas aplicables.

Como se apreciará fácilmente, puede lograrse también una conversión alternativa de un líquido en un aerosol en virtud del presente procedimiento como sigue:

- 5 (a) convirtiendo primero de modo sustancialmente completo dicho líquido en el estado de vapor, y (b) conduciendo luego la corriente gaseosa resultante a una zona de condensación o enfriamiento en la que la temperatura de la corriente se reduce a un valor inferior al punto de rocío del líquido vaporizado. Esta modalidad específica de operación del presente procedimiento se describe en el ejemplo 2.

Ejemplo 2

15 Se emplea un aparato del tipo que se muestra en la Figura 1. Las dimensiones importantes de este aparato son las siguientes:

Diám. int. de la zona 1	15,88 mm
Diám. int. de la zona 2	15,88 mm
Longitud de la zona 1 (medida desde la placa 5 a los orificios 7)	17,5 cm
20 Longitud de la zona 1 (medida desde la entrada de oxidante a los orificios 7)	15 cm
Aberturas 17, diámetro de cada una (provistas 7, 1 en el centro y espaciadas igualmente a su alrededor con centros de un círculo de 12,7 mm)	1,59 mm
25 Orificios 7, diámetro de cada uno (provistos 4, dispuestos en ángulos iguales en intervalos de 90°, a 12,7 mm del extremo de aguas abajo de la camisa 12)	0,76 mm

Las sustancias reaccionantes de la zona de combustión utilizadas en este ejemplo y sus puntos de introducción fueron los siguientes: Gas natural constituido principalmente por metano y que tenía un poder calorífico de aproximadamente

30

388025

12 OCT



8900 Kcal por m<sup>3</sup> se utilizó como combustible fluido y se introdujo a un caudal de 28,3 metros cúbicos normales por hora a través de la entrada 24 en la cámara del recinto 3 y desde ella, a través de las aberturas 17 de la placa difusora 5, en la zona 1. El oxidante rico en oxígeno era oxígeno de calidad industrial con una pureza mayor del 99% en oxígeno molecular, y se introdujo en la zona 1 a un caudal de 56,6 metros cúbicos normales por hora a través de la abertura tangencial 11. La mezcla de gas de combustión resultante se quema en la zona 1 produciendo una mezcla gaseosa de producto de combustión que tiene un régimen de desprendimiento de calor de aproximadamente  $3120 \times 10^6$  - Kcal/h/m<sup>3</sup>. La corriente de producto de combustión se acelera a una presión cinética de aproximadamente 1,20 Kg/cm<sup>2</sup> manom. al pasar por la zona 2. Seguidamente, se inyecta a través de los orificios 7 un sol de sílice, Syton-P, -- producido por Monsanto Corporation y que comprende aproximadamente 70% en peso de agua y aproximadamente 30% en peso de una sílice coloidal, a un caudal de aproximadamente 226,8 kg por hora. La corriente de salida resultante de la boca de descarga 21 se hace pasar a través de una longitud de tubería a fin de llevar la temperatura de la misma hasta un valor inferior a aproximadamente 204°C y desde aquella a un filtro de bolsa. La porción de sílice de la alimentación inyectada se recoge en forma de polvo pulverulento seco. La corriente de salida gaseosa del filtro de bolsa es una corriente de vapor limpia que posteriormente se condensa en una niebla acuosa por contacto con la atmósfera ambiente.

Esta solicitud que corresponde a la presenta-

388025

2 OCT



da en los Estados Unidos de América el 2 de Abril de 1970, bajo el Número 25.039, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

5 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

10 1ª.- Un procedimiento para producir negro de humo que comprende: (A) proporcionar una corriente gaseosa confinada que comprende gases de producto de combustión, oxígeno o mezclas de los mismos; (B) proporcionar al menos una corriente que contiene atomizado del material de alimentación (i) quemando un combustible fluido con un gas -  
15 que contiene oxígeno en una zona cerrada y acelerando la corriente gaseosa del producto de la combustión resultante a una presión cinética de al menos aproximadamente 0,21 kg/cm<sup>2</sup>, comprendiendo dicho gas que contiene oxígeno al menos aproximadamente 20% en volumen de oxígeno molecular  
20 y siendo suficiente la cantidad empleada del mismo para proporcionar entre aproximadamente 50 y aproximadamente 500% del oxígeno molecular requerido para reaccionar con



dicho combustible fluido, y (ii) inyectando sustancialmente de manera transversal en dicha corriente gaseosa acelerada del producto de la combustión al menos una corriente penetrante coherente y no fragmentada de un producto de alimentación líquido esencialmente hidrocarbonado a un caudal suficiente para proporcionar una proporción de presión cinética entre dicha corriente gaseosa de producto de la combustión y cada una de dichas corrientes de producto de alimentación líquido comprendida entre aproximadamente 1:3 y aproximadamente 1:100; (C) conducir cada una de dichas corrientes de atomizado de (B) sustancialmente de manera transversal a la periferia de dicha corriente gaseosa de (A) a un caudal y en condiciones tales que se asegure, en la mezcla resultante, el alcance de una temperatura de al menos aproximadamente 1316°C y la creación de condiciones de formación de carbono, y (D) enfriar bruscamente la mezcla de reacción resultante suficientemente aguas abajo de dicha etapa de inyección de atomizado de (C) para asegurar un tiempo de permanencia suficiente en dichas condiciones de formación de carbono para que tenga lugar la formación de partículas de carbono.

2º.- El procedimiento de la Reivindicación 1 en el que dicha corriente gaseosa confinada proporcionada en (A) es una corriente gaseosa que contiene oxígeno que comprende al menos 20 por ciento en volumen de oxígeno.

3º.- El procedimiento de la Reivindicación 1 en el que dicha corriente gaseosa confinada proporcionada en (A) se produce por combustión de un combustible fluido con un gas que contiene oxígeno.

4º.- El procedimiento de la Reivindicación 3 en

388025

13 SEP. 1953



5 el que la cantidad de gas que contiene oxígeno empleada para la combustión del combustible fluido proporciona entre aproximadamente 80 y aproximadamente 350 por ciento del oxígeno molecular requerido para la combustión completa de aquél.

5º.- El procedimiento de la Reivindicación 3 en el que el combustible fluido empleado comprende metano.

10 6º.- El procedimiento de la Reivindicación 1 en el que el gas que contiene oxígeno empleado en la etapa (i) comprende más de aproximadamente 90 por ciento en volumen de oxígeno molecular.

7º.- El procedimiento de la Reivindicación 1 en el que el combustible fluido empleado en la etapa (i) comprende metano.

15 8º.- El procedimiento de la Reivindicación 1 en el que la corriente gaseosa del producto de la combustión de la etapa (i) se acelera a una presión cinética mayor de aproximadamente 0,35 kg/cm<sup>2</sup>.

20 9º.- El procedimiento de la Reivindicación 1 en el que el material de alimentación esencialmente hidrocarburado empleado es un alquitrán residual de refinería.

25 10º.- El procedimiento de la Reivindicación 1 en el que en la etapa (ii) el material de alimentación líquido se inyecta en dicha corriente gaseosa del producto de la combustión en un ángulo comprendido entre aproximadamente 45º aguas arriba y aproximadamente 95º aguas abajo de la misma.

30 11º.- El procedimiento de la Reivindicación 1 en el que en la etapa (ii) el material de alimentación líquido se inyecta en dicha corriente de producto de la combus-



5  
tión como una pluralidad de chorros no fragmentados coherentes.

12<sup>o</sup>.- El procedimiento de la Reivindicación 1 en el que la velocidad de desprendimiento de calor de dicha reacción de combustión de la etapa (i) es mayor de aproximadamente  $178 \times 10^6$  Kcal/hr/m<sup>3</sup> de volumen de la zona de combustión.

10  
13<sup>o</sup>.- El procedimiento de la Reivindicación 1 en el que la velocidad de desprendimiento de calor de dicha reacción de combustión de la etapa (i) es mayor de aproximadamente  $8900 \times 10^6$  Kcal/hr/m<sup>3</sup> de volumen de la zona de combustión.

15  
14<sup>o</sup>.- El procedimiento de la Reivindicación 1 en el que la mezcla de reacción resultante formada en la etapa (C) alcanza una temperatura de más de aproximadamente 1649°C.

20  
15<sup>o</sup>.- El procedimiento de la Reivindicación 1 en el que el tiempo de permanencia entre las etapas (C) y (D) está comprendido entre aproximadamente 1 y aproximadamente 100 milisegundos.

25  
16<sup>o</sup>.- El procedimiento de la Reivindicación 1 en el que en la etapa (B) se forma una pluralidad de corrientes que contienen atomizado del material de alimentación.

30  
17<sup>o</sup>.- Un procedimiento para producir negro de humo.

388025 - 2 OCT.



Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

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

2 OCT. 1971

Madrid,

P.A.

Alberto de Lizasoain  
Por Poderes  
*[Handwritten signature]*

*[Handwritten mark]*

388025

388025

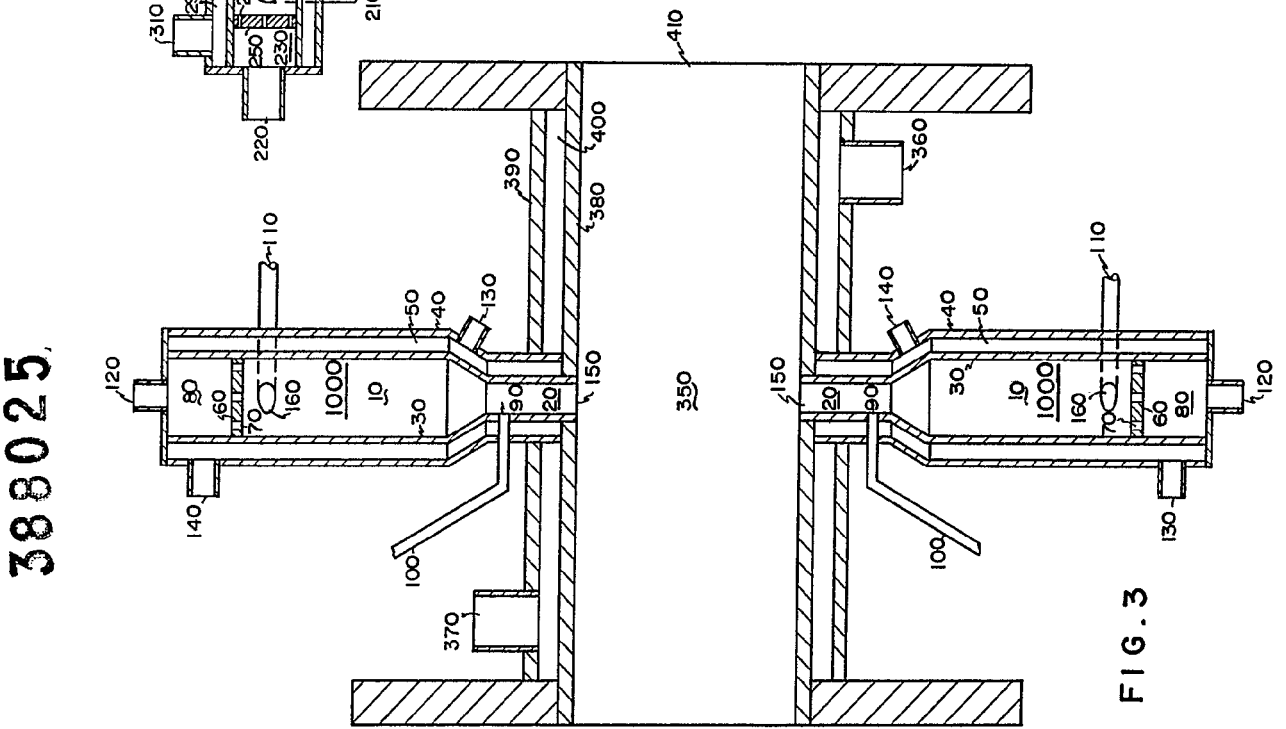


FIG. 1

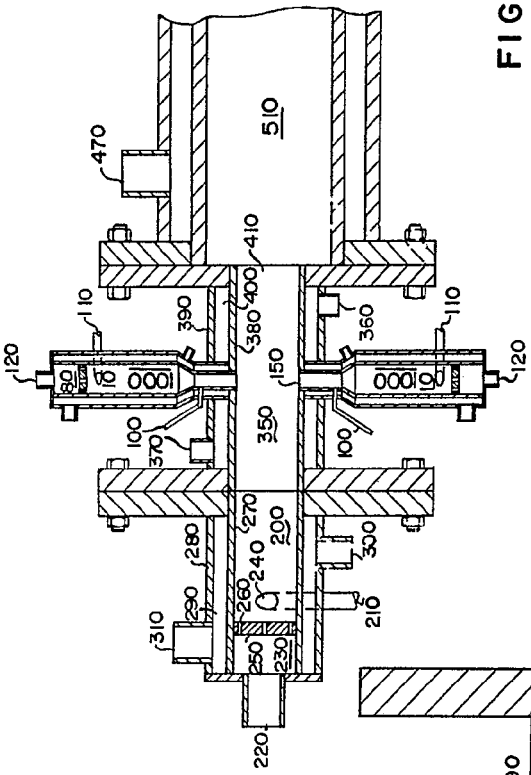


FIG. 2

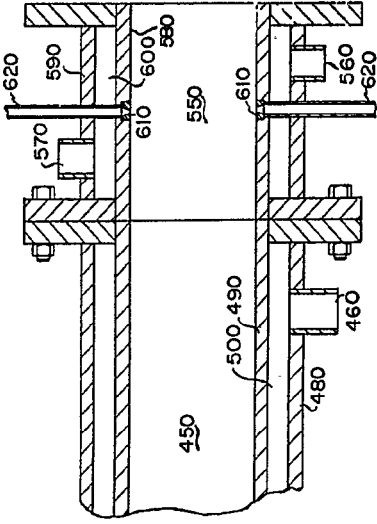
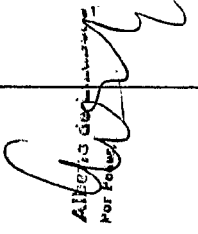


FIG. 3

All rights reserved  
 Patented



388025

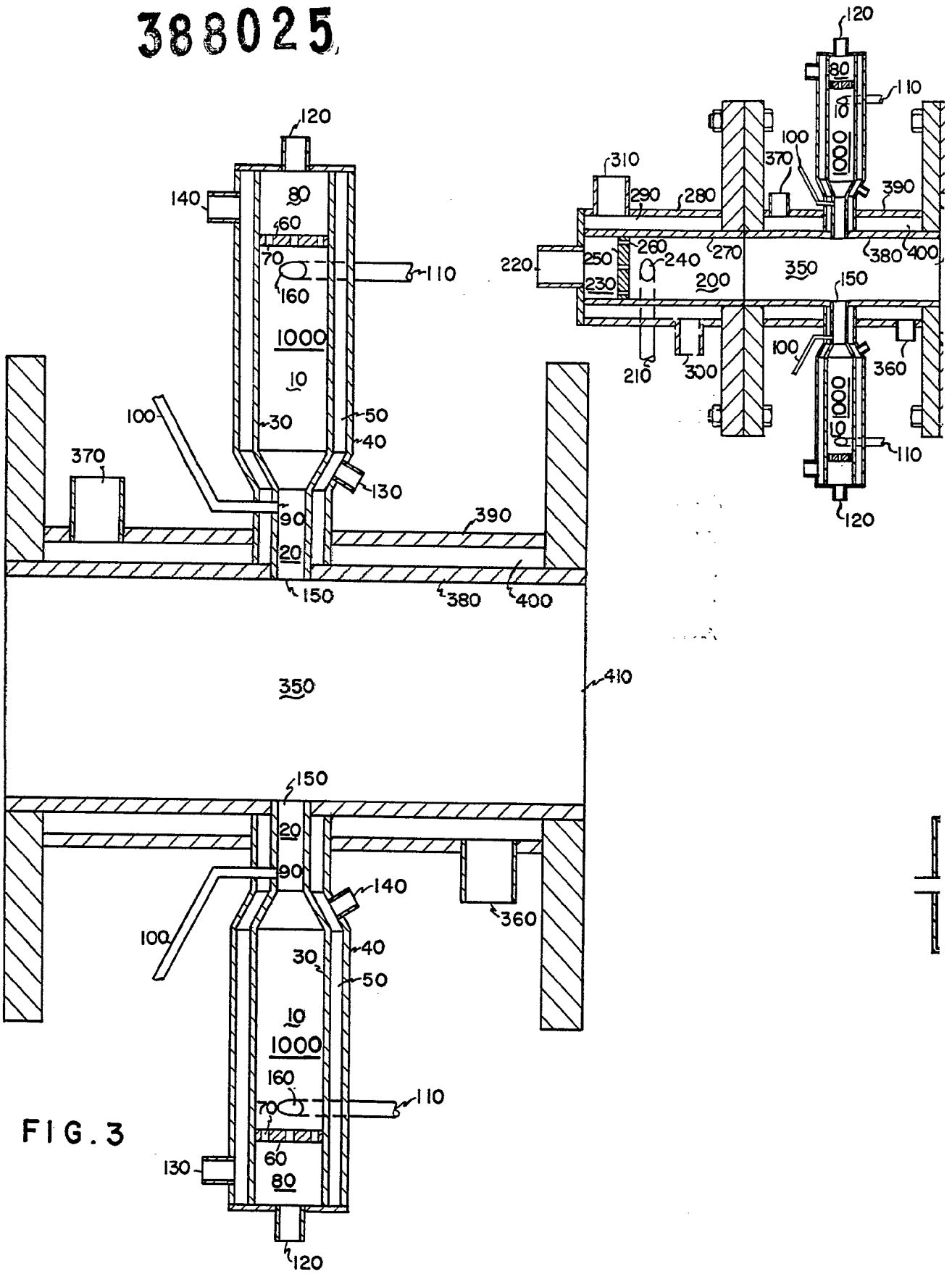


FIG. 3

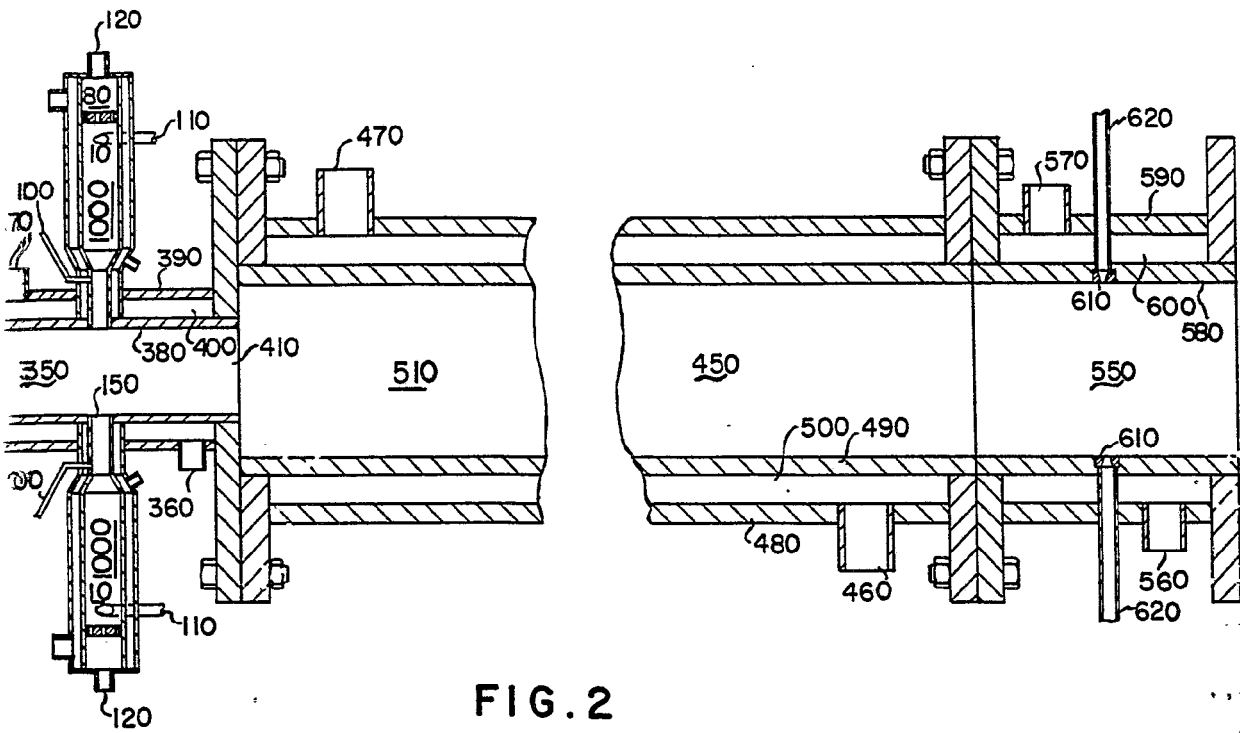
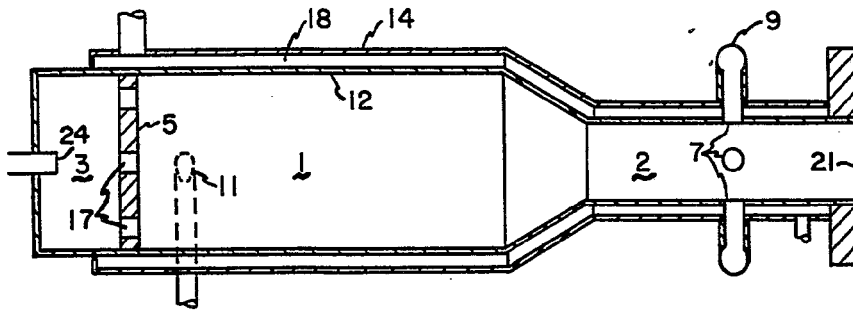


FIG. 1



Alberto de...  
Per F...  
*[Signature]*