

442106

16



P.- 55.382

U.S. Serial No 44.204  
Div. I

MEMORIA DESCRIPTIVA

Int. Cl.: F27B, C09C

para solicitar PATENTE DE INVENCIÓN EN ESPAÑA por 20 años

a nombre de CABOT CORPORATION

entidad norteamericana

establecida en 125 High Street, Boston, Massachusetts,  
Estados Unidos de América.

por: "UN HORNO PARA LA PRODUCCION DE NEGRO DE HUMO"

(Clase Internacional C09c)

9.10.73.



El presente invento se refiere de modo general a un horno para fabricar negros de humo. Más particularmente, el presente invento pretende hacer máximos los beneficios efectivos que se pueden lograr en ta  
5 les hornos con procedimientos mediante la utilización de reacciones de combustión de elevada energía para generar (1) el calor requerido para la descomposición de materiales de alimentación carbonosos en forma de vapor o líquido, y (2) la energía cinética requerida para dis  
10 persar eficaz- y rápidamente dicho material de alimenta  
ción dentro de la mezcla de reacción.

Las ventajas del invento resultarán evidentes para los técnicos en la materia y/o serán aclara  
das más a partir de la descripción detallada que sigue.

15 Cumpliendo los objetivos anteriores y las ventajas deseadas, el procedimiento realizado en el hor  
no del presente invento comprende en sucesión: (1) que  
mar de modo continuo un combustible fluido apropiado con aire en una zona de combustión cerrada y descargar de mo  
20 do continuo desde el extremo aguas abajo de dicha zona de combustión los productos de combustión gaseosos de elevada temperatura resultantes, (2) acelerar dichos pro  
ductos de combustión a una energía cinética por encima de aproximadamente  $0,07 \text{ kg/cm}^2$ , (3) inyectar de modo sus  
25 tancialmente transversal dentro de dicha corriente ace-

9.10.73.



lerada un material de alimentación carbonoso en forma de líquido o de vapor a una velocidad proporcional a la temperatura, al caudal másico y a la composición de dicha corriente para asegurar que se alcance un nivel de  
5 temperaturas de al menos aproximadamente 1316°C y condiciones apropiadas para la formación de carbono, y (4) enfriar rápidamente la mezcla de reacción resultante en un punto suficientemente alejado aguas abajo de (3) para permitir que tenga lugar formación de partículas de carbono.  
10

Con el fin de explicar de modo más completo los aspectos más importantes del presente invento, se consideran abajo detalles adicionales de las etapas arriba mencionadas del presente procedimiento.

15 En la etapa de combustión el combustible fluido puede ser cualquier corriente gaseosa, de vapor o líquida fácilmente combustible, incluyendo componentes comunes tales como H<sub>2</sub>, CO, CH<sub>4</sub>, acetileno, alcoholes, queroseno, etc. Sin embargo, hablando de modo general,  
20 se concede preferencia a combustibles con un elevado contenido de componentes que contienen carbono, particularmente los hidrocarburos. Por ejemplo, corrientes ricas en metano, tales como gas natural o gas natural modificado o enriquecido son excelentes combustibles,  
25 igual que lo son otras corrientes ricas en hidrocarbu-

9.10.73.





alimentación en negro de humo en un margen deseable de calidades controladas y con elevados rendimientos de fabricación. Preferiblemente, la diferencia de presiones entre la cámara de combustión y la cámara de reacción será mantenida entre aproximadamente  $0,105 \text{ kg/cm}^2$  y aproximadamente  $0,7 \text{ kg/cm}^2$ .

Normalmente, los niveles de temperatura requeridos por el presente procedimiento se alcanzarán durante la etapa de combustión. Sin embargo, cuando la proporción de aire a combustible fluido empleado en la etapa de combustión se encuentra decididamente en el lado pobre en combustible, la temperatura máxima del presente procedimiento puede bien aparecer después de que el material de alimentación carbonoso ha sido introducido y hecho reaccionar parcialmente con el oxígeno residual presente en la corriente de productos de combustión gaseosos calientes. A este respecto, aunque la cantidad del aire suministrado a la reacción de combustión puede variar entre aproximadamente 50% y aproximadamente 500% del teóricamente requerido para combustión completa del combustible para formar  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ , etc., las proporciones preferidas de aire/combustible se encontrará ordinariamente que está entre aproximadamente 70% y aproximadamente 350% de la cantidad teórica.

25  
9.10.73.

También, cuando alquinos tales como aceti



leno forman una porción principal o total de la corriente de material de alimentación, se deberá tener en cuenta que dichos alquinos, una vez se ha iniciado su descomposición térmica, tienden a descomponerse a continuación de una manera altamente exotérmica sin que se proporcione calor adicional al sistema.

Las proporciones de aire a combustible deberán ser restringidas generalmente en el lado rico en combustible a las que tienen temperaturas de llama adiabática de al menos aproximadamente  $1316^{\circ}\text{C}$ , pero en el extremo pobre en combustible de la escala, pueden utilizarse proporciones de aire a combustible que son tan elevadas que rinden temperaturas de llama adiabática por debajo de  $1316^{\circ}\text{C}$ ., con tal que se efectúe la previsión (tal como por ejemplo en virtud del caudal de material de alimentación carbonoso o de la composición empleada) de que dicho nivel de temperaturas se alcance cuando el material de alimentación reaccione con el oxígeno en exceso presente en dicha corriente de productos de combustión calientes.

Con el fin de que el material de alimentación carbonoso que ha de ser inyectado en la corriente gaseosa de productos de combustión sea dispersada eficazmente en ella, es importante que dicha corriente tenga suficiente velocidad másica en el punto o puntos de in-

9.10.73.



yección de material de alimentación carbonoso. Corres-  
pondientemente, el desarrollo de una energía cinética  
dentro de la corriente gaseosa de productos de combus-  
tión por encima de aproximadamente  $0,07 \text{ kg/cm}^2$  es de im-  
5 portancia primordial para el éxito del procedimiento  
global del presente invento. Preferiblemente, dicha co-  
rriente de productos gaseosos de combustión alcanzará  
normalmente una energía cinética mayor de aproximadamen-  
te  $0,105 \text{ kg/cm}^2$  en el lugar de inyección del material de  
10 alimentación. Están disponibles para el practicante del  
presente invento muchos métodos para asegurar que la ve-  
locidad másica de los gases productos de combustión po-  
sea la necesaria energía cinética para dispersar apro-  
piadamente el material de alimentación inyectado en  
15 ellos. Por ejemplo, la reacción de combustión puede ser  
controlada frecuentemente por las entradas de combusti-  
ble y/o de aire en ellos para lograr, dentro de un apa-  
rato dado, una energía cinética de gases productos de  
combustión resultante mayor de aproximadamente  $0,07$   
20  $\text{kg/cm}^2$ . Sin embargo, se deberá admitir también que el  
diseño particular del aparato empleado puede tener tam-  
bién un efecto muy pronunciado sobre la velocidad mási-  
ca finalmente alcanzada de los gases de productos de  
combustión. Así, por ejemplo, conduciendo los gases pro-  
ductos de combustión desde su cámara cerrada de produc-

25  
9.10.73.



ción a través de un pasaje con sección transversal reducida, se puede lograr normalmente una importante aceleración de los mismos.

Sustancialmente cualquier material de alimentación carbonoso en forma de vapor o líquido de combustible que tenga un contenido de carbono de al menos 75% y preferiblemente por encima de aproximadamente 85% en peso del material de alimentación puede ser convertido en negro de humo de elevada calidad con rendimientos de fabricación desusadamente elevados en el procedimiento del invento. Correspondientemente, la composición particular del material de alimentación carbonoso a emplear es susceptible de amplia variación. Por ejemplo, son generalmente apropiados materiales de alimentación combustibles que contienen carbono normalmente gaseosos (a presiones y temperaturas normales), tales como acetileno, metano, propano, etano, butano, etileno y propileno. También, materiales carbonosos líquidos o licuables tales como benceno, tolueno, xileno, mesitileno, cumeno, dureno; hidrocarburos lineales o alicíclicos tales como hexano, octano, dodecano, ciclohexano y ciclopentano, aceites parafínicos, destilados de petróleo, ceras, etc. son todos ellos generalmente apropiados como materiales de alimentación. Sin embargo, para los fines económicos se preferirá normalmente utilizar alquitranes aromáticos

9.10.73.



18

o etilénicos residuales, destilados de petróleo o materias primas de ciclo que proceden de los procesos de fraccionamiento y/o destilación de operaciones de refinería.

5                   En cualquier caso, la inyección de dicho material de alimentación carbonoso en la corriente de gases de combustión calientes se lleva a cabo en forma de una única corriente coherente no fragmentada o, preferiblemente, en forma de una pluralidad de corrientes  
10                   coherentes no fragmentadas relativamente pequeñas y sustancialmente en forma transversal desde la periferia de dicha corriente de productos de combustión. Cualquiera que sea el número de puntos de inyección que se elija, sin embargo, en interés de obtener un rendimiento estable del procedimiento y una calidad de producto estable,  
15                   es muy deseable que la corriente o corrientes de material de alimentación penetren en la corriente de productos de combustión calientes de una manera tal que no entren en contacto significativamente con las paredes  
20                   envolventes del aparato antes de su mezclado a fondo con los gases de combustión calientes. Correspondientemente, es muy deseable que la corriente o corrientes de material de alimentación inyectadas penetren en la corriente gaseosa de productos de combustión calientes  
25                   sin dilución sustancial de las mismas con los gases de

9.10.73.



combustión hasta una profundidad entre aproximadamente 15 y aproximadamente 50% de las dimensiones de sección transversal de ella, tomado desde el punto o puntos de entrada de dicha corriente o corrientes de material de alimentación. Evidentemente, la realización del criterio de penetración anterior dependerá grandementé de parámetros tales como la velocidad másica de los gases de combustión que fluyen desde el punto o los puntos de inyección de material de alimentación, de la forma geométrica y dimensiones del aparato envolvente, de las dimensiones y del número de los puntos de inyección de material de alimentación, de la proporción molar de inyección de material de alimentación empleada, de la presión utilizada para la inyección de material de alimentación, etc. Correspondientemente, los técnicos en la materia reconocerán que la disposición de una penetración apropiada del material de alimentación dentro de los gases de combustión calientes puede ser alterada por control apropiado de una cualquiera o de una combinación de varias variables de proceso y/o de la forma geométrica del aparato de producción. Por ejemplo, en aquellos casos en que el material de alimentación empleado se encuentra en forma líquida, la penetración de la corriente o corrientes líquidas de material de alimentación no fragmentadas dentro de los gases de combustión

9.10.73.





valores porcentuales de combustión tan bajos como aproximadamente 15% o tan altos como aproximadamente 60% para producir calidades útiles de negro de humo.

5 Con respecto a la etapa de formación de  
carbono propiamente dicha del procedimiento, los parámetros más importantes son el tamaño y la forma del espacio de reacción cerrado dispuesto entre la inyección del material de alimentación y el enfriamiento rápido de la mezcla de reacción resultante. Así, para una proporción volumétrica dada de caudal de paso de dicha  
10 mezcla de reacción, el volumen total del espacio entre el punto o puntos de inyección de material de alimentación y el enfriamiento rápido de la mezcla de reacción será determinante del tiempo de permanencia en la zona  
15 de reacción formadora de carbono principal. Cuando se trabaja con las etapas de combustión y de inyección de material de alimentación que se bosquejan arriba, el presente procedimiento es capaz de producir negros de humo de elevada calidad con tiempos de permanencia desusadamente cortos, por ejemplo hasta de aproximadamente 1 milisegundo o incluso menos. Para la mayor parte de las calidades de negros, condiciones óptimas proporcionarán  
20 usualmente tiempos de permanencia dentro del margen de aproximadamente 1 hasta aproximadamente 100 milisegundos. Desde luego, tiempos de permanencia más largos han  
25  
9.10.73.



ta de aproximadamente 500 milisegundos o incluso de varios segundos, pueden utilizarse frecuentemente si se desea y algunas veces pueden mostrar ser útiles para lograr ciertas propiedades especiales de los productos.

5 Consideraciones más detalladas relacionadas con el tamaño y la forma del espacio de reacción y con la manera de enfriar rápidamente la reacción serán descritas aquí más tarde.

10 Se hace referencia ahora a los dibujos anejos en los cuales se ilustran varias realizaciones preferidas de aparatos, y con la ayuda de estos se describirán las etapas de trabajo con mayor detalle con el fin de proporcionar una comprensión más completa de la práctica de este invento.

15 La figura 1 es una sección longitudinal esquemática de una realización de aparatos apropiados para la producción de negro de humo de acuerdo con el presente invento.

20 La figura 2 es una sección longitudinal esquemática de otra realización de aparatos apropiados para llevar a cabo el procedimiento del invento.

25 Refiriéndose ahora específicamente a la figura 1, la reacción de combustión de elevada energía que caracteriza parcialmente al presente invento se lleva a cabo del siguiente modo. Un combustible fluido,

9.10.73.



tal como metano, gas natural o gas de refinería, es car  
gado a través de la entrada 2 dentro del recinto de dis  
tribución 4. Dicho combustible fluido pasa luego a tra-  
vés de perforaciones 6 de la placa de distribución 8  
dentro del orificio de garganta 10. Se carga aire a tra-  
vés del conducto 14 dentro del espacio anular 16 formado  
entre el revestimiento 18 y la envolvente de zona de com  
bustión 20. Dicha carga de aire circula luego alrededor  
del extremo aguas arriba 22 de la envolvente de zona de  
combustión 20, dentro del orificio de garganta 10 en  
donde es mezclada con el combustible fluido y desde allí  
a través de perforaciones 26 del mantenedor de llama 24  
dentro de la zona de combustión 12. El mantenedor de  
llama 24 comprende generalmente un revestimiento tronco  
cónico multi-perforado unido con la placa de distribu-  
ción de combustible 8 en su extremo menor y tiene una  
placa de obturación 25 que constituye una relación es-  
tanca a los gases entre su extremo mayor y la envolven-  
te de zona de combustión 20. Dicho mantenedor de llama  
24 sirve para estabilizar la reacción de combustión e  
impide la retrogresión de ésta al orificio de garganta  
10.

Tal como se ha mencionado anteriormente,  
la aceleración de los gases productos de combustión  
hasta la energía cinética mínima de  $0,07 \text{ kg/cm}^2$  requeri

9.10.73.



da puede lograrse frecuentemente sólo en virtud del control de las entradas de combustible y de aire dentro de la zona de combustión 12. Sin embargo, se preferirá generalmente que dicha aceleración se logre al menos

5 parcialmente descargando los gases productos de combustión a través de una zona de sección estrechada. Corres-

pondientemente, se dispone preferiblemente de modo coex-

10 tensivo con el extremo aguas abajo de la zona de combustión 12 una trayectoria cerrada convergente 28 formada por la envolvente convergente 30. Dicha envolvente 30 puede ser enfriada convenientemente por disposición de un espacio anular 32 formado entre dicha envolvente 30 y la camisa con refrigerante líquido 34. El refrigeran-

15 te líquido, tal como agua, es conducido dentro de dicho espacio anular 32 a través del conducto 36 y es descargado desde éste a través del conducto 38.

Luego habiéndose creado una corriente de gases de combustión calientes que tiene una energía cinética por encima de aproximadamente  $0,07 \text{ kg/cm}^2$  se in-

20 yecta en ella un material de alimentación carbonoso en forma de líquido o de vapor de manera sustancialmente transversal, es decir de aproximadamente  $45^\circ$  a aproximadamente  $135^\circ$  y preferiblemente de aproximadamente  $80^\circ$  a aproximadamente  $100^\circ$  con relación al eje de circulación de dicha corriente de gases de combustión y desde

25

9.10.73.



su periferia. Dicha inyección de material de alimentación se efectúa también de una manera tal que se proporciona una corriente penetrante coherente de material de alimentación o una pluralidad de dichas corrientes penetrantes, en lugar de por una técnica de pulverización. Correspondientemente, la zona de inyección de material de alimentación 40 comprende la envolvente 42 que lleva al menos un orificio esencialmente no estrechado 44 que se prolonga de forma sustancialmente transversal dentro de ella. Preferiblemente, se proporciona una pluralidad de dichos orificios 44, servido cada uno por un conducto de alimentación 46. Tal como se ha mencionado anteriormente con respecto al enfriamiento de la envolvente convergente 30, la envolvente 42 puede ser también enfriada convenientemente con líquido por medio de un sistema de camisa 48 y de entrada y salida de líquido 50 y 52 respectivamente.

El material de alimentación en forma de líquido o de vapor, que ha sido inyectado dentro de la corriente de productos de combustión calientes de una manera tal que se asegura un mezclado a fondo y rápido del mismo con dicha corriente, está ahora en estado de formar carbono. Por lo tanto, después de la etapa de inyección de material de alimentación, sólo es necesario proporcionar un tiempo de permanencia suficiente de la

9.10.73.



mezcla de reacción bajo condiciones que favorezcan la formación de partículas de carbono. Esto se puede efectuar con facilidad descargando dicha mezcla de reacción desde el extremo aguas abajo de dicha zona de inyección

5 40 dentro de un espacio de reacción apropiado. Por lo tanto, tal como se muestra en la figura 1, una cámara de reacción de extremo abierto 60 puede ser conectada con el extremo aguas abajo de la zona de inyección 40 por medio de bridas 54 y 56 acopladas provistas con una

10 apropiada fila anular de pernos de fijación 58. Preferiblemente la brida 54 está provista con medios de refrigeración por líquido 55. El espacio de reacción de la cámara 60 deberá estar generalmente no obstruido y usualmente será de área de sección transversal mayor

15 que el extremo aguas abajo de la zona de inyección 40. La longitud de la cámara de reacción 60 será determinada entonces por el tiempo de permanencia que se ha de dejar para la formación de carbono en funcionamiento máximo. Aunque el tiempo de permanencia exacto para ca

20 da caso dependerá naturalmente de las condiciones de reacción particulares y de la calidad deseada para el producto de negro de humo, en el presente procedimiento entrará usualmente dentro del margen de aproximadamente 1 a 100 milisegundos para la mayor parte de los

25 negros de humo actualmente de interés.

9.10.73.



Con el fin de proporcionar la capacidad de terminar la reacción de formación de carbono en el instante deseado y de controlar de este modo el tiempo de permanencia, se disponen toberas de pulverización de líquido en lugares apropiados en la cámara de reacción 60. Así, se muestran en la figura 1 dos de tales toberas de pulverización 62. En funcionamiento, el líquido de enfriamiento rápido que ha de ser pulverizado, usualmente agua, es alimentado a dichas toberas 62 bajo presión apropiada por medio de conductos de entrada 64. Para mayor flexibilidad en relación con la variación del tiempo de permanencia para un caudal dado o para caudales variables con un tiempo de permanencia dado, se pueden disponer más de un juego de toberas de pulverización. Por ejemplo, toberas adicionales 62 podrían estar situadas en otras posiciones a lo largo de la longitud de la cámara 60. Dado que la terminación de la reacción de formación de carbono es determinada por la etapa de enfriamiento rápido, la mezcla que abandona la cámara de reacción 60 a través de la salida 66 comprenderá generalmente un aerosol caliente de negro de humo producto suspendido en gases subproductos. Después de abandonar la salida 66, el aerosol caliente es sometido a las etapas de acabado usuales de enfriamiento adicional y de separación de partículas sólidas y de recolección, tal como

9.10.73.



se practican comúnmente en la técnica de producción de negro de humo de horno.

5 Aunque la cámara 60 puede ser construída a base de materiales con elevada conductividad térmica, tales como metales y puede ser provista con una camisa de refrigeración con el fin de que un refrigerante líquido apropiado pueda ser hecho circular a través de ella de una manera similar a la descrita para los funcionamiento de la zona de inyección 40 y de la zona de combustión 12, se apreciará que generalmente es deseable durante la etapa de formación de partículas de carbono hacer mínima la velocidad de pérdida de calor desde la mezcla de reacción hasta el momento en que se desea terminar la reacción. Por lo tanto, se preferirá generalmente que la cámara de reacción 60 sea construída de un material aislante refractario.

10 En otra realización de aparatos apropiada, tal como se describe en la figura 2, la combustión del combustible fluido con aire tiene lugar en la zona de combustión cerrada 100. Dicha zona está delimitada generalmente por el revestimiento refractario 102, tal como de ladrillos refractarios, soportada por una envolvente metálica 104 y por una placa terminal 106. El aire oxidante para la reacción de combustión es cargado a través de la entrada 108 dentro del recinto 110 y

25

9.10.73.



desde allí dentro de la zona de combustión 100 a través de una pluralidad de conductos 112 orientados en forma sustancialmente radial, colocados en varios recorridos planos a lo largo de la envolvente 104 y del revestimiento refractario 102. Colocados de forma sustancialmente coaxial dentro de dichos conductos 112 se encuentran inyectores de combustible fluido 104 que son servidos por conductos de alimentación apropiados 115, sistemas de distribución 116 y conducto colector 118. Preferiblemente, la parte terminal 120 de cada uno de dichos inyectores de combustible fluido 104 está algo rebajado a partir del extremo de salida 122 de los conductos 112 servidos por él. Además, se prefiere, para evitar inflamación previa, que los inyectores de combustible fluido 114 proyecten sus respectivas cargas de combustible fluido de forma sustancialmente radial dentro de las corrientes de aire que circulan a través de los conductos 112. Correspondientemente, cada uno de dichos inyectores de combustible 114 comprenderá preferiblemente un terminal cerrado 120 y una pluralidad de orificios radiales 126, a través de los cuales orificios 126 el combustible fluido es proyectado dentro de las corrientes de aire. Convenientemente, se disponen también a través de la placa terminal 106 unos medios de inflamación 128 y una mirilla 130, a través de la cual se pueden

9.10.73.



observar visualmente del modo usual la reacción de combustión y la inyección de material de alimentación carbonoso. Los medios de inflamación 128 pueden ser de cualquier tipo apropiado. Por ejemplo, son generalmente apropiados sistemas de encendido de lámpara piloto, de 5 bujía de chispa, incendiaria o de incandescencia.

En cualquier caso, una vez se ha logrado la inflamación de las corrientes entrantes de combustible/aire, continúa la reacción de combustión de una manera altamente eficaz y turbulenta. Una de las ventajas de emplear una zona de combustión revestida con refractario, tal como se muestra en la figura 2, reside en el hecho de que, una vez calentado a las temperaturas de funcionamiento, el refractario calentado actuará después 10 de esto como un sistema de autoinflamación en el caso de fluctuaciones momentáneas, inadvertidas o accidentales de entrada de combustible o de aire. También, las pérdidas de calor son hechas generalmente mínimas en virtud de la utilización de envolventes de zona de combustión 15 refractarias.

Los productos de combustión son hechos salir de la zona de combustión 100 y son conducidos a través de la zona de inyección de material de alimentación 134 en que material de alimentación en forma de vapor o 25 de líquido es inyectado en forma sustancialmente trans-

9.10.73.



5 versal de la manera no fragmentada coherente que se ha descrito anteriormente. Si bajo las condiciones de reacción de combustión particulares que se emplean, los productos de combustión no fuesen acelerados inherentemente por encima de aproximadamente  $0,07 \text{ kg/cm}^2$  de energía cinética al nivel de la inyección de material de alimentación, será necesario efectuar esto por medio del diseño del aparato. Correspondientemente, tal como se menciona anteriormente con respecto al funcionamiento de los aparatos de la figura 1, puede ser dispuesta convenientemente una envolvente convergente 132 para ayudar en la aceleración de dicha corriente de productos de combustión, la cual envolvente convergente 132 puede ser considerada como el extremo de salida aguas abajo de la zona de combustión 100.

10

15

Finalmente, después de la inyección del material de alimentación dentro de dicha corriente de productos de combustión acelerados, la mezcla de reacción resultante es cargada dentro del espacio de reacción 136 en donde se proporciona suficiente tiempo de permanencia para el material de alimentación que ha de ser convertido en partículas de carbono.

20

Se dan a continuación ejemplos no limitativos.

9.10.73.



Ejemplo 1.

Se emplean aparatos del tipo generalmente descrito en la figura 1, que tienen las siguientes dimensiones principales:

5	Diámetro interno, envolvente de zona de combustión 20	25 cm
	Longitud, envolvente de zona de combustión 20	30 cm
	Longitud, envolvente convergente 30	30 cm
	Diámetro interno, envolvente 42	12,5 cm
10	Longitud, envolvente 42	30 cm
	Diámetro interno, orificios 44 (cuatro orificios situados alrededor de la envolvente 42 en ángulo de 90° con relación a ésta)	0,9 mm
15	Diámetro interno, cámara de reacción 60	45 cm
	Longitud, cámara de reacción 60 (medida desde la brida 56 a las toberas de pulverización 62)	165 cm

En cada uno de los experimentos llevados a cabo en este ejemplo los reactivos fueron los siguientes. Gas natural compuesto en su mayor parte por metano y que tenía una potencia calorífica de aproximadamente 8100 kilocalorías por m<sup>3</sup>, fue utilizado como combustible fluido, y era introducido a través del conducto 2. Aire, precalentado por intercambio de calor indirecto

9.10.73.



(no mostrado) era introducido a través del conducto 14. El material de alimentación carbonoso, que era introducido a través de los orificios 44, era un aceite de decantación obtenido del ciclo de craqueo catalítico de una refinera de petróleo y tenía las siguientes características:

	Densidad API (16°C, ASTM-D-287)	+0,5
	Densidad (ASTM-D-287)	1,072
	Viscosidad, SSU a 54°C (ASTM-D-88)	90,9
10	Viscosidad, SSU a 99°C (ASTM-D-88)	39,7
	Contenido de carbono, porcentaje ponderal	89,9 %
	Contenido de hidrógeno, porcentaje ponderal	8,1 %
	Contenido de azufre, porcentaje ponderal	2,08 %
	Cenizas, porcentaje ponderal (ASTM-D-482)	0,03
15	Compuestos aromáticos, porcentaje ponderal	34,8
	Compuestos saturados, porcentaje ponderal	15,2 %

Adicionalmente, se inyectó cloruro de potasio en la zona de inyección de material de alimentación 40 en forma de una solución acuosa diluida del mismo de acuerdo con la memoria de la patente USA número 3.010.794, de Friaut y otros, de 28 de noviembre de 1961. En la Tabla I se indican parámetros de trabajo importantes de cada uno de los experimentos.

El negro de humo recogido de cada uno de los experimentos fue pesado, sometido a diversos procesos.

9.10.73.



Los análisis analíticos y fue combinado para formar una formulación de caucho de estireno-butadieno que tenía la siguiente composición:

		<u>Partes en peso</u>
5	SBR-1500	100,0
	Acido esteárico	1,5
	Oxido de zinc	5,0
	Altax (MBTS) (1)	2,0
	Azufre	2,0
10	Negro de humo	50,0

(1) Altax (MBTS) en un nombre comercial de R. T. Vanderbilt Company para un acelerador de disulfuro de mercaptobenzotiazilo.

15 Varias propiedades físicas de la composición de caucho resultante después de curar fueron determinadas luego. Los resultados de los ensayos analíticos y de los ensayos del caucho están indicados en la Tabla II.

9.10.73.

9.10.73.

TABLA I

Expe- rimen- to No	Caudal de com- busti- ble (m <sup>3</sup> C.N.H)	Temperatura del aire Caudal de aire ( $^{\circ}$ C/m <sup>3</sup> CNH)	Propor- ción de aire/com- bustible (% de la teórica)	Caudal de KGI (g/100 li- tros de material de alimen- tación)	Energía cinética de los gases de combus- tión a través de la zona 40 (kg/cm <sup>2</sup> )	Material de alimen- tación temperatu- ra/presión ( $^{\circ}$ C/kg/cm <sup>2</sup> manométrí- cos)	Velocidad de material de alimentación (litros/ho- ra)	Tiempo de permanen- cia nomi- nal (Milise- gundos)
1-1	169,8	327/2399,84	145	0,25	0,1365	257/17,5	460	40
1-2	169,8	329/2399,84	145	0,25	0,1365	266/15,75	436	40
1-3	169,8	338/2399,84	145	0,25	0,1365	256/13,65	408	40

m<sup>3</sup> C.N.H = m<sup>3</sup> en condiciones normales por hora.



9.10.73.

TABLA II

Experi- mento No	Ensayos analíticos					Formulación de caucho SBR cura- do durante 50 minutos				Rebote ASTM D-1054 (%)
	Rendi- miento (kg/li- tro de mate- rial de alimen- tación)	Tinte o matiz (% del patrón) (Welch Densi- chron)	Area su- perfi- cial de yodo (m <sup>2</sup> /g)	Absorción de DBP(⊕) (cm <sup>3</sup> /100 g) (ASTM 2414- -65T)	Indice de ad- sorción de yodo (ASTM 1510-60)	ASTM D-2516 Clase	Modulo de 300% (kg/cm <sup>2</sup> )	Resisten- cia a la tracción (kg/cm <sup>2</sup> )	Alarga- miento (%)	
1-1	504	234	76	133	97	N 347	219,1	316,4	420	43
1-2	492	236	82	133	103	N 285	218,4	323,4	440	56
1-3	456	259	101	114	129	N 220	191,1	347,9	480	53

(⊕) Ftalato de dibutilo.





### Ejemplo 2

Se emplean aparatos del tipo mostrado en la figura 2. Sus dimensiones críticas son las siguientes:

5	Diámetro interno, zona de combustión 100	20 cm
	Longitud, zona de combustión 100	50 cm

Se emplean 18 trayectorias 112 dispuestas radialmente y en ángulos iguales en filas de seis cada una.- Dichas filas están situadas en los intervalos de 10 cm, 20 cm y 30 cm a partir de la superficie trasera de la zona de combustión 100.

10	Trayectorias 112, diámetro de cada una de ellas:	25 mm
	Diámetro exterior, inyectores de combustible fluido 114	6,25 mm

15	Distancia de rebajos, tomada desde el terminal 120 de los inyectores de combustible fluido 114 a los extremos de salida 122 o trayectorias de aire 112	25 mm
----	--	-------

20	Diámetro, orificios 126, dos filas de cuatro cada una por inyector 114	1 mm
	Longitud, envolvente convergente 132	16,25 cm

Las dimensiones de la zona de inyección de material de alimentación 134 son sustancialmente similares a las empleadas en el aparato del Ejemplo 1.

9.10.73.



Espacio de reacción 136 150 cm de longitud x 45  
cm de diámetro interno.

En cada uno de los experimentos de este ejemplo el combustible fluido empleado es un gas de refinera que tiene la composición:

	<u>% en volumen</u>
	Hidrógeno 13,8
	Nitrógeno 5,0
	Monóxido de carbono 2,2
10	Metano 30,9
	Etano 18,6
	Etileno 5,8
	Propano 7,8
	Propileno 11,9
15	Butano 2,0
	Butileno 1,4
	Pentano 0,5
	Otros <u>0,1</u>
20	Total 100,0 =====

En la Tabla III siguiente se indican parámetros de trabajo importantes de cada uno de los experimentos.

El negro de humo recogido de cada uno de los experimentos fue pesado, fue sometido a varios procedimientos.

9.10.73.



cesos analíticos, y muestras de los negros que procedían de los experimentos 1 hasta 6 fueron combinadas para formar una formulación de caucho sintético, para efectuar el ensayo físico del mismo. La formulación de caucho empleada se da a continuación:

		<u>Partes en peso</u>
	Caucho de estireno-butadieno	89,38
	Caucho de cis-4-butadieno	35,00
	ZnO	3,00
10	Acido esteárico	1,75
	Santocure (1)	1,40
	Sundex 790 (2)	25,62
	Wingstay 100 (3)	2,00
	Sunproof improved (4)	2,50
15	Negro de humo	75,00

(1) Santocure (CBS) es la designación comercial de N-ciclohexil-2-benzotiazol-sulfenamida, un agente de curado para sistemas de caucho.

(2) Sundex 790 es el nombre comercial de un plastificante vendido por Sun Oil Company.

(3) Wingstay 100 es el nombre comercial de un estabilizador que comprende diaril-para-feniléndiaminas mezcladas, vendido por Goodyear Tire and Rubber Company.

(4) Sunproof improved es el nombre comercial de un antiozonante vendido por Uniroyal Chemical Company.

9.10.73.



En la Tabla IV siguiente se indican los resultados de dichos ensayos analíticos y del caucho. Muestras de los negros que proceden de los experimentos 7 a 9 fueron empleadas como pigmentos en diversas composiciones de tintas litográficas y de barnices, y se encontró que poseían excelentes propiedades pigmentarias en estas composiciones.

9.10.73.



TABLA III

Expe- ri- men- to No	Caudal de combusti- ble (m <sup>3</sup> CNH)	Temperatura de aire Caudal de aire (m <sup>3</sup> /m <sup>2</sup> CNH)	Proporción de aire/combusti- ble (% de la teórica)	Velocidad de KCl (g/100 li- tros de ma- terial de alimenta- ción)	Energía cinéti- ca de gases de combustión a través de la zona 40 (kg/cm <sup>2</sup> )	Materia de alimen- tación temperatura/ presión (g/kg/cm <sup>2</sup> manomé- tricos)	Caudal de ma- terial de alimentación (litros/hora)	Tiempo de per- manencia nominal (milisegundos)
2-1	123,1	$\frac{371}{2040,4}$	150	4,25	0,084	204/17,85	548	55
2-2	129,6	$\frac{388}{2164,9}$	152	0,675	0,091	204/17,5	548	52
2-3	128,8	$\frac{416}{2116,8}$	150	0	0,098	204/ -	508	53
2-4	134,1	$\frac{399}{2187,6}$	149	3,5	0,098	204/13,3	480	51
2-5	134,1	$\frac{399}{2159,3}$	147	0	0,091	204/13,65	480	52
2-6	130,2	$\frac{392}{2136,6}$	149	1,775	0,0875	204/14,0	456	53
2-7	123,1	$\frac{393}{2023,4}$	149	45	0,084	204/17,5	548	55
2-8	129,6	$\frac{382}{2102,7}$	148	47,5	0,0875	204/14,0	488	53
2-9	120,8	$\frac{388}{1983,8}$	149	0,65	0,0805	204/17,5	544	56

TABLA III

Expe- rimen- to No	Caudal de combusti- ble (m <sup>3</sup> CNH)	Temperatura de aire	Proporción de aire/combusti- ble (% de la teórica)	Velocidad de KCl (g/100 li- tros de ma- terial de alimenta- ción)	Energía ci- ca de gase combustión través de zona 40 : (kg/cm <sup>2</sup> )
		Caudal de aire (°C/m <sup>3</sup> CNH)			
2-1	123,1	<u>371</u> 2040,4	150	4,25	0,084
2-2	129,6	<u>388</u> 2164,9	152	0,675	0,091
2-3	128,8	<u>416</u> 2116,8	150	0	0,098
2-4	134,1	<u>399</u> 2187,6	149	3,5	0,098
2-5	134,1	<u>399</u> 2159,3	147	0	0,091
2-6	130,2	<u>393</u> 2136,6	149	1,775	0,0875
2-7	123,1	<u>393</u> 2023,4	149	45	0,084
2-8	129,6	<u>382</u> 2102,7	148	47,5	0,0875
2-9	120,8	<u>388</u> 1983,8	149	0,65	0,0805

9.10.73



A III

idad l ) li- de ma... l de nta-	Energía cinéti ca de gases de combustión a través de la zona 40 (kg/cm <sup>2</sup> )	Material de alimen- tación temperatura/ presión (°C/kg/cm <sup>2</sup> manomé- tricos)	Caudal de ma- terial de alimentación (litros/hora)	Tiempo de per- manencia nominal (milisegundos)
25	0,084	204/17,85	548	55
675	0,091	204/17,5	548	52
	0,098	204/ -	508	53
5	0,098	204/13,3	480	51
	0,091	204/13,65	480	52
775	0,0875	204/14,0	456	53
	0,084	204/17,5	548	55
5	0,0875	204/14,0	488	53
65	0,0805	204/17,5	544	56



TABLA IV

Expe- rimen- to Nº	Ensayos analíticos						Estireno-butadieno/cis-4-polibutadieno curado durante 45 minutos			
	Rendi- miento (kg/li- tro de material de ali- menta- ción)	Tinte o má- tiz (% del patrón) Welch Densichron)	Area su- perficial de yodo (m <sup>2</sup> /g)	Absorción de DBP (e) (cm <sup>2</sup> /100 g) (ASTM 2414-65 T)	Índice de adsorción de yodo (ASTM 1510-60)	ASTM D-2516 Clase	ASTM D-412			Rebote ASTM D-1054 (%)
							Módulo de 300% (kg/cm <sup>2</sup> )	Resistencia a la tracción (kg/cm <sup>2</sup> )	Alargamiento (%)	
2-1	636	218	58	102	78	N 330	80,5	183,4	550	50,7
2-2	624	222	63	125	91	N 347	98,7	189	530	52,1
2-3	-	237	83	129	111	N 285	95,2	205,1	550	50,2
2-4	564	237	94	117	129	N 220	77,7	189,7	560	49,3
2-5	528	247	100	129	135	N 242	87,15	199,5	560	47,7
2-6	504	256	120	119	153	N 110	71,4	193,9	570	45,1
2-7	-	216	62	73	-	N 326	-	-	-	-
2-8	-	253	90	72	-	-	-	-	-	-
2-9	-	214	60	129	-	-	-	-	-	-

(e) Etalato de dibutilo

TABLA IV

Expe rimen to No	Ensayos analíticos					ASTM D-2516 Clase
	Rendi- miento (kg/li tro de material de ali- menta- ción)	Tinte o ma- tiz (% del patrón) Welch Densichron)	Area su- perficial de yodo (m <sup>2</sup> /g)	Absorción de DBP(⊕) (cm <sup>3</sup> /100 g) (ASTM 2414-65 T)	Índice de adsorción de yodo (ASTM 1510-60)	
2-1	636	218	58	102	78	N 330
2-2	624	222	63	125	91	N 347
2-3	-	237	83	129	111	N 285
2-4	564	237	94	117	129	N 220
2-5	528	247	100	129	135	N 242
2-6	504	256	120	119	153	N 110
2-7	-	216	62	73	-	N 326
2-8	-	253	90	72	-	-
2-9	-	214	60	129	-	-

(⊕) Etalato de dibutilo

9.10.73.



LV

		Estireno-butadieno/cis-4-polibutadieno curado durante 45 minutos			
Indice de adsorción de yodo (ASTM 1510-60)	ASTM D-2516 Clase	ASTM D-412			Rebote ASTM D-1054 (%)
		Módulo de 300% (kg/cm <sup>2</sup> )	Resistencia a la tracción (kg/cm <sup>2</sup> )	Alargamiento (%)	
78	N 330	80,5	183,4	550	50,7
91	N 347	98,7	189	530	52,1
111	N 285	95,2	205,1	550	50,2
129	N 220	77,7	189,7	560	49,3
135	N 242	87,15	199,5	560	47,7
153	N 110	71,4	193,9	570	45,1
-	N 326	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-



Se ha de hacer observar que los rendimientos que se indican en las tablas II y IV de los ejemplos 1 y 2 son llamativamente elevados para las calidades particulares de negro producidas. Cuando se producen negros similares por técnicas ordinarias de horno de aceite de la técnica anterior, dichos rendimientos se encuentran normalmente entre aproximadamente 5 y aproximadamente 25% más bajos que los que se encuentran en la práctica del presente procedimiento de elevada energía. Es innecesario decir que las ventajas de rendimiento proporcionadas por el presente procedimiento constituyen una característica muy importante del mismo.

Adicionalmente, las propiedades para caucho y particularmente las propiedades de tracción de los negros producidos en estos ejemplos son frecuentemente superiores considerablemente a las de negros equivalentes (refiriéndose a similares clasificaciones ASTM-D 2516) producidas por los procedimientos de horno de aceite de la técnica anterior.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 8 de Junio de 1970, bajo el Nº 44.204, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

9.10.73.



## REIVINDICACIONES

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

- 5                    1a.- Un horno para la producción de negro de humo que comprende, en combinación: (A) medios de cámara de combustión que tienen (i) medios para cargar combustible fluido y aire dentro de ella y (ii) un extremo de salida abierto para descargar productos de combustión desde ella; (B) medios de conducto en comunicación con dicho extremo de salida de dichos medios de cámara de combustión, teniendo dichos medios de conducto al menos un inyector en comunicación con la perforación del mismo, estando adaptado cada inyector para descargar de modo sustancialmente transversal dentro de dicha perforación una corriente penetrante sustancialmente coherente de un material de alimentación carbonoso líquido o en forma de vapor; y (C) medios de cámara de reacción en comunicación con el extremo aguas abajo de dichos medios de conducto y adaptados para mantener el flujo saliente desde ella bajo condiciones apropiadas de tiempo y temperatura para favorecer la formación de
- 10
- 15
- 20
- 22

9.10.73.



negro de humo dentro de ella.

2ª.- El horno de la reivindicación 1ª, en que dichos medios de cámara de combustión están formados de metal y son refrigerados exteriormente con líquido.

5

3ª.- El horno de la reivindicación 1ª, en que (i) dichos medios de cámara de combustión comprenden una envolvente revestida con refractario, (ii) dichos medios para cargar aire dentro de dicha cámara de combustión comprenden una pluralidad de conductos orientados radialmente que se extienden a través de dicha envolvente revestida con refractario y situados en al menos dos recorridos sustancialmente planos por toda su longitud y (iii) dichos medios para cargar combustible fluido dentro de dicha cámara de combustión comprenden medios de inyector de combustible fluido situados en forma sustancialmente coaxial dentro de al menos varios de dichos conductos de aire orientados radialmente.

10

15

20

4ª.- El horno de la reivindicación 1ª, en que el extremo de salida de dichos medios de cámara de combustión de (A) comprenden medios de envolvente convergente cuyo extremo aguas abajo comunica con medios de conducto de (B) que tiene un área de sección transversal menor que el área de sección transversal mayor de dichos medios de cámara de combustión.

25

9.10.73.





5 5<sup>a</sup>.- El horno de la reivindicación 1<sup>a</sup>, en que el área de sección transversal del extremo aguas arriba de dichos medios de cámara de reacción de (C) es sustancialmente mayor que el área de sección transversal del extremo aguas abajo de dichos medios de conducto de (B).

10 6<sup>a</sup>.- El horno de la reivindicación 1<sup>a</sup>, que comprende, además, medios para mezclar dicho aire y dicho combustible fluido antes de la entrada de estos dentro de dichos medios de cámara de combustión.

7<sup>a</sup>.- El horno de la reivindicación 1<sup>a</sup>, en que dichos medios de conducto de (B) están formados de metal y son refrigerados exteriormente con líquido.

15 8<sup>a</sup>.- El horno de la reivindicación 1<sup>a</sup>, en que dichos medios de conducto de (B) están provistos con una pluralidad de dichos inyectores de material de alimentación carbonoso.

20 9<sup>a</sup>.- El horno de la reivindicación 8<sup>a</sup>, en que dichos inyectores de material de alimentación carbonoso están dispuestos en forma sustancialmente radial alrededor de la periferia de dichos medios de conducto.

10<sup>a</sup>.- Un horno para la producción de negro de humo.

25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompa  
9.10.73.





ñan y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 18 OCT. 1973

P. A.

Fernando de ~~Wickhoru~~  
Por Poder.

G.D.S.  
9.10.73.



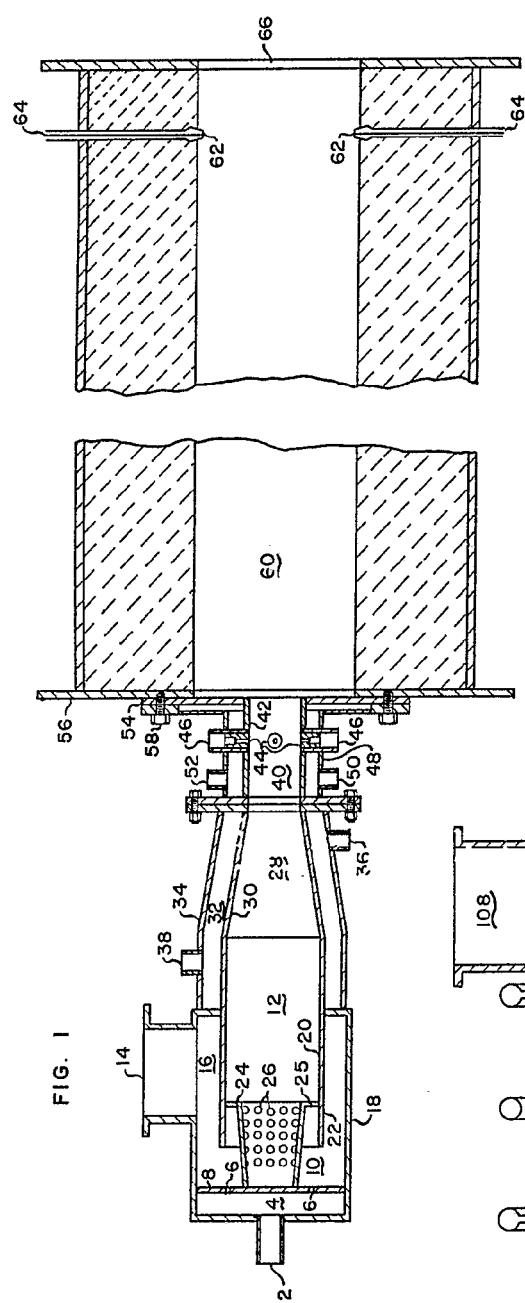


FIG. 1

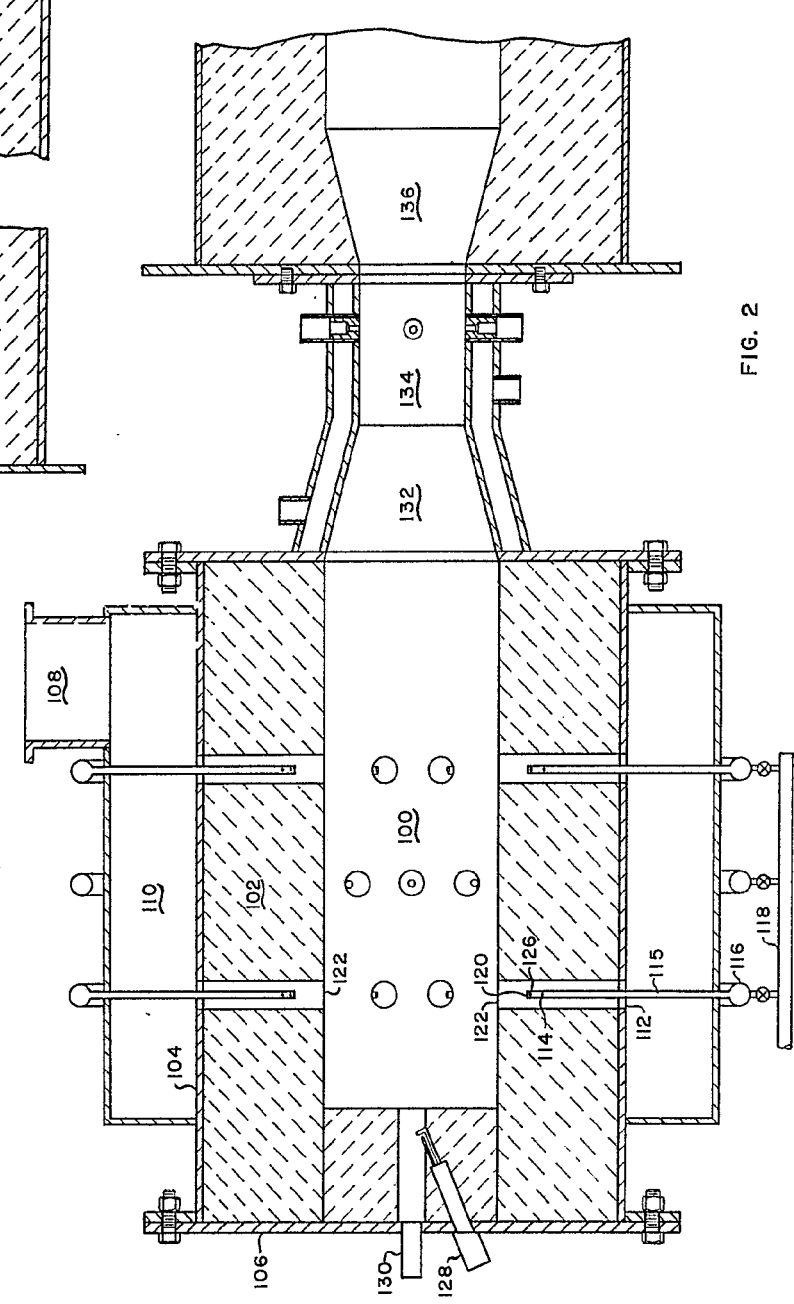
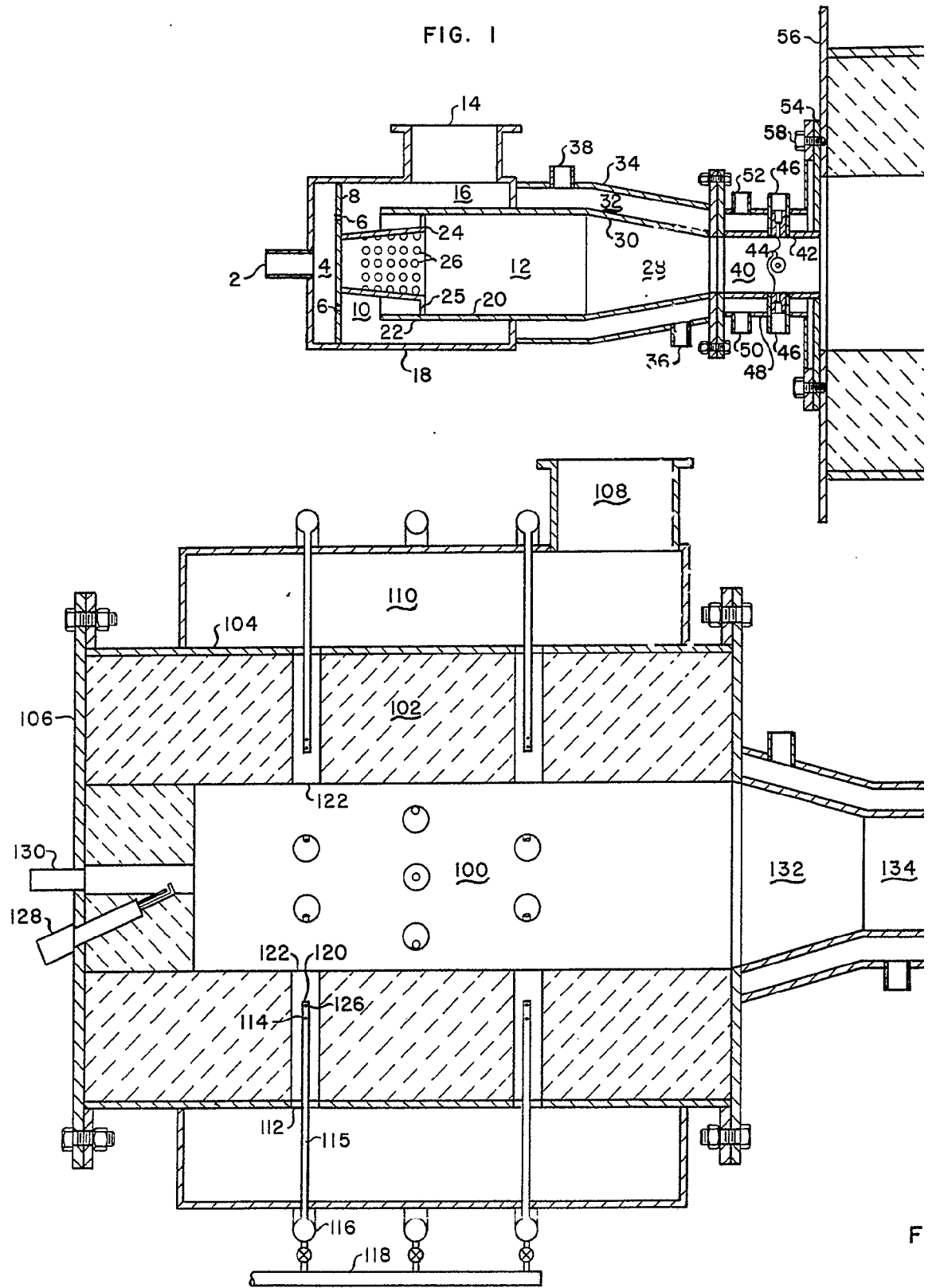


FIG. 2

Fernand de Elschburg  
Pat. No. 1,111,111

FIG. 1



P. 5  
1813

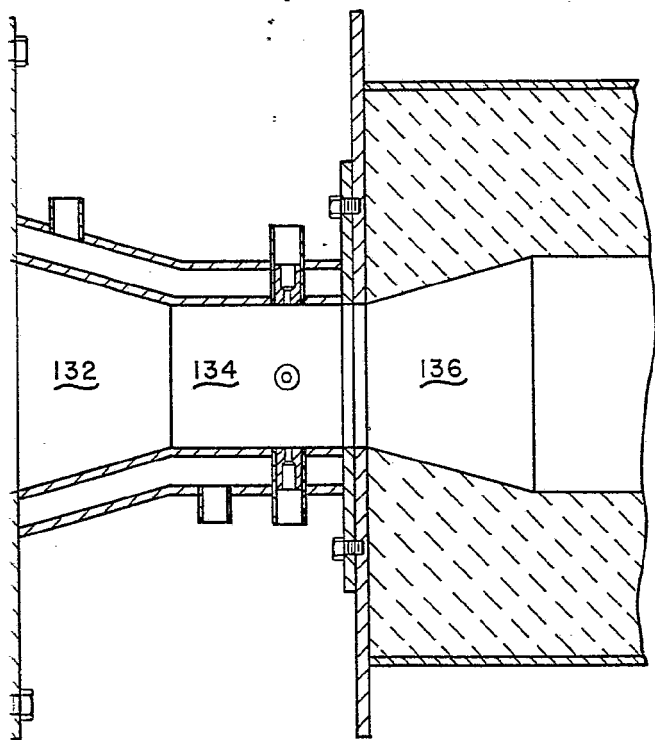
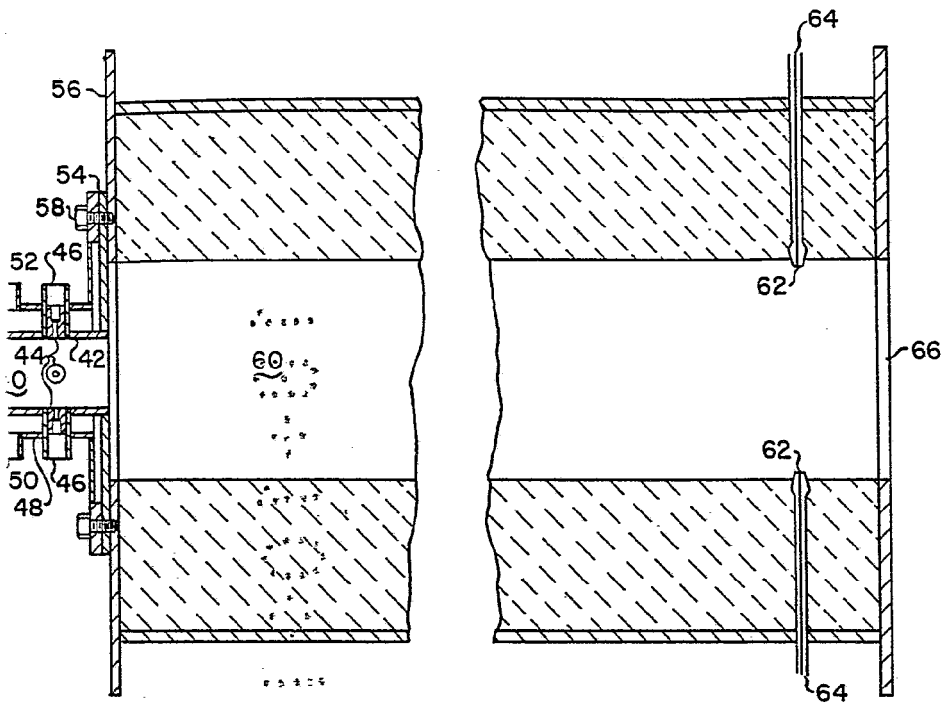


FIG. 2

Fernando de Elizaburu  
Inventor