

PATENTOVÝ SPIS

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2000-4596**
(22) Přihlášeno: **09.06.1999**
(30) Právo přednosti: **09.06.1998 US 60/088620**
(40) Zveřejněno: **12.12.2001**
(Věstník č. 12/2001)
(47) Uděleno: **25.08.2010**
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **06.10.2010**
(Věstník č. 40/2010)
(86) PCT číslo: **PCT/US1999/013042**
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 1999/064522**

(11) Číslo dokumentu:

302 086

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:
C09C 1/50 (2006.01)

(56) Relevantní dokumenty:

US 5 190 739 B; US 4 206 192 B; US 4 272 487 B; GB 1 530 315 B.

(73) Majitel patentu:

CABOT CORPORATION, Boston, MA, US

(72) Původce:

Green Martin C., Boxborough, MA, US

(74) Zástupce:

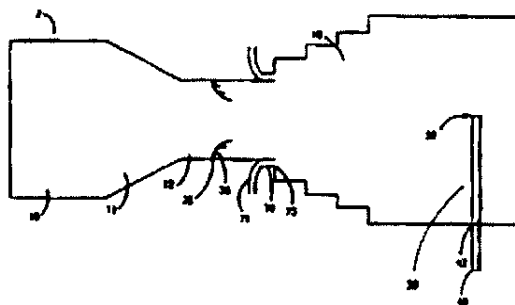
Dr. Karel Čermák, Národní třída 32, Praha 1, 11000

(54) Název vynálezu:

**Modulové zařízení pro výrobu sazí a způsob
výroby sazí prováděný v tomto zařízení**

(57) Anotace:

Je popsáno modulové zařízení pro výrobu sazí sestávající ze spalovací zóny (10) mající alespoň jeden vstup pro zavedení paliva a oxidačního činidla; zóny (11) se zužujícím se průměrem, přechodové zóny (12) mající alespoň jeden vstup pro zavedení suroviny poskytující saze; zařízení (70) pro zavedení proudu tekutiny do reaktoru v axiálním směru vzhledem k proudění procesního proudu v reaktoru; reakční zóny (18) mající počáteční zónu (19) s rozšiřujícím se průměrem; chladič zóny (39) mající alespoň jeden vstup (40) pro zavedení chladičí tekutiny (50); a zařízení pro oddělení a jímání sazí připojené k výstupnímu konci chladičí zóny (39), jakož i způsob výroby sazí prováděný v tomto zařízení.



CZ 302086 B6

Modulové zařízení pro výrobu sazí a způsob výroby sazí prováděný v tomto zařízeníOblast techniky

5

Vynález se týká modulového zařízení pro výrobu sazí a způsobu výroby sazí prováděného v tomto zařízení.

10

Dosavadní stav techniky

Saze lze použít jako pigmenty, plniva, vyztužující činidla a pro různé další aplikace a zpravidla se uplatňují jako plniva a vyztužující pigmenty při přípravě pryžových a plastových kompozic. Saze se zpravidla charakterizují na základě svých vlastností, které zahrnují neomezuji-
 15 bém jejich měrný povrch, povrchovou chemii, velikosti agregátů a velikosti částic. Vlastnosti sazí se analyticky určují pomocí v daném oboru známých testů, které zahrnují I_2No (měrný povrch adsorbující jod), N_2SA (měrný povrch adsorbující dusík), DBP (adsorpce dibutylftalátu), CDBP (adsorpce dibutylftalátu drcenými sazemi), CTAB (absorpční hodnota cetyltrimethyl-
 20 amoniumbromidu) a TINT (hodnota odstínu).

20

Saze lze vyrobit v reaktoru pecního typu pyrolýzou uhlovodíkové vsázky horkými plynnými spaliny za vzniku produktů spalování obsahujících částice sazí. Pro výrobu sazí se běžně používá celá řada metod.

25

U jednoho typu sazného reaktoru, například reaktoru popsaného v patentu US 3 401 020 (Kester a kol.) nebo patentu US 2 785 964 (Pollock) dále označovaných jako „Kester“ resp. „Pollock“, se palivo, výhodně uhlovodíkové, a oxidant, výhodně vzduch, vstříkují do první zóny a reagují za vzniku horkých plynných spalin. Uhlovodíková vsázka v plynné, parné nebo kapalné formě se rovněž vstříkuje do první zóny, potom, co začne pyrolýza uhlovodíkové vsázky a v důsledku
 30 tohoto vstřikování dojde ke tvorbě sazí. V tomto případě se pyrolýzou rozumí tepelný rozklad uhlovodíku. Výsledná směs plynných spalin, ve které probíhá pyrolýza, se následně zavede do reakční zóny, kde dojde k dokončení tvorby sazí.

35

Dalším typem provozního zařízení používaného pro výrobu sazí je tzv. modulární neboli stupňovitý reaktor. Modulární (stupňovitý) pecný reaktor je obecně popsán v patentu US 3 619 140 a patentu US 3 922 355, jejichž obsah je zde uveden formou odkazu.

40

Při určitých způsobech výroby sazí se část oxidačního činidla zavede do procesu až po vstřikování uhlovodíkové vsázky. Patent US 4 105 750 popisuje způsob výroby sazí s užití strukturou, jak je patrné z nižších dibutylftalátových (DBP) absorpčních čísel, pro danou velikost částic. U popsaného způsobu se část zaváděného oxidačního činidla vstříkuje do procesu v místě ležícím za místem vstřikování výchozí suroviny.

45

WO 93/18 094 popisuje způsob výroby sazí, který je charakteristický zaváděním druhého oxidačního proudu do reaktoru, přičemž tento druhý oxidační proud nezasahuje do tvorby částic a agregátů sazí v uvedeném reaktoru. Popsané příklady uvádějí, že DPB absorpční hodnoty sazí vyrobených za použití druhého oxidačního proudu jsou nižší než DPB absorpční hodnoty sazí vyrobených za použití stejných reakčních podmínek a za absence druhého oxidačního proudu. Způsob výroby sazí popisují i další patenty, například patent US 3 607 058; US 3, 761 577; a US 3 887 690.
 50

55

Patent US 5 190 739 popisuje způsob výroby sazí, při kterém se pomocný uhlovodík zavádí v axiálním směru vzhledem k procesnímu proudu mezi místem bezprostředně za počáteční spalovací reakcí paliva prvního stupně v případě, že se palivo do prvního stupně zavádí, a místem bezprostředně před koncem tvorby sazí. Uvedený patentový dokument neuvádí zavádění proudu

tekutiny a axiálním směru až za místem zavádění suroviny poskytující saze do procesního proudu.

5 Patent US 4 206 192 popisuje jednostupňový reaktor pro výrobu sazí, kdy se oxidační činidlo, palivo a surovina poskytující saze zavádějí do reaktoru ve stejném místě a veškeré spaliny a vytékající proud vzniknou v podstatě v jediné lokalitě.

10 Patent US 4 272 487 popisuje reaktor pro výrobu sazí s vnitřním a vnějším vstupem horkých spalin poskytující ochrannou clonu a mimořádně horké plyny pro konverzi vsázky, která se bezprostředně kontaktuje s horkými spalinami.

Patent GB 1 530 315 se vztahuje k použití tekutých plášťů k pojmutí složek chemických reakcí, kdy se saze produkují ve spalovacím zařízení blízském proudovému motoru.

15 Teploty v sazných reaktorech se mohou pohybovat od 1315 °C do 1648 °C a v některých případech mohou být i vyšší. Vstřikování dalšího oxidačního činidla a/nebo zavádění druhého proudu vzduchu do reakčního proudu, například způsobem popsaným v již jmenovaných patentech, zpravidla zvýší teplotu reakčního proudu a v oblasti vstřikování vzduchu může teplota reakčního proudu přesáhnout 1648 °C. Tato extrémní teplota může způsobit poškození ohnivzdorné vyzdívky reaktoru a/nebo zkrátit životnost ohnivzdorné vyzdívky reaktoru zejména v blízkosti vstřikování dalšího oxidačního činidla.

25 Z výše uvedeného tedy vyplývá, že bude účelné navrhnout způsob a zařízení pro dodávání dalšího (pomocného) proudu obsahujícího oxidační činidlo a/nebo uhlovodík do vytékajícího proudu, které by minimalizovalo problémy spojené s poškozováním ohnivzdorné vyzdívky reaktoru.

30 V tomto ohledu se jako výhodný jeví způsob a zařízení pro výrobu sazí, u kterých se zaváděním dodatečného proudu obsahujícího oxidační činidlo a/nebo uhlovodík do vytékajícího proudu zvětší struktura sazí vyrobených tímto způsobem, což lze ověřit měřením DBP absorpční hodnoty pro daný měrný povrch.

Způsob a zařízení podle vynálezu, které poskytují výše popsané výhody budou odborníkům v daném oboru blíže objasněny v následujícím popisu.

35 Přestože byl vynález popsán na obecných typech pecních reaktorů a na způsobech využívajících tyto reaktory, je zřejmé, že lze vynález použít i v případě dalších pecních reaktorů a způsobů, u kterých je výroba sazí založena na pyrolýze a/nebo nedokonalém spalování uhlovodíků.

40 Podstata vynálezu

Předmětem vynálezu je modulové zařízení pro výrobu sazí, jehož podstata spočívá v tom, že sestává ze spalovací zóny mající vstupní a výstupní konec a alespoň jeden vstup pro zavedení paliva a oxidačního činidla; zóny se zužujícím se průměrem mající vstupní konec a výstupní 45 konec a sbíhající se od vstupního konce směrem k výstupnímu konci, přičemž vstupní konec zóny se zužujícím se průměrem je spojen s výstupním koncem spalovací zóny; přechodové zóny mající vstupní konec a výstupní konec, přičemž vstupní konec přechodové zóny je spojen s výstupním koncem zóny se zužujícím se průměrem a přechodová zóna obsahuje alespoň jeden vstup pro zavedení suroviny poskytující saze; zařízení pro zavedení proudu tekutiny do reaktoru 50 v axiálním směru vzhledem k proudění procesního proudu v reaktoru majícího vstupní konec a výstupní konec, přičemž vstupní konec zařízení je spojen s výstupním koncem přechodové zóny; reakční zóny, která má počáteční zónu s rozšiřujícím se průměrem, vstupní konec a výstupní konec, přičemž vstupní konec reakční zóny je spojen s výstupním koncem přechodové zóny; chladič zóny mající vstupní konec a výstupní konec, přičemž vstupní konec chladič zóny je spojen 55 s výstupním koncem reakční zóny, přičemž chladič zóna zahrnuje alespoň jeden vstup pro

zavedení chladicí tekutiny; a zařízení pro oddělení a jímání sazí připojené k výstupnímu konci chladicí zóny.

5 Výhodně je zařízení pro zavedení proudu tekutiny do reaktoru v axiálním směru tvořeno prázdnou nádobou; alespoň jedním vstupním otvorem pro zavedení proudu tekutiny do vnitřku nádoby a výstupy z této nádoby tvořeny výstupními tryskami a výstupním prstencem pro odvedení proudu tekutiny z uvedené nádoby.

10 Výhodně je výstup tvořen výstupním prstencem.

Výhodně je prázdná nádoba zařízení pro zavedení proudu tekutiny uspořádána radiálně vzhledem k výstupům z nádoby k vytvoření vystupujícího proudu tekutiny v podstatě prostého víření.

15 Předmětem vynálezu je rovněž způsob výroby sazí ve výše definovaném zařízení, jehož podstata spočívá v tom, že se vytvoří proud spalín v prvním stupni reaktoru majících dostatečnou rychlost k průchodu následujícími stupni reaktoru a dostatečnou teplotu k pyrolýze suroviny poskytující saze; do spalín se ve druhém stupni reaktoru vstříkují surovina poskytující saze za vzniku vystupujícího proudu obsahujícího saze a spaliny; načež se zavede proud tekutiny k obklopení vytékajícího proudu, přičemž proud tekutiny se zavádí v axiálním směru vzhledem k proudění vytékajícího proudu v místě za vstřikováním suroviny poskytující saze a takto obklopený vytékající proud se vede skrze alespoň část třetího stupně reaktoru; a produkované saze se ochladí, oddělí a jímají.

25 Výhodně se proud tekutiny zavádí tak, aby obklopil vytékající proud vstupující do třetího stupně reaktoru.

Výhodně se proud tekutiny zavádí s vířením.

30 Výhodně je proud tekutiny tvořen plynným proudem obsahující alespoň jednu plynnou složku ze souboru sestávajícího z oxidačního činidla, dusíku, vodíku uhlovodíkového materiálu a jejich směsí.

Výhodně je proud tekutiny tvořen zbytkovým plynem.

35 V následující části popisu je obklopení procesního proudu uváděno také jako zakrytí procesního proudu. Je tedy třeba tyto výrazové alternativy chápat jako zcela rovnocenné.

40 Výhodou vynálezu je, že způsob zavádění proudu tekutiny minimalizuje poškození ohnivzdorné vyzdívky, ke kterému zpravidla dochází při zavádění sekundárních proudů tekutin do reaktoru.

40 Další výhodou vynálezu je, že způsob pro výrobu sazí podle vynálezu lze použít k výrobě sazí, které mají vyšší strukturu, stanovenou na základě zvýšených DBP absorpčních hodnot, pro daný měrný povrch.

45 Další výhody vynálezu se stanou zřejmými po prostudování následujícího podrobného popisu vynálezu.

Stručný popis obrázků

50 Obr. 1 znázorňuje řez částí modulárního pecního reaktoru pro výrobu sazí podle jednoho provedení vynálezu;

55 Obr. 2a a 2b znázorňují provedení zařízení podle vynálezu pro zavádění proudu tekutiny do sazného reaktoru;

Obr. 3 znázorňuje řez částí modulárního pecního reaktoru pro výrobu sazí, který byl použit v níže popsaných příkladech provedení vynálezu.

5 Vynález poskytuje způsoby zakrytí plynného proudu v reaktoru, které zahrnují zavedení proudu tekutiny okolo vnějšího obvodu plynného proudu. Při výrobě sazí se proud tekutiny zavádí okolo vnějšího obvodu proudu plynných spalin a/nebo odtékajícího proudu. Proud tekutiny se výhodně zavádí v axiálním směru, přičemž axiálním směrem se označuje směr, který je v podstatě paralelní se směrem proudění plynného proudu. Proud tekutiny lze zavádět souproutým způsobem s prouděním plynného proudu nebo protiprouděním způsobem. U výhodného provedení se proud tekutiny zavádí souproutým způsobem.

15 Vynález rovněž poskytuje způsoby výroby sazí, které zahrnují zavádění proudu tekutiny do plynného provozního proudu ve snaze zakrýt tento plynný provozní proud. U typického sazného reaktoru se zavádění provádí za místem vstřikování suroviny poskytující saze. Podle jednoho provedení vynálezu způsob výroby sazí zahrnuje zavedení proudu tekutiny, který zakryje provozní proud, po zavedení suroviny poskytující saze do tohoto provozního proudu.

20 Způsob podle vynálezu může zahrnovat zavedení proudu tekutiny v axiálním směru, přičemž axiální směr označuje směr, který je v podstatě paralelní s celkovým směrem proudění proudu plynných spalin a vytékajícího proudu v reaktoru. Tekutinu lze zavádět za nebo bez víření a souproutým nebo protiproudým způsobem.

25 U způsobu podle vynálezu je proudem zaváděné tekutiny výhodně plynný proud obsahující alespoň jednu z následujících složek: oxidační činidlo, dusík, vodík, uhlovodíkový materiál nebo jejich směsi. Výraz „oxidační činidlo“, jak je zde použit, označuje kompozici obsahující kyslík, například ve formě atmosférického vzduchu, vzduchu obohaceného kyslíkem, produkty spalování uhlovodíkových paliv a vzduchu a/nebo kyslíku, nebo směsi těchto proudů. Výrazem „uhlovodíkový materiál“, jak je zde použit, označuje kompozici obsahující uhlovodík, jakým je například uhlovodíkové palivo, plynný proud zahrnující nedokonalé spálené uhlovodíkové palivo, například proud plynných spalin z procesu vyrábějícího saze, nebo směsi těchto proudů.

35 Vynález rovněž poskytuje zařízení pro realizaci způsobu podle vynálezu a zavádění proudu tekutiny axiálním způsobem. Zařízení podle vynálezu obsahuje dutou nádobu, výhodně dutý prstenec, vstup nebo vstupy pro zavádění proudu tekutiny do vnitřního prostoru nádoby a alespoň jeden výstup, který umožňuje proud tekutiny vytékat z uvedené nádoby. Výstup může obsahovat prstenec nebo množinu prstenců, trysku nebo množinu trysek.

40 Vstup může být uspořádán radiálně neboli v axiálním směru, který je v podstatě paralelní s axiálním směrem výstupu, přičemž při tomto uspořádání nedochází k významnému víření vypouštěného proudu. Alternativně může být vstup uspořádán ve směru tangenciálním k axiálnímu směru výstupu a poskytovat tak výstupní proud s významnějším vířením. Nyní bude následovat podrobný popis způsobu a zařízení pro zavádění proudu tekutiny do sazného reaktoru v souvislosti se způsoby a zařízením podle vynálezu pro výrobu sazí.

45 Podle jednoho provedení způsobu podle vynálezu se proud tekutiny obsahující oxidační činidlo, dusík, vodík, uhlovodíkový materiál nebo jejich směsi zavede do vytékajícího proudu proudícího sazným reaktorem v axiálním směru. U jednoho provedení proud tekutiny zahrnuje atmosférický vzduch případně obohacený kyslíkem. U dalšího provedení obsahuje proud tekutiny průmyslový plynný proud obsahující uhlovodíky, vodík, oxid uhelnatý, oxid uhličitý a/nebo páru. Příkladem průmyslového plynného proudu je plyn odebíraný z paty sazného reaktoru.

Podle jednoho aspektu vynálezu způsob podle vynálezu pro výrobu sazí zahrnuje:

- 5 a) uvedení oxidačního činidla, primárního paliva a suroviny poskytující saze do reakce v reaktoru, za vzniku vytékajícího proudu obsahujícího saze a plynné spaliny;
- b) vstřikování proudu tekutiny do vytékajícího proudu ve směru axiální ke směru proudění vytékajícího proudu proudícího reaktorem;
- 10 c) vedení získaného vytékajícího proudu reaktorem; a
- d) ochlazení, separování a izolování sazného produktu,

15 přičemž proud tekutiny obsahuje oxidační činidlo, dusík, vodík, uhlovodíkový materiál nebo jejich směsi. Zavedení proudu tekutiny má zpravidla výhodně za následek výrobu sazí se zvýšenou strukturou, viz. zvýšená DBP absorpční hodnota pro dané I_2No (jodové číslo měrného povrchu) v porovnání se sazemi vyrobenými za použití podobných provozních podmínek a za absence zavádění proudu tekutiny.

20 Způsob podle vynálezu lze výhodně provádět v modulárním typu sazného reaktoru, který obsahuje alespoň tři stupně. Způsob podle vynálezu pro výrobu sazí prováděný na tomto typu reaktoru zahrnuje:

25 vytvoření proudu plyných spalín v prvním stupni reaktoru, který má dostatečnou rychlost pro proudění následujícími stupni reaktoru a teplotu dostatečnou pro pyrolýzu suroviny poskytující saze;

vstřikování suroviny poskytující saze do plyných spalín ve druhém stupni reaktoru za vzniku vytékajícího proudu tvořeného plynými spalínami a sazemi;

30 zavedení proudu tekutiny ve směru axiálním k proudění vytékajícího proudu za místem vstřikování suroviny poskytující saze, přičemž získaný vytékající proud je veden třetím stupně reaktoru; a

35 ochlazení, separaci a izolaci sazného produktu.

Proud tekutiny se výhodně zavádí do třetího stupně reaktoru, nicméně odborníkovi v daném oboru je zřejmé, že proud tekutiny lze zavádět v libovolném místě následujícím za místem zavádění suroviny poskytující saze.

40 Proud tekutiny může obsahovat oxidační činidlo, dusík, vodík, uhlovodíkový materiál nebo jejich směsi. Zavedení proudu tekutiny výhodně vede k získání sazí majících zvýšenou strukturu, viz. zvýšená DBP absorpční hodnota, pro dané I_2No (jodové číslo) v porovnání se sazemi vyrobenými za použití podobných provozních podmínek a za absence zavádění proudu tekutiny.

45 U „stupňového“ neboli „modulárního“ reaktoru je kapalné nebo plynné palivo uváděno do reakce s oxidačním činidlem, výhodně vzduchem, v prvním stupni reaktoru za vzniku horkých plyných spalín. Tento stupeň je výhodně označován jako „hořákový“ stupeň, spalovací stupeň a/nebo spalovací zóna reaktoru.

50 Horké plynné spaliny jsou vedeny z prvního stupně dále do dalšího stupně nebo stupňů reaktoru. Kromě spalovacího stupně reaktor zpravidla zahrnuje alespoň stupeň pro vstřikování suroviny poskytující saze a reakční stupeň. Stupeň pro vstřikování suroviny poskytující saze lze umístit mezi první „neboli spalovací“ stupeň a reakční stupeň a obsahuje škrťací prvek neboli zónu s omezeným průměrem, jejíž průřez je menší než průřez spalovacího stupně nebo reakčního

55

stupně. Zóna s omezeným průměrem je odborníkům v daném oboru známa rovněž jako přechodová zóna.

Při výrobě sazí se uhlovodíková surovina vstřikuje v jednom nebo v několika místech do dráhy proudu horkých plynných spalin proudícího stupněm pro vstřikování suroviny poskytující saze. Surovinu poskytující saze lze vstřikovat do dráhy horkých plynných spalin před, za a/nebo v zóně s omezeným průměrem. Uhlovodíková surovina může mít formu kapaliny, plynu nebo páry a může být stejná jako palivo použité pro získání proudu plynných spalin nebo odlišná. Uhlovodíkovou surovinou je zpravidla uhlovodíkový olej nebo zemní plyn. Nicméně v daném oboru jsou známy i další uhlovodíkové suroviny, například acetylen.

Po zavedení suroviny poskytující saze se tato surovina vmíchá, atomizuje a odpařuje do proudu plynných spalin. Směs plynných spalin a odpařená surovina poskytující saze se následně zavedou do stupně reaktoru, který se označuje jako reakční stupeň. Ačkoliv pyrolýza začíná již po vstřiknutí suroviny poskytující saze do proudu plynných spalin, k jejímu dokončení a konverzi odpařené uhlovodíkové suroviny na primární sazné částice a agregáty dochází až v reakčním stupni. Doba, kterou surovina poskytující saze, plynné spaliny a vytvořené saze stráví v reakční zóně reaktoru, je dostatečná pro vytvoření sazí s požadovanými vlastnostmi. Směs plynných spalin a sazí v reakční zóně reaktoru bude dále označována pouze jako vytékající proud. Po vytvoření sazí s požadovanými vlastnostmi se ve snaze zastavit hlavní reakce sníží teplota vytékajícího proudu. Toto snižování teploty vytékajícího proudu, které má zastavit všechny hlavní reakce, lze realizovat libovolným známým způsobem, například vstřikováním chladicí tekutiny do vytékajícího proudu. Jak je odborníkům v daném oboru známo, hlavní reakce se zastaví potom, co vyrobené saze získají požadované vlastnosti, což se určí odebráním vzorků sazí a testování jejich analytických vlastností. Po zastavení reakcí se vytékající proud dostatečně ochladí za použití libovolných známých prostředků a zpravidla se vede přes vakový filtr nebo jiný separační systém pro jímání sazí.

U obou typů způsobu pro výrobu sazí a sazných reaktorů a u dalších známých reaktorů a způsobů mají horké plynné spaliny teplotu dostatečnou pro účinnou pyrolýzu uhlovodíkové suroviny vstřikované do proudu plynných spalin. Teplota proudu plynných spalin před vstřikováním suroviny poskytující saze zpravidla dosahuje alespoň 1315 °C. Po vstřikování suroviny poskytující saze se teplota provozního proudu zvýší a může dosahovat teplotu 1648 °C nebo i vyšší teploty. Z důvodů těchto teplot a v důsledku tepla generovaného při výrobě sazí musí reaktor pro výrobu sazí obsahovat ohnivzdornou vyzdívkou vyrobenou z ohnivzdorných materiálů, které jsou schopny odolávat vysokým teplotám.

Způsob výroby sazí podle vynálezu zahrnuje prostředek pro zakrytí vytékajícího proudu, který prochází alespoň částí reaktoru. Způsob podle vynálezu může při použití modulárního sazného reaktoru zahrnovat:

vytvoření proudu plynných spalin v prvním stupni reaktoru, který má dostatečnou rychlost pro proudění následujícími stupni reaktoru a teplotu dostatečnou pro pyrolýzu suroviny poskytující saze;

vstřikování suroviny poskytující saze do plynných spalin ve druhém stupni reaktoru za vzniku vytékajícího proudu tvořeného plynnými spalinami a sazemi;

zakrytí vytékajícího proudu, který opouští druhý stupeň reaktoru, přičemž zakrytý vytékající proud je veden třetím stupněm reaktoru; a

ochlazení, separaci a izolaci sazného produktu.

Krok, ve kterém se provádí zakrytí vytékajícího proudu, bude výhodně odklánět vytékající proud od stěn třetího stupně reaktoru, alespoň v místě počátečního zakrytí. Prostředek pro zakrytí vyté-

kajícího proudu může zahrnovat zavedení proudu tekutiny ve směru axiálním k proudění vytékajícího proudu, tak aby obalil vytékající proud opouštějící druhý stupeň reaktoru.

5 Obr. 1 znázorňuje řez typem reaktoru, ve kterém lze realizovat způsob podle vynálezu. Způsob podle vynálezu nevyžaduje žádnou modifikaci sazného reaktoru, kromě poskytnutí prostředku pro vstřikování proudu obsahujícího oxidační činidlo a lze ho tedy realizovat v různých typech sazných reaktor, například v reaktorech diskutovaných v části označené dosavadní stav techniky.

Jedno provedení modulárního zařízení pro výrobu sazí podle vynálezu zahrnuje:

10 spalovací zónu mající vstupní a výstupní konec a alespoň jeden vstup pro zavádění paliva a oxidačního činidla;

15 zónu se zužujícím se průměrem mající vstupní a výstupní konec a zužující se od vstupního konce směrem k výstupnímu konci, přičemž vstupní konec je spojen s výstupním koncem spalovací zóny;

20 přechodovou zónu mající vstupní a výstupní konec, přičemž vstupní konec je spojen s výstupním koncem zóny se zužujícím se průměrem a přechodová zóna zahrnuje alespoň jeden vstup pro zavádění suroviny poskytující saze;

25 zařízení pro zavádění proudu tekutiny do reaktoru ve směru axiálním ku směru proudění provozního proudu v reaktoru, přičemž toto zařízení má vstupní a výstupní konec a vstupní konec je propojen s výstupním koncem přechodové zóny;

reakční zónu mající vstupní a výstupní konec, přičemž vstupní konec je spojen s výstupním koncem přechodové zóny nebo zón;

30 chladicí zónu mající vstupní a výstupní konec, přičemž vstupní konec je propojen s výstupním koncem reakční zóny a chladicí zóna zahrnuje alespoň jeden vstup pro zavádění chladicí tekutiny; a

zařízení pro separaci a jímání sazí propojené s výstupním koncem chladicí zóny nebo zón.

35 Zařízení pro zavádění proudu tekutiny do reaktoru v axiálním směru může obsahovat dutou nádobu; alespoň jeden vstup, výhodně množinu vstupů pro zavádění proudu tekutiny do vnitřního prostoru nádoby a výstup pro odvádění proudu tekutiny z této nádoby. Výstup může obsahovat prstenec, množinu prstenců, trysku nebo množinu trysek. Vstup (vstupy) do duté nádoby mohou být uspořádány radiálně neboli v axiálním směru, který je v podstatě paralelní s axiálním směrem 40 výstupu a poskytuje vytékající proud tekutiny bez významnějšího zvíření. Alternativně může být vstup (vstupy) do duté nádoby uspořádán ve směru tangenciálním k axiálnímu směru výstupu a poskytovat tak vytékající proud tekutiny, který je významněji zvířen.

45 Obr. 1 znázorňuje řez modulárním neboli stupňovitým pecním reaktorem pro výrobu sazí, který je popsán v patentu US 3 922 335. Obr. 1 ukazuje pecní reaktor 2 mající první stupeň obsahující zónu 11 se zužujícím se průměrem, druhý stupeň tvořený přechodovou zónou 12 a třetí stupeň tvořený reakční zónou 18. Surovina 30 poskytující saze je vstřikována do přechodové zóny 12 pecního reaktoru 2 v místech 32 pro vstřikování suroviny 30 poskytující saze. Vstup 40 pro zavedení chladicí tekutiny (50) se nachází v místě 42 chladicí zóny 39.

50 Zařízení 70 pro zavádění proudu tekutiny podle vynálezu se nachází za místem 32 pro vstřikování suroviny poskytující saze. Zařízení 70 pro zavedení proudu tekutiny obsahuje vstupní otvory 71 a výstupní prstenec 73 pro zavádění proudu tekutiny v axiálním směru do reakční zóny 18. U znázorněného provedení jsou vstupní otvory 71 uspořádány v podstatě paralelně s výstupním

prstencem 73 a tak umožňují zavádět proud tekutiny do pecního reaktoru 2 bez zviření tohoto proudu.

Obr. 2a a 2b znázorňují provedení zařízení 70 pro zavádění proudu tekutiny podle vynálezu. Obr. 2a znázorňuje koncový pohled na jedno provedení zařízení 70 pro zavádění proudu tekutiny do reaktoru. Tento pohled ukazuje konec zařízení zahrnující výstupní prstenec 73. U provedení znázorněného na obr. 2 jsou vstupní otvory 71 uspořádány tangenciálně k výstupnímu prstenci 73. V důsledku tohoto uspořádání bude prstenec zavádět do reaktoru proud tekutiny, který bude výrazně zviřen.

Obr. 2b znázorňuje koncový pohled na alternativní provedení zařízení 70 pro zavádění proudu tekutiny do reaktoru podle vynálezu. Tento pohled ukazuje koncovou část zařízení opatřenou množinou výstupních trysek 72. U provedení znázorněného na obr. 2 jsou vstupní otvory 71 uspořádány tangenciálně k výstupním tryskám 72. Výsledkem tohoto uspořádání je, že výstupní trysky 72 budou do reaktoru zavádět proud zviřené tekutiny. Současně s tímto uspořádáním nebo alternativně mohou být výstupní otvory výstupních trysek 72 uspořádány tak, aby vyvolaly zviření proudu tekutiny.

Obr. 3 znázorňuje alternativní provedení modulárního sazného reaktoru pro provádění způsobu podle vynálezu. Reaktor, jehož uspořádání je znázorněno na obr. 3, se použil v následujících příkladech.

Obr. 3 znázorňuje reaktor 3 pro výrobu sazí, který má spalovací zónu 10, zónu 11 se zužujícím se průměrem a krokovými zlomy, přechodovou zónu 12 pro vstřikování suroviny poskytující saze a reakční zónu 18. Surovina 30 poskytující saze je vstřikována do přechodové zóny 12 v místě 32 pro vstřikování suroviny poskytující saze. Vstup 40 pro zavedení chladicí tekutiny se nachází v místě 42 pro zavádění chladicí tekutiny 50 do reaktoru 3, které se nachází v chladicí zóně (39).

Průměr spalovací zóny 10 v místě s konstantním průměrem je na obr. 3 označen jako D-1. Průměr zóny 11, se zužujícím se průměrem v místě, kde se uvedené zúžení krokově láme, je označen jako D-2 a průměr přechodové zóny 12 reaktoru 3 je označen jako D-3. Délka spalovací zóny 10 až k bodu, kde začíná zóna 11 se zužujícím se průměrem, je označena jako L-1. Délka zóny 11 se zužujícím se průměrem až k místu zlomu je označena jako L-2 a od tohoto místa zlomu až k počátku přechodové zóny 12 je označena jako L-3. Celková délka přechodové zóny 12 je označena jako L-4. Vzdálenost mezi koncem zóny 11, se zužujícím se průměrem a místem 32 pro vstřikování suroviny poskytující saze je označena jako F.

Reaktor 3 zahrnuje zařízení 70 pro zavedení proudu tekutiny podle vynálezu, které se nachází za místem 32 pro vstřikování suroviny poskytující saze. Zařízení 70 zahrnuje vstupní otvory 71 a výstupní prstenec 73, což je patrné z obr. 2a, pro zavádění proudu tekutiny v axiálním směru do reakční zóny 18. U znázorněného provedení jsou vstupní otvory 71 uspořádány radiálně k výstupnímu prstenci 73 a umožňují tak do reaktoru zavádět nezviřený proud tekutiny. Rozměry zařízení 10 jsou označeny jako L-5 a L-6.

U reaktoru znázorněného na obr. 3 má vstup reakční zóny 18 reaktoru 3 počáteční zónu 39 s rozšiřujícím se průměrem, načež následuje stupňovitá zóna 20, zóna 21 s rostoucím průměrem a následně první zóna 22 s konstantním průměrem. Po zóně 23, která má konstantní průměr a vzhledem k první zóně 22 s konstantním průměrem je úhlově posunuta, následuje druhá zóna 24 s konstantním průměrem.

D-4 označuje vnitřní průměr výstupní trysky 72 použité při zavádění proudu tekutiny do reaktoru. D-5 označuje vnější průměr výstupního prstence 73. Průměr počáteční zóny 19 s rozšiřujícím se průměrem je v jejím nejširším místě označen jako D-6 a délka této počáteční zóny 19 je označena jako L-7. Průměr zóny 21 s rostoucím průměrem je v jejím nejužším místě označen jako D-

7 a délka této zóny 21 s rostoucím průměrem je označena jako L-8. Průměr první zóny 22 s konstantním průměrem je označen jako D-8 a délka této první zóny 22 je označena jako L-9.

5 Délka zóny 23 je označena jako L-10. Snížení v horní části reaktoru mezi první zónou 22 s rostoucím průměrem a druhou zónou 24 s konstantním průměrem je označeno jako H-1 a snížení v dolní části reaktoru mezi první zónou 22 s konstantním průměrem a druhou zónou 24 s konstantním průměrem je označeno jako H-2. Průměr druhé zóny 24 s konstantním průměrem je označen jako D-9.

10 Vzdálenost od začátku reakční zóny 18 reaktoru k místu 42, kde se zavádí chladicí tekutina 50 je označena jako Q.

Při použití reaktoru znázorněného na obr. 1 nebo obr. 3 pro výrobu sazí se horké plynné spaliny generují ve spalovací zóně 10 reaktoru uvedením kapalného nebo plynného paliva do kontaktu s proudem vhodného oxidačního činidla, jakým je například vzduch, kyslík, směs vzduchu a kyslíku apod. Mezi paliva, která jsou vhodná pro uvedení do kontaktu s proudem oxidačního činidla ve spalovací zóně a pro generování horkých plynných spalin, lze zahrnout libovolné snadno spalitelné plyny, páry nebo kapaliny, jakými jsou například zemní plyn, vodík, oxid uhelnatý, methan, acetylen, alkoholy nebo kerosen. Nicméně je zpravidla výhodné použít paliva, která obsahují vysoký obsah složek obsahujících uhlík, a zejména paliva s vysokým obsahem uhlovodíků. Poměr vzduchu ku palivu se liší v závislosti na typu použitého paliva. Pokud se pro výrobu sazí podle vynálezu použije zemní plyn, potom se poměr vzduchu ku palivu může pohybovat přibližně od 10:1 do 100:1. Generování horkých plynných spalin lze usnadnit předehřátím proudu oxidačního činidla.

25 Proud horkých spalin proudí ze spalovací zóny 10 přes zónu 11 se zužujícím se průměrem do přechodové zóny 12 a následně do reakční zóny 18 reaktoru. Směr proudění horkých plynných spalin je na obr. 1 a obr. 3 označen šipkou. Surovina 30 poskytující saze se zavádí v místě 32 pro vstřikování suroviny poskytující saze. Vzdálenost od konce zóny 11 se zužujícím se průměrem k místu 32 pro vstřikování uvedené suroviny je označena jako F. Ve zde popsaných příkladech se surovina 30 poskytující saze vstřikuje do vnitřního prostoru proudu horkých plynných spalin ve formě množiny prudkých vstřiků, které pronikají do tohoto vnitřního prostoru. Tímto způsobem se zajistí účinné a rychlé promíchání horkých plynných spalin se surovinou poskytující saze, které vede k rychlému a úplnému rozkladu suroviny poskytující saze a její převedení na sazné částice a sazné agregáty.

40 Vhodnou surovinou pro použití v rámci vynálezu jsou uhlovodíkové suroviny poskytující saze, které jsou za podmínek vytvořených v reaktoru snadno těkavé a které zahrnují nenasyčené uhlovodíky, jakými jsou například acetylen; olefiny, například ethylen, propylen, butylen; aromatické uhlovodíky, jakými jsou například benzen, toluen a xylen; určité nasycené uhlovodíky; a těkavé uhlovodíky, jakými jsou například kerosen, naftaleny, terpeny, ethylenový dehet, aromatické cyklické suroviny apod.

45 Směs suroviny 30 poskytující saze a horkých plynných spalin proudí z přechodové zóny 12 reaktoru do reakční zóny 18 reaktoru. Proud tekutiny obsahující oxidační činidlo, dusík, vodík, uhlovodíkový materiál nebo jejich směsi, se zavádí do reakčního proudu v axiálním směru pomocí zařízení 70 pro zavádění proudu tekutiny a výstupním prstencem 73 na vstup do reakční zóny 18 reaktoru. Proud tekutiny je zaváděn pod dostatečným tlakem, aby pronikl do vnitřního prostoru reakční zóny 18 reaktoru.

50 Vstup 40 pro zavedení chladicí tekutiny 50 se nachází v místě 42 chladicí zóny 39, přičemž tato chladicí tekutina 50 slouží k zastavení reakce ve vytékajícím proudu. Při provádění způsobu podle vynálezu je vstup 40 pro zavedení chladicí tekutiny 50 umístěn v místě 42, takže dráha vytékajícího proudu, na které probíhají reakce vedoucí k vytvoření sazí s požadovanými vlastnostmi je

dostatečně dlouhá. Q, které označuje vzdálenost mezi začátkem reakční zóny 18 a místem 42 pro zavádění chladicí tekutiny, se mění podle polohy chlazení.

Po ochlazení směsi horkých plyných spalin a suroviny poskytující saze se ochlazené plyny vedou do libovolného konvenčního chladicího a separačního zařízení, ve kterém se saze izolují. Separace sazí z plyného proudu se zpravidla realizuje pomocí běžných prostředků, jakými jsou například precipitátor, cyklonový separátor nebo vakový filtr. V závěrečném kroku lze, nikoliv nezbytně, použít některé prostředky pro zhuštění, například pro peletizaci, a pro vysušení.

10 Znaky a výhody vynálezu budou dále vyzdviženy pomocí následujících příkladů.

Pro stanovení a hodnocení analytických vlastností sazí vyrobených v následujících příkladech se použily následující testovací postupy. Jodové číslo (I_2No) sazí se určilo podle ASTM testovací metody D1510. DBP (dibutylftalátové absorpční číslo) sazných pelet se určilo metodou popsanou v standardní normě ASTM D3493-86.

Příklady provedení vynálezu

20 Pro experimenty se použil výše popsaný výrobní způsob a reaktor znázorněný na obr. 3, jehož geometrie bude popsána níže. Ve všech případech byl primárním palivem pro spalovací reakci zemní plyn dodávaný do výrobního procesu generujícího saze při teplotě okolí tj. přibližně 147 °C. Kapalnými surovinami poskytujícími saze, které se použily ve všech příkladech, byly komerčně dostupné uhlovodíkové směsi.

25 Proud tekutiny obsahující spalovací vzduch se zaváděl zařízením 70 pro zavádění proudu tekutiny a výstupním prstencem 73 bez zvládnutí. Geometrie reaktoru a provozní podmínky jednotlivých běhů byly následující:

Příklad	1	2
D-1, cm	19,0	19,0
D-2, cm	14,0	14,0
D-3, cm	10,9	10,9
D-4, cm	15,2	15,2
D-5, cm	18,7	18,7
D-6, cm	33,3	33,3
D-7, cm	76,2	76,2
D-8, cm	91,4	91,4
D-9, cm	68,6	68,6
L-1, cm	61,0	61,0
L-2, cm	30,5	30,5
L-3, cm	14,0	14,0
L-4, cm	27,6	27,6

L-5, cm	1,9	1,9
L-6, cm	5,0	5,0
L-7, cm	7,6	7,6
L-8, cm	7,6	7,6
L-9, cm	621,0	621,0
L-10, cm	61,0	61,0
H-1, CM	34,3	34,3
H-2, CM	11,4	11,4
F, cm	2,5	2,5
Q, m	10,7	10,7
Místo 32, hrot číslo a rozměr, mm	6x1,32	6x1,78
Průtok suroviny, kg/h ⁻¹	677	728
Teplota suroviny °C	176	179
K + přidání, mg/l suroviny	8	8
Celkový vzduch, nm ³ .h	1870	1879
Primární spalovací vzduch, nm ³ .h	1832	1315
Primární spalovací vzduch, teplota, °C	402	402
Primární zemní plyn, nm ³ .h	76	54
Primární zemní plyn, teplota °C	15	15
Poměr vzduch/zemní plyn	9,85	9,85
Vstříkovaná tekutina, nm ³ .h	38	564
Poměr vyváženosti hořáku	0,40	0,40
Celkový poměr vyváženosti	4,00	4,18
% Axiální vzduch	2	30

Vlastnosti sazí	Příklad 1	Příklad 2
$I_2No, m^2/g$	30,1	30,0
DBP, $cm^3/100 g$	68	74,6

5 Příklady 1 a 2 ilustrují vliv dodatečně přidaného proudu tekutiny na strukturu sazí vyrobených způsobem podle vynálezu, viz DEP hodnoty sazí. Jak ukazuje příklad 2, zvýšení průtoku přidávané tekutiny do třetího stupně 18 reaktoru má za následek získání sazí, jejichž DEP hodnota je přibližně o 10 % vyšší než DEP hodnota sazí z příkladu 1.

10 Na závěr je třeba poznamenat, že výše uvedená příkladná provedení vynálezu mají pouze ilustrativní charakter a nikterak neomezuji rozsah vynálezu, který je jednoznačně vymezen přiloženými patentovými nároky.

15 PATENTOVÉ NÁROKY

1. Modulové zařízení pro výrobu sazí, **v y z n a č e n é t í m**, že sestává ze:

20 spalovací zóny (10) mající vstupní a výstupní konec a alespoň jeden vstup pro zavedení paliva a oxidačního činidla;

25 zóny (11) se zužujícím se průměrem mající vstupní konec a výstupní konec a sbíhající se od vstupního konce směrem k výstupnímu konci, přičemž vstupní konec zóny (11) se zužujícím se průměrem je spojen s výstupním koncem spalovací zóny (10);

30 přechodové zóny (12) mající vstupní konec a výstupní konec, přičemž vstupní konec přechodové zóny (12) je spojen s výstupním koncem zóny (11) se zužujícím se průměrem a přechodová zóna (12) obsahuje alespoň jeden vstup pro zavedení suroviny poskytující saze;

zařízení (70) pro zavedení proudu tekutiny do reaktoru v axiálním směru vzhledem k proudění procesního proudu v reaktoru majícího vstupní konec a výstupní konec, přičemž vstupní konec zařízení (70) je spojen s výstupním koncem přechodové zóny (12);

35 reakční zóny (18), která má počáteční zónu (19) s rozšiřujícím se průměrem, vstupní konec a výstupní konec, přičemž vstupní konec reakční zóny (18) je spojen s výstupním koncem přechodové zóny (12);

40 chladicí zóny (39) mající vstupní konec a výstupní konec, přičemž vstupní konec chladicí zóny (39) je spojen s výstupním koncem reakční zóny (18), přičemž chladicí zóna (39) zahrnuje alespoň jeden vstup (40) pro zavedení chladicí tekutiny (50); a

zařízení pro oddělení a jímání sazí připojené k výstupnímu konci chladicí zóny (39).

45 2. Modulové zařízení pro výrobu sazí podle nároku 1, **v y z n a č e n é t í m**, že zařízení (70) pro zavedení proudu tekutiny do reaktoru v axiálním směru je tvořeno prázdnou nádobou;

50 alespoň jedním vstupním otvorem (71) pro zavedení proudu tekutiny do vnitřku nádoby a výstupy z této nádoby tvořenými výstupními tryskami (72) a výstupním prstencem (73) pro odvedení proudu tekutiny z uvedené nádoby.

3. Modulové zařízení pro výrobu sazí podle nároku 2, **v y z n a ě n é t í m**, že výstup je tvořen výstupním prstencem (73).

5 4. Modulové zařízení pro výrobu sazí podle nároku 2 nebo 3, **v y z n a ě n é t í m**, že prázdná nádoba zařízení (70) pro zavedení proudu tekutiny je uspořádána radiálně vzhledem k výstupům z nádoby k vytvoření vystupujícího proudu tekutiny v podstatě prostého víření.

10 5. Způsob výroby sazí v zařízení podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že se vytvoří proud spalín v prvním stupni reaktoru majících dostatečnou rychlost k průchodu následujícími stupni reaktoru a dostatečnou teplotu k pyrolýze suroviny poskytující saze;

do spalín se ve druhém stupni reaktoru vstříkují surovina poskytující saze za vzniku vystupujícího proudu obsahujícího saze a spaliny;

15 načež se zavede proud tekutiny k obklopení vytékajícího proudu, přičemž proud tekutiny se zavádí v axiálním směru vzhledem k proudění vytékajícího proudu v místě za vstřikováním suroviny poskytující saze a takto obklopený vytékající proud se vede skrze alespoň část třetího stupně reaktoru; a

20 produkované saze se ochladí, oddělí a jímají.

6. Způsob podle nároku 5, **v y z n a ě n ý t í m**, že se proud tekutiny zavádí tak, aby obklopol vytékající proud vstupující do třetího stupně reaktoru.

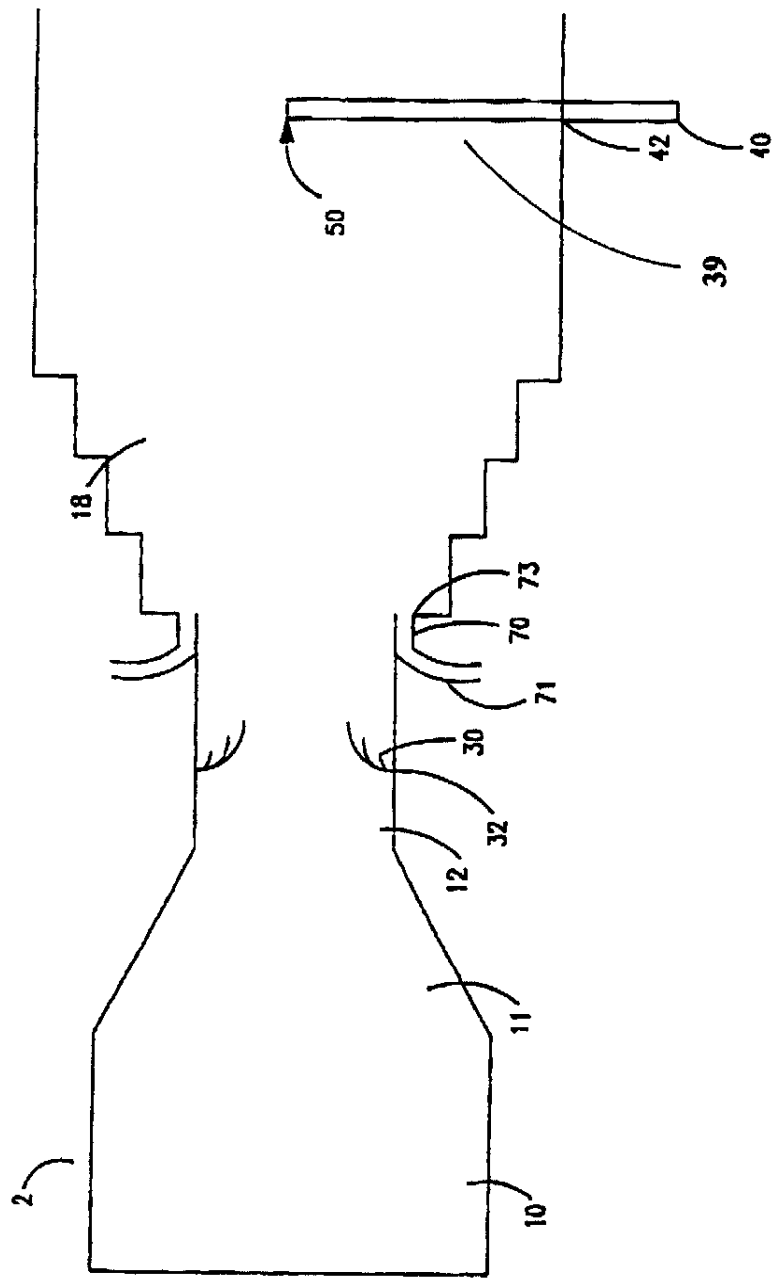
25 7. Způsob podle nároku 5 nebo 6, **v y z n a ě n ý t í m**, že proud tekutiny se zavádí s vířením.

30 8. Způsob podle některého z nároků 5 až 7, **v y z n a ě n ý t í m**, že proud tekutiny je tvořen plynným proudem obsahující alespoň jednu plynnou složku ze souboru sestávajícího z oxidačního činidla, dusíku, vodíku uhlovodíkového materiálu a jejich směsí.

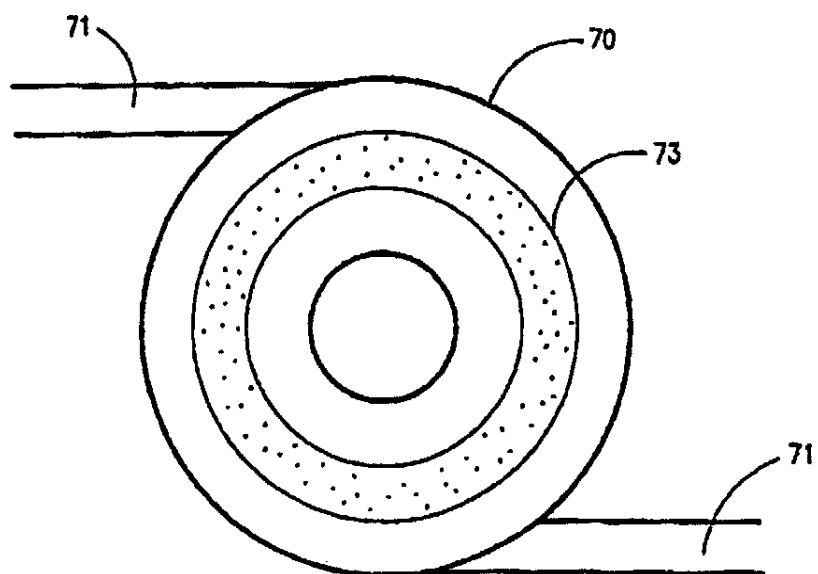
9. Způsob podle některého z nároků 5 až 8, **v y z n a ě n ý t í m**, že proud tekutiny je tvořen zbytkovým plynem.

35

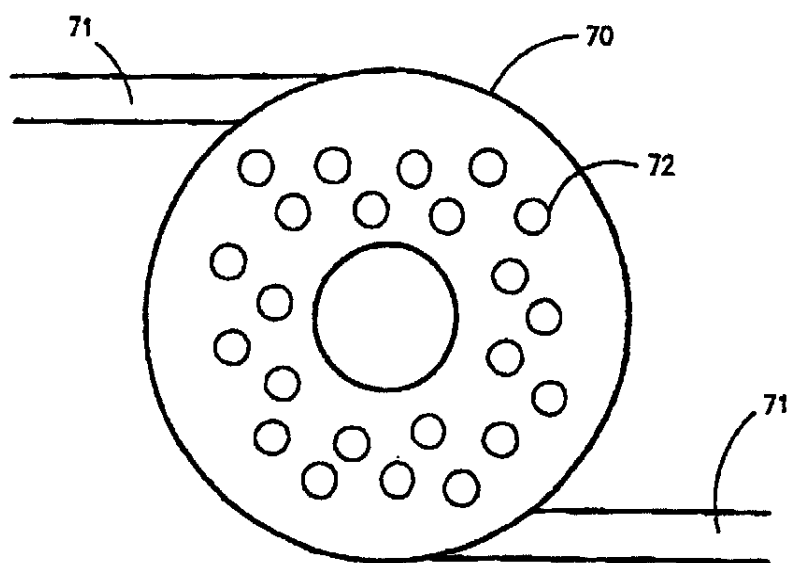
3 výkresy



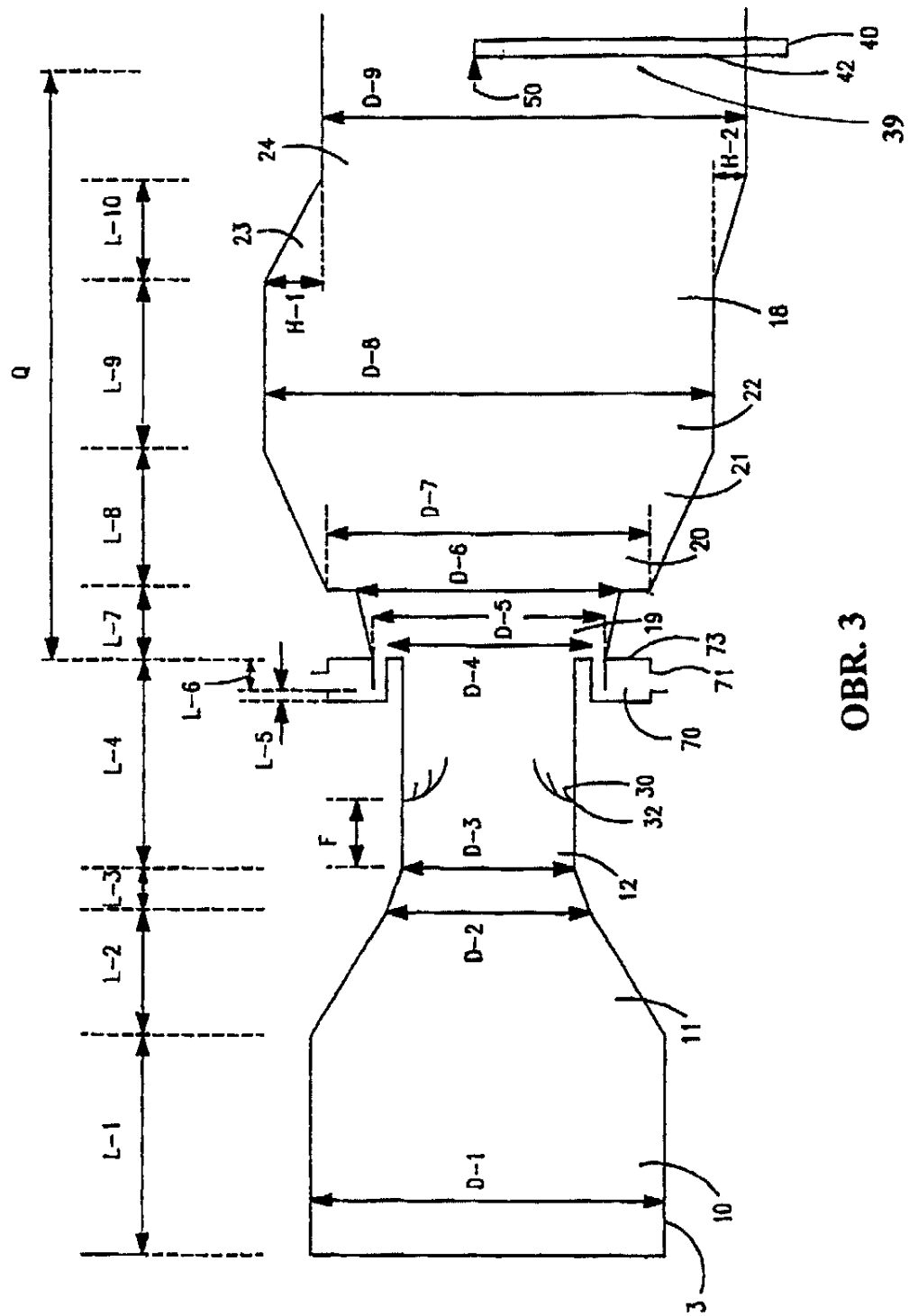
OBR. 1



OBR. 2a



OBR. 2b



OBR. 3

Konec dokumentu