

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 377 563**

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

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **04008123 .4**
- 96 Fecha de presentación: **02.04.2004**
- 97 Número de publicación de la solicitud: **1489145**
- 97 Fecha de publicación de la solicitud: **22.12.2004**

54 Título: **Procedimiento para la fabricación de negro de horno**

30 Prioridad:
24.04.2003 DE 10318527

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
28.03.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
28.03.2012

73 Titular/es:
**Evonik Carbon Black GmbH
Rodenbacher Chaussee 4
63457 Hanau, DE**

72 Inventor/es:
**Heinze, Volker;
Kopietz, Peter y
Mathias, Johann**

74 Agente/Representante:
Carpintero López, Mario

ES 2 377 563 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la fabricación de negro de horno.

La presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de negro de horno.

5 Los negros de horno se producen en grandes cantidades para las más diversas aplicaciones técnicas en reactores de hollín. Los reactores de hollín constan en general en cámara de combustión, cámara de mezcla y cámara de reacción dispuestas a lo largo del eje del reactor, que están conectadas entre sí y forman una ruta de flujo para los medios de reacción desde la cámara de combustión hasta la cámara de reacción, pasando por la cámara de mezcla. Para generar una temperatura elevada, en la cámara de combustión se quema un combustible, por lo general gas o aceite, con ayuda de un quemador y la adición de aire de combustión previamente calentado. En los gases de combustión calientes se pulveriza una materia prima para el hollín, que contiene carbono y que por lo general es líquida, por ejemplo aceite de hollín, con lo cual una parte de la materia prima para el hollín se quema y el resto se transforma en hollín y gas residual debido a la disociación térmica. Como materias primas para el hollín sirven por ejemplo hidrocarburos de composición con alta aromaticidad tales como aceites de alquitrán de carbón, residuos del craqueo de etileno y otros productos del petróleo.

15 Por lo general, la materia prima para el hollín se pulveriza o se inyecta en una cámara de mezcla configurada como una zona de estrangulamiento para conseguir, por medio de las grandes turbulencias de los gases de combustión que allí imperan, una mezcla intensa de la materia prima para el hollín con los gases de combustión calientes. Esta mezcla entra después en la cámara de reacción del hollín, que por lo general posee una sección ampliada en relación a la zona de estrangulamiento. En esta cámara de reacción se lleva a cabo el verdadero proceso de fabricación de hollín a partir de la formación de núcleos, con posterior crecimiento de los núcleos de hollín, y se detiene corriente abajo mediante el rociado de agua. Para esos efectos todos los componentes del reactor consisten en una camisa de acero con un revestimiento interior de material cerámica.

25 Los procesos físicos y químicos que se desarrollan durante la fabricación del hollín son muy complejos. El calor del gas de combustión se transfiere con gran rapidez a las gotitas pulverizadas de la materia prima para el hollín y conduce a una evaporación más o menos completa de las gotitas. Una parte de la materia prima para el hollín evaporada se quema en el excedente del aire de combustión. En estas condiciones se deshidrogenan las moléculas de la materia prima para el hollín y se forman núcleos de hollín. La formación de núcleos se restringe a un espacio delimitado, la zona de formación de núcleos, situado dentro de la cámara de reacción directamente después de la cámara de mezcla. En la zona corriente abajo de la cámara de reacción los núcleos de hollín crecen hasta dar partículas primarias esféricas o aciculares. Las partículas primarias se agrupan a su vez, en las condiciones reactivas de la cámara de reacción, para dar agregados mayores y firmemente unidos entre sí. La forma de este agrupamiento se designa por lo general como estructura del hollín.

35 Las magnitudes esenciales que influyen sobre la formación del hollín son el exceso de aire o de oxígeno en los gases de combustión, la temperatura de los gases de combustión y el tiempo de reacción o de tratamiento que comienza con el mezclado de la materia prima para el hollín con los gases de combustión hasta que se detiene la reacción debido al enfriamiento brusco con agua, que se rocía por medio de una boquilla situada en la zona corriente abajo de la cámara de reacción.

40 La temperatura de los gases de combustión se ajusta normalmente a un valor entre 1200 y 1900 °C. Cuanto más alta es la temperatura, tanto menor serán los agregados de hollín formados. El tiempo de tratamiento influye igualmente sobre la distribución de tamaños de los agregados. En los reactores de hollín conocidos se puede ajustar entre 1 ms y 1 s por medio de la velocidad de corriente y la colocación de la boquilla de enfriamiento brusco.

La totalidad del proceso de fabricación de hollín se conoce de Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, 4ª edición, volumen 14, páginas 633- (1977) y de Carbon Black, Science and Technology, Verlag Marcel Dekker, Inc., Nueva York.

45 El procedimiento conocido presenta la desventaja de que los negros de horno de color intenso sólo pueden conseguirse por medio de costosos tratamientos posteriores fuera del reactor del horno.

Es objetivo de la presente invención facilitar un procedimiento de fabricación de negros de horno de color intenso directamente en el reactor del horno.

50 Es objeto de la invención un procedimiento para la fabricación de negro de horno generando una corriente de gases de combustión calientes en una cámara de combustión, conduciendo los gases de combustión calientes a lo largo de un eje de flujo desde la cámara de combustión y a través de una zona de estrangulamiento del reactor hasta una zona de reacción, mezclando la materia prima para hollín con la corriente de gases de combustión delante, dentro o detrás de la zona de estrangulamiento del reactor y deteniendo la formación de hollín corriente abajo en la zona de reacción pulverizando agua, caracterizado porque axialmente a través del quemador de gas y dado el caso en las tubuladuras radiales de alimentación de aceite se inyecta vapor de agua y delante y/o detrás de la zona de estrangulamiento del

reactor se introduce negro perlado.

La temperatura en la cámara de combustión puede ascender a de 1000 a 2000 °C, de manera preferente de 1000 a 1700 °C. El quemador de gas puede estar dispuesto axialmente. El número de tubuladuras radiales de alimentación de aceite a las que se aplica vapor de agua puede ser de 1 a 8, de manera preferente de 2 a 4, de manera especialmente preferente

- 5 4. El vapor de agua aplicado en las tubuladuras radiales de alimentación de aceite puede contener compuestos de potasio o de sodio, por ejemplo carbonato potásico o sódico. Los compuestos de potasio o de sodio pueden usarse para ajustar la estructura del hollín. La cantidad total de vapor de agua puede ascender a de 100 kg/h hasta 10 t/h, de manera preferente de 1 t/h hasta 6 t/h. La cantidad de potasio o de sodio respectivamente puede ascender a de 0 a 50 kg/h, de manera preferente de 0 a 15 kg/h.
- 10 Como negro perlado se puede usar cualquier hollín conocido, como por ejemplo negro de horno, hollín de gas, negro de canal, negro de humo, negro térmico, negro de acetileno, hollín de plasma, hollines de inversión, conocidos del documento DE 195 21 565, hollines con contenido de Si, conocidos del documento WO 98/45361 o DE 19613796, u hollines con contenido metálico, conocidos del documentos WO 98/42778, hollín de arco voltaico y hollines que son subproductos de procesos de producción químicos. Como negro perlado se puede usar también hollín "off-spec" (hollín de deshecho).
- 15 El negro perlado se puede aplicar con un medio portador. Como medio portador puede usarse aire, nitrógeno, gas natural, gas de cola u otros componentes gaseosos.

El vapor de agua en las tubuladuras radiales de alimentación de aceite se puede pulverizar, a través de boquillas de pulverización o de inyección, de forma radial o hacia el interior de la corriente de gases de combustión.

- 20 El vapor de agua que se pulveriza de forma axial a través del quemador de gas se puede mezclar con los gases de combustión por medio de una lanza axial, en cuyo extremo se encuentran las boquillas de pulverización o de inyección.

Como boquillas de pulverización o de inyección se pueden usar tanto boquillas de una sustancia como de dos sustancias, pudiéndose aplicar en el caso de las boquillas de dos sustancias además de vapor de agua también vapor de agua con compuestos de potasio o de sodio.

- 25 Con el procedimiento de acuerdo con la invención se obtiene un negro de horno pigmentario de color intenso o un hollín de conductividad. En el tratamiento térmico y químico del negro de horno se origina un gas combustible.

La Fig. 1 muestra una forma de realización y detalles del reactor de negro de horno usado de acuerdo con la invención.

- 30 La Fig. 1 muestra el corte longitudinal de un reactor de negro de horno con lanza de gas axial. Está representada la cámara de combustión (1), la zona de estrangulamiento del reactor (2) y la zona de reacción (3). En el quemador de gas natural (5) se encuentra una lanza (4) axial a través de la cual se pulveriza vapor de agua. El aire de combustión se alimenta a través de la abertura (6) axial. A través de las tubuladuras radiales de alimentación de aceite (7) se puede alimentar más vapor de agua. La interrupción de la reacción se realiza pulverizando agua a través de boquillas de agua de extinción (8). El negro perlado (9) se aplica con o sin medio portador delante (A) o detrás (B o C) de la zona de estrangulamiento.

Ejemplo:

- 35 En un reactor de negro de horno según la Figura 1 se fabrica un hollín con los parámetros del reactor de la Tabla 1.

Tabla 1

Aire de combustión	[Nm ³ /h]	3000
Gas natural	[Nm ³ /h]	250
Cantidad total de vapor de agua	[kg/h]	3000
Carbonato potásico	[kg/h]	8
Temperatura de la cámara de combustión	[°C]	1500-1600
Inyección de hollín	[kg/h]	850
Posición de la inyección de hollín (delante de la zona de estrangulamiento)	[mm]	320
Temperatura detrás de la zona de estrangulamiento	[°C]	1400-1450

ES 2 377 563 T3

Inyector de aire	[Nm ³ /h]	200
Temperatura del extremo del reactor	[°C]	700

El hollín obtenido tiene las propiedades contenidas en la Tabla 2.

Índice de yodo	[mg/g]	DIN 53582	814
Superficie BET	[m ² /g]	ASTM D-4820	749
Superficie CTAB	[m ² /g]	ASTM D-3765	371
DBP	[ml/100g]	DIN 53601	235
Valor de pH	[-]	DIN EN ISO 787/9	6,2
Demanda de aceite	[g/100g]	DIN EN ISO 787/5	690
Valor My	[-]	DIN 55979	263
Tono	[%]	DIN EN ISO 787/16	120

5 Los hollines fabricados con el procedimiento de acuerdo con la invención tienen una gran superficie, una gran saturación del color (tono) y una gran intensidad de color (valor my).

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Procedimiento para la fabricación de negro de horno generando una corriente de gases de combustión calientes en una cámara de combustión, conduciendo los gases de combustión calientes a lo largo de un eje de flujo desde la cámara de combustión y a través de una zona de estrangulamiento del reactor hasta una zona de reacción, mezclando la materia prima para hollín con la corriente de gases de combustión delante, dentro o detrás de la zona de estrangulamiento del reactor y deteniendo la formación de hollín corriente abajo en la zona de reacción pulverizando agua, caracterizado porque axialmente a través del quemador de gas y dado el caso en las tubuladuras radiales de alimentación de aceite se inyecta vapor de agua y delante y/o detrás de la zona de estrangulamiento del reactor se introduce negro perlado.
- 10 2. Procedimiento para la fabricación de negro de horno de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el número de tubuladuras radiales de alimentación de aceite a las que se aplica vapor de agua es de 1 a 8.
- 3.- Procedimiento para la fabricación de negro de horno de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el vapor de agua inyectado en las tubuladuras radiales de alimentación de aceite contiene compuestos de potasio o de sodio.
- 4.- Procedimiento para la fabricación de negro de horno de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el negro perlado se aplica con un medio portador.
- 5.- Procedimiento para la fabricación de negro de horno de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado porque como medio portador se usa aire, nitrógeno, gas natural, gas de cola u otros componentes gaseosos.

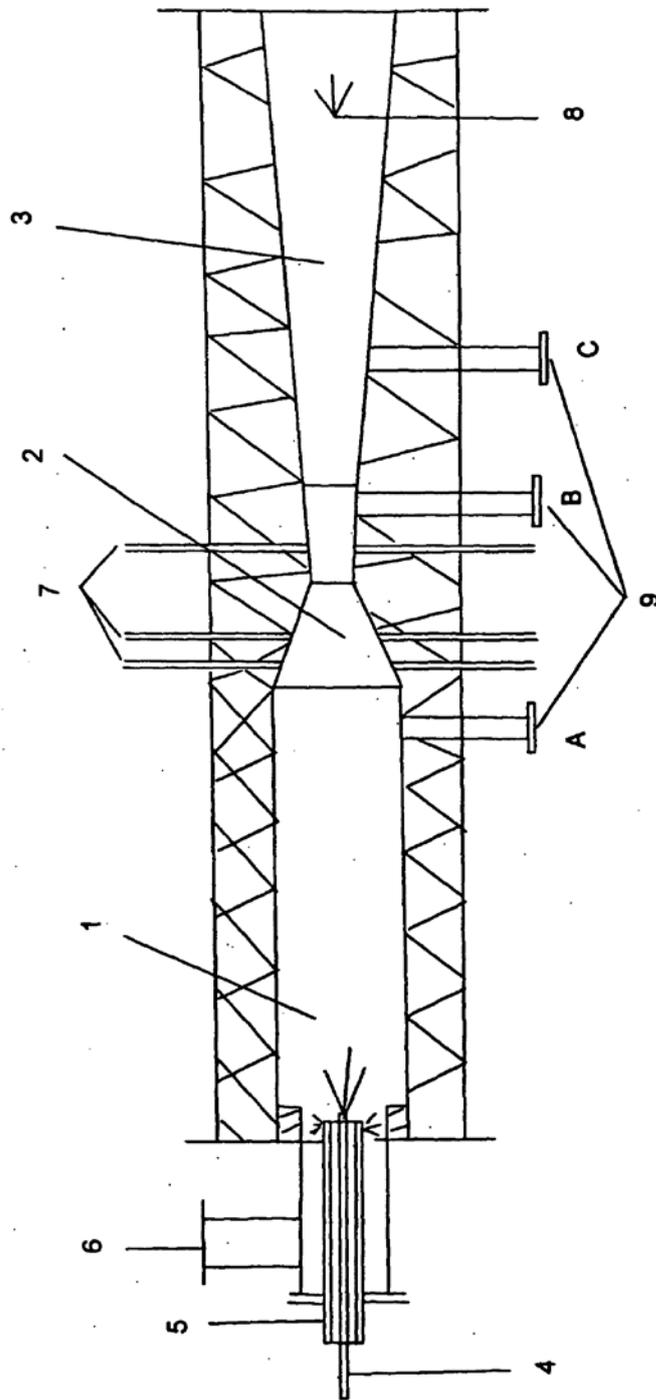


Figura 1