

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 001 521**

51 Int. Cl.:

C09C 1/50 (2006.01)

C08K 3/04 (2006.01)

C08L 21/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.08.2015** **PCT/EP2015/069720**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.03.2016** **WO16030495**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.08.2015** **E 15759714 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.11.2024** **EP 3186313**

54 Título: **Procedimiento para controlar la porosidad de negros de carbón**

30 Prioridad:

29.08.2014 EP 14182786

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

05.03.2025

73 Titular/es:

ORION ENGINEERED CARBONS GMBH
(100.00%)
Frankfurter Straße 60-68
65760 Eschborn, DE

72 Inventor/es:

VOGLER, CONNY;
TIMMERMANS, EDDY y
SCHINKEL, ARNDT-PETER

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 3 001 521 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 controlar la porosidad de negros de carbón

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento para controlar la porosidad de negros de carbón, a negros de carbón producidos de este modo y a un aparato para llevar a cabo el proceso de la presente invención.

Antecedentes de la invención:

- 10 Según los conocimientos generales de un experto en la técnica del negro de carbón, como se ilustra en "Carbon Black" editado por Jean-Baptiste Donnet *et al.*, segunda edición, Marcel Dekker, Inc., Nueva York (1993), páginas 35 a 39, en un proceso de horno para fabricar negro de carbón, la porosidad del negro de carbón se puede controlar mediante la posición de extinción del reactor de horno. Cuanto antes se extinga el negro de carbón recién formado, menor será su porosidad. La relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA se puede usar como medida de la porosidad. En el caso de los negros de carbón con granulometría fina, esta relación es igual o ligeramente inferior a la unidad para los negros de carbón de extinción muy corta (sin porosidad) y superior a la unidad para los producidos en una distancia de extinción más larga. Los negros de carbón de partículas muy finas presentan siempre cierta porosidad, ya que la extinción sólo puede colocarse en lugares fijos a lo largo del reactor. La posición óptima puede no estar siempre disponible. Como consecuencia, la reacción puede no terminar en el momento justo en que acaba de completarse la formación de negro de carbón. Además, los diferentes tiempos de residencia no sólo afectan a la porosidad, sino también a la química de superficie del negro de carbón. Las superficies de los negros de carbón de extinción corta son ricas en hidrógeno procedente de grupos CH o de grupos similares a los dobles enlaces olefínicos. Estas químicas de superficie pueden no ser deseables para todas las aplicaciones en las que se pueden usar normalmente los negros de carbón.

- 25 En las aplicaciones de neumáticos, los negros de carbón que tienen una elevada área de superficie y una baja porosidad pueden mejorar la resistencia al desgaste de los neumáticos. Por otro lado, si los negros de horno se producen como se ha descrito anteriormente con una distancia de extinción corta para conseguir un área de superficie elevada y una porosidad baja, la química de superficie resultante, en particular los grupos olefínicos de la superficie, llevan a tiempos de vulcanización muy cortos que perjudican la procesabilidad del compuesto de caucho.

- 30 Así, sigue existiendo la necesidad de un proceso para la producción de negros de carbón en donde se pueda controlar la porosidad del negro de carbón, particularmente reducirla, en un proceso de horno independiente de la posición de extinción para evitar la desventaja anterior de los negros de carbón de extinción corta. También es particularmente necesario disponer de negros de carbón que presenten una mejor resistencia al desgaste y procesabilidad del compuesto de caucho en la aplicación en neumáticos.

- 35 De acuerdo con la presente invención, la porosidad de los negros de carbón se puede controlar fácilmente, particularmente reducirla, en un proceso de horno mediante el ajuste de la relación estequiométrica del material combustible con respecto al O₂ al formar una corriente de gas de combustión para obtener un factor k inferior a 1,2 junto con el aumento de la concentración de gas inerte en el reactor limitando al mismo tiempo la cantidad de CO₂ alimentada al reactor.

- 40 El documento US 2009/0208751 divulga unos negros de carbón mesoporosos con áreas de superficie BET muy elevadas de 600 a 1800 m²/g y una relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA de 0,95 a 1,1.

- 45 El documento EP 2 778 202 A1 que es un documento del estado de la técnica de conformidad con el art. 54(3) EPC, divulga un negro de carbón que tiene un área de superficie BET de 134 m²/g y un área de superficie STSA de 127 m²/g.

- 50 En la técnica anterior, se propusieron procesos de producción de negro de carbón utilizando una combustión aproximadamente estequiométrica.

- 55 La patente de Estados Unidos 3.475.125 describe un proceso de producción de negro de carbón en donde, en la zona de reacción, se obtiene al menos una corriente de gas de combustión caliente quemando en una zona de combustión una primera mezcla combustible de un combustible de hidrocarburo y un oxidante, que contiene sustancialmente la cantidad estequiométrica de oxidante necesaria para la combustión de dicho combustible. Esa primera mezcla combustible se quema en presencia de vapor que está presente en cantidad suficiente para proteger al revestimiento refractario de dicha zona de combustión de una temperatura excesiva. Opcionalmente, se aplica a la zona de reacción al menos otra corriente de gases de combustión calientes que se obtiene quemando una segunda mezcla combustible de combustible de hidrocarburo y un oxidante que contiene una cantidad de oxidante, que es superior a la cantidad estequiométrica necesaria para la combustión de dicho combustible. Se describe que este proceso conduce a un mayor rendimiento de negro de carbón, al tiempo que protege los refractarios del horno de temperaturas excesivas.

- 65 La patente de Estados Unidos 4.294.814 divulga un proceso para la producción de negro de carbón de alta estructura mediante la introducción axial de una primera corriente de alimentación de hidrocarburos, mediante la introducción

circunferencial o tangencial de una segunda corriente de gases de combustión calientes en el reactor, de modo que se forme un vórtice de gases de combustión calientes alrededor de la primera corriente de alimentación de hidrocarburos, y mediante la introducción radial de una tercera corriente de gas en el reactor. De acuerdo con una realización preferente, una de la segunda y la tercera corriente que comprende gases de combustión resulta de una relación subestequiométrica entre los materiales combustibles y el oxígeno, mientras que la otra corriente de gases de combustión resulta de una relación sobreestequiométrica entre los materiales combustibles y el oxígeno, de modo que cuando se combinan ambas corrientes de gases de combustión se alcanzan condiciones estequiométricas globales con temperaturas muy elevadas en el centro del reactor, en donde la primera corriente de alimentación de hidrocarburos se alimenta sin contacto con las paredes del reactor. De acuerdo con las enseñanzas de este documento del estado de la técnica, de este modo se puede obtener un negro de carbón con una estructura muy elevada.

El documento EP-A 982 378 se refiere a un proceso de horno para producir negro de carbón en donde se forma una corriente de gas de combustión a alta temperatura y la concentración de oxígeno del gas de combustión en el punto en el que se introduce la materia prima es como máximo del 3 % en volumen. Se describe que la ventaja de hacer que la concentración de oxígeno sea lo más pequeña posible es que el tamaño de agregado de negro de carbón es pequeño y se suprimen los agregados que tienen un tamaño de partícula grande. Además, mediante este procedimiento se obtienen negros de carbón que tienen una distribución granulométrica estrecha.

El documento US 2002/0090325 aborda el problema de producir negro de carbón con un tamaño de partícula menor y una distribución granulométrica de los agregados más estrecha llevando a cabo una combustión perfecta del combustible a una temperatura lo más alta posible y una relación de aire próxima a 1, al tiempo que se limita el daño al refractario de la pared del reactor en la sección de combustión. Además, en la sección del estado de la técnica de esta referencia se analiza la solicitud de patente japonesa n.º 10-38215 que no está relacionada con la producción de negro de carbón. En esta referencia japonesa se divulga un método de combustión con quemador en donde la concentración de oxígeno es mucho menor que la del aire ordinario, al menos inmediatamente antes de la reacción de combustión, usando aire diluido, por ejemplo reciclando los gases de escape o diluyendo el aire con un gas inerte tal como el nitrógeno. En el documento US 2002/0090325 este concepto se ha considerado inadecuado para la producción de negro de carbón, ya que si se aplica un método de este tipo a un horno productor de negro de carbón, la producción de negro de carbón con calidad estabilizada puede resultar difícil. De manera adicional, la dilución de la concentración de oxígeno requiere un coste adicional para el equipo. Así, el documento US 2002/0090325 propone una estructura de horno en la que uno o varios puertos de alimentación de aire y uno o varios puertos de alimentación de combustible están dispuestos independientemente, espaciados entre sí en la primera zona de reacción, de modo que el aire de combustión y el combustible se inyectan individualmente en el horno y se queman en el horno. De este modo, se obtiene un negro de carbón con un tamaño de partícula pequeño y una distribución granulométrica de los aglomerados estrecha y se minimizan los daños al refractario de la pared del reactor en la sección de combustión.

La patente de Estados Unidos 7.655.209 se refiere a un proceso denominado "rico en combustible profundo" para producir negro de carbón en donde el gas de escape del reactor se usa preferentemente sin gas natural u otras corrientes de alimentación de gas combustible suplementarias con una corriente de gas oxidante que proporciona oxígeno en una cantidad inferior al 80 % de la estequiometría para generar un gas de combustión. Preferentemente, el gas de escape se precalienta, se deshidrata y, si fuera necesario, se elimina el dióxido de carbono. El contenido de hidrógeno y monóxido de carbono en los gases de escape del reactor se utiliza de este modo como material combustible. La ventaja del proceso es que mejora la economía de todo el proceso debido a un uso más completo de la materia prima empleada, reduciendo considerablemente de este modo los costes de las materias primas. A pesar de la enseñanza en la patente de Estados Unidos 7.665.209 para eliminar opcionalmente el dióxido de carbono de los gases de escape, la utilización de hidrógeno y monóxido de carbono como materia combustible predominante o única dará lugar a un aumento de la concentración de dióxido de carbono en el gas de combustión generado.

La patente de Estados Unidos 3.438.732 divulga un proceso para la producción de negro de carbón en donde los gases de cola del proceso de producción se tratan para eliminar hidrógeno, monóxido de carbono y agua y se reciclan posteriormente al proceso, preferentemente como gas de atomización para la materia prima negro de carbón. En ese caso, el gas inerte resultante del gas de cola consiste sustancialmente en nitrógeno y dióxido de carbono. De este modo, se puede aumentar el rendimiento del negro de carbón con respecto a la materia prima de negro de carbón.

La patente de Estados Unidos 6.391.274 y la patente de Estados Unidos 6.099.818 divulgan un proceso de horno para la producción de negro de carbón que comprende:

- alimentar una corriente de gas que contiene O_2 , una corriente de combustible que comprende material combustible a un reactor de horno;
- someter el material combustible a combustión en una etapa de combustión para obtener una corriente de gases de combustión calientes, en donde la corriente de gas que contiene O_2 , la corriente de combustible que comprende el material combustible se alimentan a la etapa de combustión en cantidades que proporcionan un factor k inferior a 1,2 y de 0,3 a 0,95, respectivamente, en donde el factor k se define como la relación entre el O_2 teóricamente necesario para la combustión estequiométrica de todo el material combustible en la etapa de combustión y el O_2 total alimentado a la etapa de combustión;
- poner en contacto una materia prima de negro de carbón con la corriente de gases de combustión calientes en

- una etapa de reacción para formar negro de carbón; y
- terminar la reacción de formación de negro de carbón en una etapa de terminación.

El documento US 2002/0090325 divulga un horno que comprende una línea para alimentar una corriente de combustible y una línea para alimentar un gas que contiene oxígeno a una zona de combustión. El gas que contiene oxígeno es preferentemente aire por su fácil disponibilidad.

Ninguno de los documentos de la técnica anterior aborda el problema del control de la porosidad, particularmente de reducir la porosidad del negro de carbón resultante. El único parámetro del producto que se divulga como influido por el régimen del proceso en algunas de las referencias del estado de la técnica anteriormente citadas es la influencia de la estequiometría de combustión en el tamaño de partícula y en la distribución granulométrica del negro de carbón resultante.

Así, el objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la producción de negro de carbón adecuado para controlar la porosidad del negro de carbón resultante, en particular para reducir la porosidad del negro de carbón.

Otro objeto de la presente invención es reducir simultáneamente de este modo el impacto medioambiental de un proceso de producción de negro de carbón. Es particularmente ventajoso si se puede reducir la concentración de gases perjudiciales para el medio ambiente como los NO_x , SO_x o el CO_2 en el gas de escape del reactor.

Sumario de la invención

Estos objetos se han alcanzado mediante un proceso de horno para la producción de negro de carbón que comprende:

- alimentar una corriente de gas que contiene O_2 , una corriente de combustible que comprende material combustible y, opcionalmente, una o más corrientes de gas adicionales a un reactor de horno;
- someter el material combustible a combustión en una etapa de combustión para obtener una corriente de gases de combustión calientes, en donde la corriente de gas que contiene O_2 , la corriente de combustible que comprende el material combustible y, opcionalmente, la una o más corrientes de gas adicionales se alimentan a la etapa de combustión en cantidades que proporcionan un factor k inferior a 1,2, en donde el factor k se define como la relación entre el O_2 teóricamente necesario para la combustión estequiométrica de todo el material combustible en la etapa de combustión y el O_2 total alimentado a la etapa de combustión;
- poner en contacto una materia prima de negro de carbón con la corriente de gases de combustión calientes en una etapa de reacción para formar negro de carbón;
- terminar la reacción de formación de negro de carbón en una etapa de terminación; en donde las corrientes combinadas alimentadas a la etapa de combustión contienen menos del 20,5 % en volumen de O_2 y menos del 3,5 % en volumen de dióxido de carbono basado en el volumen total de componentes gaseosos excluyendo los componentes combustibles alimentados a la etapa de combustión; y/o
- una corriente de gas inerte que comprende una cantidad combinada de componentes seleccionados de compuestos que contienen oxígeno de como máximo el 16 % en volumen se alimenta a al menos una de la etapa de reacción y la etapa de terminación.

Empleando el procedimiento de acuerdo con la presente invención se pueden producir negros de horno que tienen un área de superficie STSA de $140 \text{ m}^2/\text{g}$ a $350 \text{ m}^2/\text{g}$, en donde

- la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,1 si el área de superficie STSA está en el intervalo de $140 \text{ m}^2/\text{g}$ a $150 \text{ m}^2/\text{g}$,
- la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,2 si el área de superficie STSA es superior a $150 \text{ m}^2/\text{g}$ hasta $180 \text{ m}^2/\text{g}$,
- la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,3 si el área de superficie STSA es superior a $180 \text{ m}^2/\text{g}$; y

el área de superficie STSA y el área de superficie BET se miden según la norma ASTM D 6556.

Preferentemente, el negro de horno de la presente invención tiene un área de superficie STSA de $140 \text{ m}^2/\text{g}$ a $350 \text{ m}^2/\text{g}$ en donde

- la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,1, preferentemente inferior a 1,09 si el área de superficie STSA está en el intervalo de $140 \text{ m}^2/\text{g}$ a $150 \text{ m}^2/\text{g}$,
- la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,2, preferentemente inferior a 1,15 si el área de superficie STSA es superior a $150 \text{ m}^2/\text{g}$ hasta $180 \text{ m}^2/\text{g}$,
- la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,3, preferentemente inferior a 1,25 si el área de superficie STSA es superior a $180 \text{ m}^2/\text{g}$.

Además, la presente invención se refiere a un aparato para poner en práctica una realización preferente del

procedimiento de acuerdo con la presente invención que comprende

a) un reactor de horno que comprende

- 5 - una primera zona de reacción para generar una corriente de gases de combustión calientes y al menos una línea en conexión de flujo con la primera zona de reacción para alimentar una corriente de gas que contiene O_2 a la primera zona de reacción y al menos una línea en conexión de flujo con la primera zona de reacción para alimentar una corriente de combustible que comprende material combustible a la primera zona de reacción;
- 10 - una segunda zona de reacción para poner en contacto la corriente de gases de combustión calientes con la materia prima de negro de carbón aguas abajo de la primera zona de reacción y en conexión de flujo con ésta, y al menos una línea en conexión de flujo con la segunda zona de reacción para alimentar la materia prima de negro de carbón a la segunda zona de reacción; y
- 15 - una tercera zona de reacción para terminar la reacción de formación de negro de carbón aguas abajo de la segunda zona de reacción y en conexión de flujo con ésta, que comprende medios para extinguir la reacción de formación de negro de carbón; y

b) una unidad de suministro de gas inerte; y

- 20 c) al menos una línea que conecta la unidad de suministro de gas inerte al reactor o a cualquiera de las líneas de alimentación de material al reactor, a fin de alimentar una corriente de gas inerte al reactor,

en donde la unidad de suministro de gas inerte (9) se selecciona de una línea de suministro que conecta una instalación externa de producción de gas inerte con el aparato, una unidad de almacenamiento (9) o una unidad de separación de aire (9).

Descripción detallada de la invención

Los presentes inventores se dieron cuenta de que la porosidad de un negro de horno se puede controlar modificando el conocido proceso de horno.

En el proceso de la presente invención, una corriente de gas que contiene O_2 y una corriente de combustible que comprende material combustible se alimentan a la etapa de combustión en un reactor de horno. En la etapa de combustión, la corriente de combustible se somete a combustión para obtener una corriente de gases de combustión calientes. La etapa de combustión se lleva a cabo en una primera zona de reacción del reactor de horno que puede denominarse cámara de precombustión. La corriente de gases de combustión calientes obtenida de este modo tiene preferentemente una temperatura en el intervalo de 1000 a 2600 °C, preferentemente de 1200 a 2500 °C, más preferentemente de 1300 a 2400 °C y lo más preferentemente de 1500 a 2100 °C. La geometría de la cámara de precombustión no es crítica para el proceso de la presente invención y depende del tipo de reactor utilizado para el proceso. La geometría puede variar como es conocido por un experto en la materia para ajustar el proceso a otros requisitos que no son esenciales para la presente invención. Ejemplos de combustores adecuados se dan en los documentos EP2361954 A1, US6391274 B1, DE 19521565 A1, US 8.735.488 B2.

Debido a las altas temperaturas de los gases de combustión generados, la cámara de precombustión está revestida con un material refractario apropiado que puede ser fácilmente seleccionado por un experto en la materia en función de las temperaturas que se obtengan durante el proceso de la presente invención. Como alternativa, las paredes del reactor se pueden enfriar mediante una corriente de gas o de líquido.

Como corriente de combustible de acuerdo con la presente invención se puede utilizar cualquier material que sea combustible. Preferentemente, el flujo de combustible comprende hidrocarburos líquidos y/o gaseosos, el flujo de combustible contiene al menos el 50 % en peso, más preferentemente al menos el 70 % en peso, al menos el 90 % en peso, y lo más preferentemente el 95 % en peso de hidrocarburos. Particularmente preferente es el uso de gas natural. Opcionalmente, la corriente de combustible se puede precalentar antes de entrar en la zona de combustión.

Como corriente de gas que contiene O_2 se puede usar cualquier corriente de gas que comprenda gas oxígeno. Particularmente adecuado es el aire, el oxígeno o el aire enriquecido con oxígeno.

De acuerdo con la presente invención, la corriente de gas que contiene O_2 , la corriente de combustible y, opcionalmente, la corriente de gas inerte se alimentan a la etapa de combustión en el reactor de horno en cantidades que proporcionan un factor k inferior a 1,2, en donde el factor k se define como la relación entre el O_2 teóricamente necesario para la combustión estequiométrica de todo el material combustible en la corriente de combustible y el O_2 total en la etapa de combustión. Preferentemente, el factor k es de 0,15 a 1,2, más preferentemente de 0,3 a 1,15, aún más preferentemente de 0,75 a 1,15, de manera particularmente preferente de 0,85 a 1,1 y lo más preferentemente de 0,95 a 1,05. El experto en la materia apreciará que el factor k se puede calcular fácilmente a partir del contenido y tipo de material combustible en las corrientes de alimentación y el contenido de O_2 de las corrientes al reactor y sus caudales respectivos.

El límite superior del contenido de O_2 de las corrientes combinadas alimentadas a la etapa de combustión puede ser el 20, 19,5, 19, 18,5, 18, 17,5, 17, 16,5, 16, 15,5, 15, 14,5, 14, 13,5 o 13 % en volumen basado en el volumen total de componentes gaseosos excluyendo los componentes combustibles alimentados a la etapa de combustión. El límite inferior del contenido de O_2 de las corrientes combinadas alimentadas a la etapa de combustión puede ser el 1,0, 1,5, 2, 2,5, 3, 3,5, 4, 4,5, 5, 5,5, o 6 % en volumen basado en el volumen total de componentes gaseosos excluyendo los componentes combustibles alimentados a la etapa de combustión. El límite superior del contenido de CO_2 de las corrientes combinadas alimentadas a la etapa de combustión puede ser menos del 3, menos del 2,5, menos del 2,0, menos del 1,5, menos del 1,0, menos del 0,5 % en volumen basado en el volumen total de componentes gaseosos excluyendo los componentes combustibles alimentados a la etapa de combustión.

En el proceso de acuerdo con la presente invención los gases de combustión calientes generados en la etapa de combustión, es decir, la cámara de precombustión, se ponen en contacto en una etapa de reacción con la materia prima negro de carbón. En la etapa de reacción se produce la pirólisis de la materia prima de negro de carbón y se forma el negro de carbón. De acuerdo con la presente invención, la sección transversal del reactor de horno en la dirección del flujo detrás de la primera zona de reacción o cámara de precombustión se puede reducir o ampliar. La sección del reactor en la dirección del flujo detrás de la primera zona de reacción o cámara de precombustión puede formar la segunda zona de reacción donde se produce predominantemente la reacción de formación de negro de carbón. La segunda zona de reacción en general se expande desde el punto en el que el primer material de materia prima de negro de carbón entra en el reactor hasta el punto en que comienza la terminación de la reacción de formación de negro de carbón como se describe con más detalle a continuación. La longitud y la geometría reales de la segunda zona de reacción pueden variar en amplios intervalos en función del tipo de reactor empleado y de los requisitos específicos del proceso para el negro de carbón realmente producido.

En general, el material de materia prima de negro de carbón se puede alimentar a la etapa de reacción por cualquier medio adecuado. El material de materia prima de negro de carbón se puede inyectar radialmente, por ejemplo utilizando lanzas radiales, o axialmente utilizando una o más lanzas axiales en la segunda zona de reacción. Se puede emplear cualquier material que contenga carbono adecuado conocido por el experto en la materia para la producción de negro de carbón. La materia prima de negro de carbón adecuada se puede seleccionar entre hidrocarburos líquidos y gaseosos tales como aceites de alquitrán de hulla, aceites de craqueadores al vapor, aceites de craqueadores catalíticos, aceites naturales o gas natural. Es particularmente útil emplear los aceites líquidos que contienen hidrocarburos mencionados anteriormente como material de materia prima de negro de carbón.

En la etapa de terminación se termina la reacción de formación de negro de carbón. La terminación se puede efectuar aguas abajo de la segunda zona de reacción en una tercera zona de reacción que también se denomina zona de extinción. La terminación de la reacción de formación del negro de carbón se puede lograr por cualquiera de los medios conocidos por el experto en la materia. De este modo, el negro de carbón formado, así como los gases de escape del reactor, se enfrían y la reacción de formación de negro de carbón se termina. La refrigeración se puede lograr mediante intercambio de calor directo o indirecto, por ejemplo, usando paredes de reactor refrigeradas, una caldera de enfriamiento o extinción. Preferentemente, la extinción se consigue inyectando un líquido de enfriamiento adecuado. De acuerdo con la presente invención, también es adecuado que la sección transversal del reactor de horno en la zona de extinción sea mayor en comparación con la segunda zona de reacción. El líquido de enfriamiento se puede inyectar en varias posiciones del reactor de horno, en función de las propiedades deseadas del negro de carbón que se vaya a producir. El líquido de enfriamiento se puede inyectar axial y/o radialmente en diferentes posiciones del reactor. Por supuesto, también es posible usar cualquier combinación de los diferentes puntos de inyección posibles para el líquido de enfriamiento. Preferentemente, se usa agua como líquido de enfriamiento.

Una ventaja particular de la presente invención es que, para producir negros de carbón de baja porosidad, el proceso ya no está limitado a usar posiciones de enfriamiento en las proximidades de la segunda zona de reacción. Así, se puede producir una gama más amplia de negros de carbón con las propiedades deseadas, pero que siguen teniendo poca porosidad, puesto que la porosidad ya no viene determinada únicamente por la posición de enfriamiento, como bien saben los expertos en la materia, tal como se ha analizado anteriormente en la parte introductoria.

La mezcla de reacción que comprende el negro de carbón formado, así como los gases de escape del reactor después de abandonar la zona de extinción del reactor, se dirigen preferentemente a través de un intercambiador de calor. De este modo, la mezcla de reacción se enfría para permitir su procesamiento posterior, tal como la separación del negro de carbón formado de los gases de escape del reactor. Además, en el intercambiador de calor, el gas que contiene O_2 utilizado para quemar la corriente de combustible se puede precalentar con el fin de aumentar la eficiencia energética global del proceso. Se pueden utilizar uno o varios intercambiadores de calor para reducir la temperatura de la mezcla de reacción a un nivel adecuado para su posterior procesamiento.

Posteriormente, la mezcla de reacción se somete a una operación de separación gas/sólido para separar el negro de carbón de los gases de escape del reactor. Normalmente, se utilizan filtros para separar el negro de carbón de los gases de escape del reactor. A esto le pueden seguir otras etapas de tratamiento del negro de carbón obtenido y de los gases de escape del reactor.

El objeto de la presente invención, como se ha analizado anteriormente, se alcanza en comparación con un proceso

de horno convencional, ajustando el factor k para que sea inferior a 1,2 y aumentando la concentración de gas inerte en el reactor, al tiempo que se limita la cantidad de CO_2 alimentada al reactor.

Esto se consigue de acuerdo con la presente invención alimentando corrientes combinadas a la etapa de combustión que proporcionen menos del 20,5 % en volumen de O_2 y menos del 3,5 % en volumen de dióxido de carbono basado en el volumen total de componentes gaseosos excluyendo los componentes combustibles alimentados a la etapa de combustión. Como alternativa, una corriente de gas inerte que comprende una cantidad combinada de componentes seleccionados de compuestos que contienen oxígeno de como máximo el 16 % en volumen se alimenta a al menos una de la etapas de formación de negro de carbón y la etapa de terminación. Según entiende un experto en la materia, ambas medidas también pueden combinarse.

Como gas inerte se puede usar cualquier gas que no interfiera con el proceso de producción de negro de carbón en las condiciones de reacción que prevalecen dentro del reactor. Así, la corriente de gas inerte debe comprender una cantidad combinada de componentes seleccionados de los compuestos que contienen oxígeno de como máximo el 16 % en volumen. Límites superiores adecuados para la cantidad de compuestos que contienen oxígeno, son como máximo del 15 % en volumen, como máximo del 14 % en volumen, como máximo del 13 % en volumen, como máximo del 12 % en volumen, como máximo del 11 % en volumen, como máximo del 10 % en volumen, como máximo del 9 % en volumen, como máximo del 8 % en volumen, como máximo del 7 % en volumen, como máximo del 6 % en volumen, como máximo del 5 % en volumen, como máximo del 4 % en volumen, o como máximo del 3 % en volumen. Los límites inferiores de la cantidad de compuestos que contienen oxígeno pueden ser del 0,01 % en volumen, el 0,1 % en volumen, el 0,3 % en volumen, el 0,5 % en volumen, el 1 % en volumen, o el 2 % en volumen. En particular, la cantidad combinada de oxígeno molecular, cualquier tipo de compuestos oxidantes tales como óxidos de nitrógeno así como de agua, monóxido de carbono y dióxido de carbono debe controlarse para que esté por debajo de los niveles especificados. Los gases inertes adecuados se pueden seleccionar entre gases que contienen N_2 y comprenden al menos un 84 % en volumen de N_2 ; y amoníaco. Los gases que contienen N_2 son particularmente preferentes para su uso como gas inerte. Los gases adecuados que contienen N_2 comprenden el 84 - 99,9999 % en volumen de N_2 , más preferentemente el 90 - 99,99 % en volumen de N_2 , aún más preferentemente el 92 - 99,99 % en volumen de N_2 , lo más preferentemente el 95 - 99 % en volumen de N_2 .

Dado que los gases de escape del reactor contienen cantidades considerables de agua, CO y CO_2 , el gas de escape del reactor sólo se puede usar como gas inerte una vez que se hayan eliminado todos estos componentes por debajo de los niveles descritos anteriormente. En la mayoría de los casos, esto resulta poco atractivo desde el punto de vista económico. Por consiguiente, es preferente que el gas inerte no proceda los gases de escape del reactor.

De acuerdo con la presente invención, el gas inerte se puede alimentar directa o indirectamente a la etapa de combustión, la etapa de reacción, la etapa de terminación o cualquier combinación de las mismas. Por ejemplo, es posible combinar el gas inerte con la corriente de gas que contiene O_2 antes de precalentar la corriente de gas que contiene O_2 en el intercambiador de calor o con la corriente de gas que contiene oxígeno ya precalentada. Como alternativa, la corriente de gas inerte se puede alimentar directamente a la etapa de combustión. También es posible introducir el gas inerte en la etapa de reacción, por ejemplo, usándolo como gas de atomización para la materia prima negro de carbón. Por supuesto, también se pueden emplear combinaciones de los mismos. Es particularmente preferente la combinación de la corriente de gas inerte con la corriente de gas que contiene O_2 antes del precalentamiento.

En caso de que la corriente de gas inerte contenga O_2 y se alimente directa o indirectamente a la etapa de combustión, un experto en la técnica apreciará que el O_2 introducido en la etapa de combustión por la corriente de gas inerte debe tenerse en cuenta al calcular el factor k de acuerdo con la presente invención. Así, una corriente de gas inerte que contiene O_2 que se alimenta directa o indirectamente a la primera zona de reacción puede ser al menos parte de la corriente de gas que contiene O_2 para generar los gases de combustión calientes de acuerdo con la presente invención.

En lugar de o en combinación con la alimentación de una corriente de gas inerte al reactor, incluyendo todas las realizaciones descritas anteriormente, se puede alimentar a la etapa de combustión una corriente de gas que contiene O_2 y que tiene, en comparación con el aire, un contenido reducido de compuestos que contienen oxígeno. En esta realización, la corriente de gas que contiene O_2 alimentada a la etapa de combustión comprende una cantidad combinada de componentes seleccionados de compuestos que contienen oxígeno de menos del 20,5 % en volumen. En particular, la cantidad combinada de oxígeno molecular, cualquier tipo de compuestos oxidantes tales como óxidos de nitrógeno así como de agua, monóxido de carbono y dióxido de carbono debe controlarse para que esté por debajo de los niveles especificados. Por supuesto, la corriente de gas que contiene O_2 debe contener suficiente oxígeno para mantener la combustión de la corriente de combustible y obtener el factor k de acuerdo con la presente invención. Además, si el contenido de gas oxígeno es demasiado bajo, el proceso puede resultar poco rentable, ya que a continuación se requieren caudales elevados de la corriente de gas que contiene O_2 para ajustar el factor k dentro de los límites de la presente invención. Así, el contenido de O_2 en el gas que contiene O_2 para esta realización es preferentemente del 1 al 20,5 % en volumen. Los límites superiores adecuados para el contenido de O_2 en el gas que contiene O_2 son el 20, 19,5, 19, 18,5, 18, 17,5, 17, 16,5, 16, 15,5, 15, 14,5, 14, 13,5 o 13 % en volumen. El límite inferior del contenido de O_2 en el gas que contiene O_2 puede ser el 1,0, 1,5, 2, 2,5, 3, 3,5, 4, 4,5, 5, 5,5 o 6 % en

volumen.

Un factor k próximo a la combustión estequiométrica de la corriente de combustible conduce a temperaturas de los gases de combustión calientes resultantes que son considerablemente más altas en comparación con un esquema de combustión rico en oxígeno con un factor k bajo. La alimentación del gas inerte directa o indirectamente en la primera zona de reacción y/o la utilización de una corriente de gas que contiene O_2 y tiene un contenido reducido de compuestos que contienen oxígeno, es decir, a la cámara de precombustión, tiene la ventaja adicional de que la temperatura de los gases de combustión calientes se reduce de este modo en cierta medida a fin de limitar la tensión térmica del revestimiento de material refractario del reactor.

El gas inerte es preferentemente nitrógeno. El nitrógeno se puede proporcionar al proceso de la presente invención desde cualquier fuente disponible. También es posible usar gas nitrógeno de baja pureza siempre que la cantidad combinada de componentes seleccionados entre los compuestos que contienen oxígeno sea inferior al 16 % en volumen. Así, también es posible usar gases de proceso enriquecidos con nitrógeno procedentes del proceso del negro de carbón o de otros procesos industriales, siempre que se purifiquen hasta el punto de cumplir los límites de compuestos que contienen oxígeno definidos anteriormente. Pero tal como se ha mencionado anteriormente, se prefiere no utilizar un gas inerte procedente de los gases de escape del reactor del proceso de producción de negro de carbón. Los paquetes de contenedores de gas inerte o los tanques de almacenamiento de gas inerte se pueden conectar mediante líneas con las ubicaciones apropiadas del reactor de horno empleado en el proceso de la presente invención en los puntos de alimentación adecuados, como se ha analizado anteriormente. Como alternativa, el gas inerte, preferentemente nitrógeno, se puede alimentar a través de tuberías desde instalaciones externas de producción de gas inerte al proceso de acuerdo con la presente invención.

Preferentemente, el nitrógeno se produce separando el nitrógeno del aire mediante cualquier tipo de proceso de separación de aire conocido por el experto en la materia. Entre los procesos económicos y fácilmente disponibles que son adecuados para producir nitrógeno con la pureza requerida se incluyen los procesos de adsorción por oscilación de presión y los procesos de separación con membrana. El proceso de adsorción por oscilación de presión es particularmente preferente. De este modo, el aire presurizado se alimenta a una unidad de adsorción por oscilación de presión en donde el oxígeno se adsorbe a alta presión en el intervalo de 0,8-1,2 MPa (8 a 12 bar), preferentemente de aproximadamente 1 MPa (10 bar) en un tamiz molecular de carbono. De este modo, se obtiene nitrógeno de pureza adecuada (del 92 al 99,99 % en volumen de N_2 , preferentemente del 95 al 99 % en volumen de N_2). Este nitrógeno se puede usar a continuación como gas inerte en el proceso de la presente invención. El oxígeno adsorbido se desorbe del tamiz molecular de carbono a presión ambiente (aproximadamente 0,1 MPa (1 bar)) o a presión reducida. El oxígeno así obtenido se puede usar en posibles etapas posteriores de la producción de negro de carbón. Como alternativa, el oxígeno se puede usar en un proceso distinto al de producción de negro de carbón.

Así, la presente invención también se refiere a un aparato en donde una unidad de suministro de gas inerte, que es una línea de suministro que conecta una instalación externa de producción de gas inerte al aparato, una unidad de almacenamiento o una unidad de separación de aire, preferentemente, una unidad de adsorción por oscilación de presión o una unidad de separación con membrana para separar el aire en una corriente de gas inerte que contiene nitrógeno y una corriente de gas enriquecido con oxígeno, está conectada a un reactor de horno o a cualquiera de las líneas de alimentación del gas que contiene O_2 , la corriente de combustible, la materia prima de negro de carbón o el material de enfriamiento al reactor para alimentar gas inerte al reactor.

De acuerdo con una realización preferente, el aparato comprende al menos una unidad de intercambio de calor para precalentar la corriente que contiene O_2 con la mezcla de reacción caliente que sale del reactor de horno. La unidad de suministro de gas inerte, preferentemente, la unidad de adsorción por oscilación de presión o la unidad de separación con membrana está conectada a través de una línea de alimentación del gas inerte a la línea de alimentación de la corriente que contiene O_2 antes de entrar en el intercambiador de calor.

Usando el proceso de la presente invención se pueden producir negros de horno que a pesar de su gran área de superficie externa (área de superficie STSA) tienen una baja porosidad. El área de superficie STSA es una medición de la superficie externa del negro de carbón que se correlaciona con el tamaño de las partículas. Cuanto más pequeñas sean las partículas de negro de carbón, mayor es el área de superficie externa. El área de superficie BET es una medición del área de superficie externa e interna. Como consecuencia, la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es un indicador de la porosidad de los negros de carbón. Si la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es aproximadamente 1, el negro de carbón no tiene porosidad. En general, particularmente con negros de carbón que tienen un tamaño de partícula pequeño y, por tanto, una gran área de superficie externa o área STSA, también la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA se desvía significativamente de la unidad, lo que indica que estos negros de carbón tienen una elevada porosidad. Así, resulta sorprendente que el proceso de la presente invención dé lugar a negros de carbón que tienen un gran área de superficie externa, pero aún así baja porosidad.

Los negros de horno de acuerdo con la presente invención tienen un área de superficie STSA de 140 m²/g a 350 m²/g, preferentemente de 140 m²/g a 300 m²/g, más preferentemente de 150 m²/g a 280 m²/g, lo más preferentemente de 160 m²/g a 250 m²/g.

Para los negros de horno de acuerdo con la presente invención, la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,1 si el área de superficie STSA está en el intervalo de 140 m²/g a 150 m²/g o de 140 m²/g a 150 m²/g, la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,2 si el área de superficie STSA está en el intervalo de 150 m²/g a 180 m²/g, y la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,3 si el área de superficie STSA es superior a 180 m²/g. Preferentemente, la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,09 si el área de superficie STSA está en el intervalo de 140 m²/g a 150 m²/g, la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,15 si el área de superficie STSA está en el intervalo de 150 m²/g a 180 m²/g, y la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,25 si el área de superficie STSA es superior a 180 m²/g.

Además, los negros de horno de acuerdo con la presente invención pueden tener un valor OAN de 100-150 ml/100 g

Un negro de horno particularmente preferente de acuerdo con la presente invención presenta un área de superficie STSA de al menos 140 m²/g en donde

- la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,09 si el área de superficie STSA está en el intervalo de 140 m²/g a 150 m²/g,
- la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,15 si el área de superficie STSA es superior a 150 m²/g hasta 180 m²/g,
- la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,25 si el área de superficie STSA es superior a 180 m²/g;

y un valor OAN en el intervalo de 100-150 ml/100 g.

Además, los negros de horno de la presente invención pueden tener un índice de yodo superior a 125.

Las propiedades del negro de carbón indicadas a lo largo de la presente solicitud se miden tal como sigue:

Área de superficie BET y área de superficie STSA según la norma ASTM D-6556 (2014)

OAN según la norma ASTM D-2414 (2013)

Índice de yodo según la norma ASTM D-1510 (2013)

Es otro resultado sorprendente el hecho de que el proceso de acuerdo con la presente invención permite no sólo el control, particularmente la reducción de la porosidad de los negros de carbón producidos por el proceso, sino también una reducción de la concentración de compuestos en el gas de escape del reactor, que se consideran perjudiciales para el medio ambiente. En particular, se puede reducir la concentración de NO_x y/o SO_x en los gases de escape, tal como se mostrará con los datos experimentales.

Otra ventaja del proceso de acuerdo con la presente invención es que la cantidad de negro de carbón formada con respecto al material de alimentación empleado puede aumentar considerablemente en comparación con los procesos de horno en los que no se aumenta la concentración de gas inerte en el reactor. Así, el proceso de la presente invención no sólo es adecuado para controlar, es decir para reducir, la porosidad de los negros de horno, sino que en combinación o como alternativa conduce a una mejora de la economía global del proceso indicada por el aumento del rendimiento del negro de carbón. De este modo, también mejora el equilibrio global de dióxido de carbono del proceso de acuerdo con la presente invención. Así, la presente invención también proporciona un proceso para aumentar el rendimiento de negro de carbón y para reducir las emisiones de CO₂ del proceso. Como consecuencia, se proporciona un proceso más económico y aceptable desde el punto de vista medioambiental para producir negro de carbón.

La presente invención se explicará ahora con más detalle haciendo referencia a las figuras y a los ejemplos.

La figura 1 muestra una representación esquemática del proceso y del aparato de acuerdo con la presente invención.

Tal como se representa en la figura 1, el proceso de acuerdo con la presente invención se lleva a cabo en un reactor de horno 1 que tiene en la dirección del flujo tres zonas de reacción distintas. A la primera zona de reacción 2, también denominada zona de combustión, se alimenta una corriente de combustible que comprende material combustible a través de la línea 5 y una corriente de gas que contiene O₂ a través de la línea 6. La corriente de combustible se somete a combustión en la primera zona de reacción 2 para proporcionar gases de combustión calientes. Como se muestra en la figura 1, el diámetro del reactor de horno se estrecha, formando una segunda zona de reacción 3 en donde la materia prima de negro de carbón entra en contacto con los gases de combustión calientes. La materia prima de negro de carbón se alimenta a través de la línea 7 a la segunda zona de reacción 3 en la parte estrecha del reactor de horno. Esto se puede lograr mediante una pluralidad de puertos de inyección dispuestos radialmente, como lanzas de aceite (no mostradas). Como alternativa, o además, el material de materia prima de negro de carbón también se puede inyectar en la segunda zona de reacción 3 a través de lanzas axiales. En la segunda zona de reacción 3 se

forma negro de carbón por descomposición de la materia prima de negro de carbón. La mezcla de reacción de la pirólisis producida de este modo entra en la tercera zona de reacción 4 que también se denomina zona de extinción. El material de enfriamiento se puede alimentar a una pluralidad de posiciones a través de la línea 8 de material de enfriamiento a la zona de enfriamiento. En la zona de extinción 4, la mezcla de reacción se enfría a una temperatura lo suficientemente baja como para terminar prácticamente la reacción de formación de negro de carbón. En este punto, la mezcla de reacción es una dispersión de partículas de negro de carbón en una fase gaseosa continua de los gases de reacción. La mezcla de reacción, después de salir del reactor de horno, se dirige a una (figura 1) o más de las unidades de intercambio de calor 11, para reducir aún más la temperatura de la mezcla de reacción. El calor que de este modo se retira de la mezcla de reacción se usa para precalentar la corriente de gas que contiene O_2 antes de entrar en la primera zona de reacción 2. La corriente de gas frío que contiene O_2 se alimenta a través de la línea 13 a la unidad de intercambio de calor 11 y la corriente de gas precalentado que contiene oxígeno se alimenta a través de la línea 6 a la primera zona de reacción 2.

La figura 1 muestra las posibles posiciones de alimentación de la corriente de gas inerte al reactor. Una posición adecuada es alimentar el gas inerte desde una unidad de almacenamiento de gas inerte o una unidad de producción 9 a través de la línea 10 a la línea 13 del gas frío que contiene O_2 antes de su entrada en el intercambiador de calor 11. Como se ha analizado anteriormente, la unidad 9 es preferentemente una unidad de adsorción por oscilación de presión. Como alternativa, el gas inerte se alimenta a través de la línea 10 a la línea 6 que alimenta la corriente de gas precalentado que contiene O_2 a la primera zona de reacción 2. También es posible alimentar la corriente de gas inerte a través de la línea 10 directamente al reactor 1 en la primera zona de reacción 2. Lo más preferentemente, la corriente de gas inerte se alimenta a través de la línea 10 a la línea 13 del gas frío que contiene O_2 antes de entrar en el intercambiador de calor 11.

La mezcla de reacción sólida/gaseosa enfriada que sale de la unidad de intercambio de calor 11 se dirige a una unidad de separación 14 donde las partículas de negro de carbón se recuperan de la mezcla de reacción. La unidad de separación 14 es preferentemente una unidad de filtrado. El negro de carbón sólido se conduce a continuación a una unidad de descarga 15 para su posterior procesamiento y almacenamiento. La fase gaseosa separada a continuación se dirige también a otras unidades de procesamiento para su enfriamiento y tratamiento gaseoso antes de ser liberada al medio ambiente.

En los ejemplos presentados se utiliza un aparato como el mostrado en la Figura 1, en donde la materia prima de negro de carbón se inyecta a través de 4 lanzas de aceite orientadas radialmente en la segunda zona de reacción 3. Como gas inerte se usa nitrógeno que se alimenta directamente a la línea 13 del gas frío que contiene O_2 antes de entrar en el intercambiador de calor 11, 12. Los parámetros del proceso y las propiedades de los negros de carbón obtenidos se muestran en la tabla 1.

Tabla 1

Ejemplo		CE1	E1	E2
Parámetro de proceso	Unidad			
Factor k		0,75	0,75	1,0
caudal de aire de combustión	Nm ³ /h	2302	2299	2302
temperatura del aire de combustión	°C	651	650	650
caudal de gas nitrógeno	Nm ³ /h	0	246,6	246,4
caudal de combustible (gas natural)	Nm ³ /h	178,0	177,8	237,5
materia prima de negro carbón	kg/h	493	493	493
temperatura de la lanza de aceite (A-D)	°C	116,5	116,5	116,4
corriente de preenfriamiento	l/h	657	656	656
corriente de posenfriamiento	m ³ /h	0,304	0,29	0,287
temperatura de salida del reactor	°C	795	794	795
temperatura de la cámara de precombustión medida por IR	°C	1786	1703	1828
fracción molar de CO en el gas de cola exento de agua ¹	%	13,03	11,1	9,09
flujo de azufre en el gas de cola ²	kg/h	1,8	1,8	1,6
Propiedades del negro de carbón				
Yodo	mg/g	207,1	180,7	166,6

(continuación)

Ejemplo		CE1	E1	E2
BET	m ² /g	186,7	159,8	146,3
STSA	m ² /g	147,7	139,3	134,4
BET: STSA		1,26	1,15	1,09
OAN	ml/100 g	142,1	140,2	153

¹ El gas de cola se extrae de la línea de producción y se filtra para eliminar el negro de carbón. Posteriormente, el gas de cola se enfría a + 4 °C para congelar el agua y después se hace pasar a través de pentóxido de fósforo para eliminar el agua por completo. La composición del gas de cola exento de agua se analiza con un analizador de gases Inficon 3000 Micro GC para obtener la fracción molar de CO. El analizador de gases Inficon 3000 Micro GC se calibra frecuentemente con un gas de referencia especificado.

² El flujo de azufre en el gas de cola se calcula mediante un balance de masas. El flujo de azufre del negro de carbón se resta del flujo de azufre de la materia prima. La diferencia es el flujo de azufre del gas de cola. El contenido de azufre de la materia prima y el negro de carbón se analiza con un analizador elemental CHNS "vario EL cube" de Elementar Analysensysteme GmbH. El flujo de azufre de la materia prima y el negro de carbón se calcula teniendo en cuenta los flujos de masa de la materia prima y el negro de carbón y la concentración de azufre en la materia prima y el negro de carbón.

REIVINDICACIONES

1. Un negro de horno que tiene un área de superficie STSA de 140 m²/g a 350 m²/g en donde

- la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,1 si el área de superficie STSA está en el intervalo de 140 m²/g a 150 m²/g,
- la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,2 si el área de superficie STSA es superior a 150 m²/g hasta 180 m²/g,
- la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,3 si el área de superficie STSA es superior a 180 m²/g; y

el área de superficie STSA y el área de superficie BET se miden según la norma ASTM D 6556.

2. El negro de horno de la reivindicación 1 que tiene un área de superficie STSA de 140 m²/g a 300 m²/g, preferentemente de 150 m²/g a 280 m²/g, más preferentemente de 160 m²/g a 250 m²/g.

3. El negro de horno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde

- la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,09 si el área de superficie STSA está en el intervalo de 140 m²/g a 150 m²/g,
- la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,15 si el área de superficie STSA es superior a 150 m²/g hasta 180 m²/g,
- la relación entre el área de superficie BET y el área de superficie STSA es inferior a 1,25 si el área de superficie STSA es superior a 180 m²/g.

4. El negro de horno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que tiene un valor OAN medido según la norma ASTM D2414 de 20 - 200 ml/100 g, preferentemente de 30 - 170 ml/100 g, más preferentemente de 100 - 170 ml/100 g.

5. Un proceso de horno para la producción de negro de carbón que comprende:

- alimentar una corriente de gas que contiene O₂, una corriente de combustible que comprende material combustible y, opcionalmente, una o más corrientes de gas adicionales a un reactor de horno;
- someter el material combustible a combustión en una etapa de combustión para obtener una corriente de gases de combustión calientes, en donde la corriente de gas que contiene O₂, la corriente de combustible que comprende el material combustible y, opcionalmente, la al menos una corriente de gas adicional se alimentan a la etapa de combustión en cantidades que proporcionan un factor k inferior a 1,2, en donde el factor k se define como la relación entre el O₂ teóricamente necesario para la combustión estequiométrica de todo el material combustible en la etapa de combustión y el O₂ total alimentado a la etapa de combustión;
- poner en contacto una materia prima de negro de carbón con la corriente de gases de combustión calientes en una etapa de reacción para formar negro de carbón;
- terminar la reacción de formación de negro de carbón en una etapa de terminación; en donde las corrientes combinadas alimentadas a la etapa de combustión contienen menos del 20,5 % en volumen de O₂ y menos del 3,5 % en volumen de dióxido de carbono basado en el volumen total de componentes gaseosos excluyendo los componentes combustibles alimentados a la etapa de combustión; y/o

una corriente de gas inerte que comprende una cantidad combinada de componentes seleccionados de compuestos que contienen oxígeno de como máximo el 16 % en volumen se alimenta a al menos una de la etapa de reacción y la etapa de terminación.

6. El proceso de la reivindicación 5, en donde el factor k es de 0,15 a 1,2, preferentemente de 0,3 a 1,15, más preferentemente de 0,75 a 1,15, aún más preferentemente de 0,85 a 1,1, lo más preferentemente de 0,95 a 1,05.

7. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 6 o 5, en donde las corrientes combinadas alimentadas a la etapa de combustión comprenden del 1,0 al 20,0, preferentemente del 2,5 al 19,5, más preferentemente del 5,0 al 19,0 % en volumen de O₂ y/o menos del 2,0, preferentemente menos del 1,0, más preferentemente menos del 0,5 % en volumen de dióxido de carbono basado en el volumen total de componentes gaseosos excluyendo los componentes combustibles alimentados a la etapa de combustión.

8. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, en donde la corriente de gas que contiene O₂ es aire opcionalmente enriquecido en oxígeno, o aire empobrecido en oxígeno.

9. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 5 a 8, en donde la fuente de combustible comprende gas natural.

10. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 5 a 9, en donde una corriente de gas inerte que comprende una cantidad combinada de componentes seleccionados de compuestos que contienen oxígeno de como máximo el 16 %

en volumen se alimenta a cualquiera de la etapa de combustión, la etapa de reacción, la etapa de terminación, a cualquiera de las líneas de suministro de la corriente de gas que contiene O₂, la corriente de combustible, la materia prima de negro de carbón o, si se utiliza un material de enfriamiento en la etapa de terminación, al material de enfriamiento o una combinación de los mismos, preferentemente

5 el reactor de horno comprende además un precalentador para la corriente de gas que contiene O₂ y la corriente de gas inerte se alimenta a la línea de suministro de la corriente de gas que contiene O₂ antes de entrar en el intercambiador de calor.

10 11. El proceso de una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 10, en donde el gas inerte se selecciona entre gases que contienen N₂ y comprende al menos el 84 % en volumen de N₂, y amoníaco, preferentemente la corriente de gas inerte comprende el 84 - 99,9999 % en volumen de N₂, más preferentemente el 90 - 99,99 % en volumen de N₂, aún más preferentemente el 92 - 99,99 % en volumen de N₂, lo más preferentemente el 95 - 99 % en volumen de N₂.

15 12. El proceso de una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 11 que comprende además la separación de aire en una unidad de separación de aire, preferentemente una unidad de adsorción por oscilación de presión o una unidad de separación con membrana en una corriente de gas que contiene nitrógeno y una corriente de gas enriquecida con oxígeno, en donde la corriente de gas que contiene nitrógeno se emplea como corriente de gas inerte y la corriente de gas enriquecida con oxígeno se utiliza opcionalmente en el proceso para la producción de negro de carbón.

20 13. Un aparato para poner en práctica el proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 12 que comprende

a) un reactor de horno (1) que comprende

25 - una primera zona de reacción (2) para generar una corriente de gases de combustión calientes y al menos una línea (6) en conexión de flujo con la primera zona de reacción (2) para alimentar una corriente de gas que contiene O₂ a la primera zona de reacción (2) y al menos una línea (5) en conexión de flujo con la primera zona de reacción (2) para alimentar una corriente de combustible que comprende material combustible a la primera zona de reacción (2);

30 - una segunda zona de reacción (3) para poner en contacto la corriente de gases de combustión calientes con la corriente de materia prima de negro de carbón aguas abajo de la primera zona de reacción (2) y en conexión de flujo con ésta, y al menos una línea (7) en conexión de flujo con la segunda zona de reacción (3) para alimentar la materia prima de negro de carbón a la segunda zona de reacción (3); y

35 - una tercera zona de reacción (4) para terminar la reacción de formación de negro de carbón aguas abajo de la segunda zona de reacción (3) y en conexión de flujo con ella, que comprende medios (8) para extinguir la reacción de formación de negro de carbón; y

b) una unidad de suministro de gas inerte (9); y

40 c) al menos una línea (10) que conecta la unidad de suministro de gas inerte (9) al reactor (1) o a cualquiera de las líneas de alimentación (5,6,7,8) de material al reactor, a fin de alimentar una corriente de gas inerte al reactor,

en donde la unidad de suministro de gas inerte (9) se selecciona de una línea de suministro que conecta una instalación externa de producción de gas inerte con el aparato, una unidad de almacenamiento (9) o una unidad de separación de aire (9).

45 14. El aparato de la reivindicación 13, que comprende además un precalentador (11) para la corriente de gas que contiene oxígeno y/o al menos una línea de alimentación (8) en conexión de flujo con la tercera zona de reacción para alimentar un material de enfriamiento a la tercera zona de reacción.

50 15. El aparato de una cualquiera de las reivindicaciones 13 o 14, en donde la unidad de separación de aire (9) es preferentemente una unidad de adsorción por oscilación de presión o una unidad de separación con membrana (9) y la unidad de suministro de gas inerte (9) está conectada a través de al menos una línea (10) para alimentar la corriente de gas inerte a cualquiera de

55 - la línea (13) para alimentar la corriente de gas que contiene O₂ antes de su entrada en el precalentador (11);

- la línea (6) para alimentar la corriente de gas que contiene O₂ aguas abajo del precalentador (11);

- la línea (5) para alimentar la corriente de combustible;

- la línea (7) para alimentar la materia prima de negro de carbón;

60 - si los medios para extinguir la reacción de formación de negro de carbón es una línea de alimentación de material de enfriamiento a la línea (8) para alimentar material de enfriamiento;

- la primera zona de reacción (2);

- la segunda zona de reacción (3);

- la tercera zona de reacción (4); o

una combinación de las mismas,

65 preferentemente a la línea (13) de alimentación de la corriente de gas que contiene oxígeno antes de su entrada en el precalentador (11).

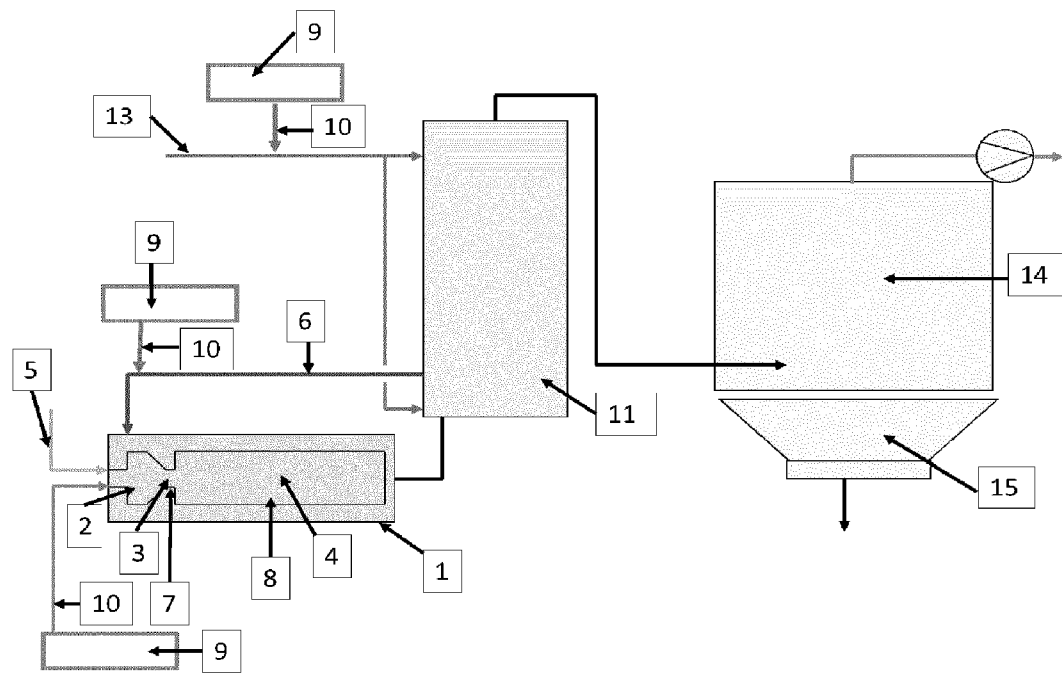


Fig. 1