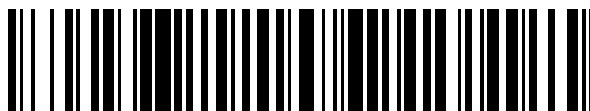


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 428 883**

51 Int. Cl.:

G01N 15/02 (2006.01)

G01N 3/56 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.05.2008** **E 08759845 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.07.2013** **EP 2153200**

54 Título: **Dispositivo y procedimiento para la determinación del comportamiento de transporte durante el transporte neumático de granulados**

30 Prioridad:

02.06.2007 DE 102007025928

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

12.11.2013

73 Titular/es:

**ORION ENGINEERED CARBONS GMBH (100.0%)
Hahnstrasse 49
60528 Frankfurt am Main, DE**

72 Inventor/es:

**STENGER, FRANK;
KARL, ALFONS;
MATHIAS, JOHANN;
RIEDEMANN, THOMAS;
SCHARFFENBERG-KAHLKE, RUDOLF y
ALDENHÖVEL, KARSTEN**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 428 883 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

Dispositivo y procedimiento para la determinación del comportamiento de transporte durante el transporte neumático de granulados

5 La invención se refiere a un dispositivo y a un procedimiento para la determinación del comportamiento de transporte durante el transporte neumático de granulados.

Durante el transporte neumático de granulados pueden aparecer una ruptura del granulado y un desgaste del granulado [Pahl, M. H., Lagern, Fördern und Dosieren von Schüttgütern, Verlag TÜV Rheinland, Köln, 1989, pág. 175 - 176].

10 Se sabe que el comportamiento de desgaste de los granulados puede determinarse mediante el esfuerzo por el tamizado o la medición de la dureza de gránulo individual [Ferch, H., Schriftenreihe Pigmente - Die Handhabung industriell erzeugter Ruße, Degussa Schriftenreihe, Frankfurt, 1987, pág. 74 - 75].

Estos procedimientos de determinación tienen la desventaja de que en parte se correlacionan mal con los resultados de medición después del transporte neumático en la producción.

15 Además, se sabe que el comportamiento de descomposición de partículas en procedimientos industriales, por ejemplo, en el lecho fluidizado, puede ser simulado en un conjunto de aparatos de transporte de laboratorio [Käferstein P., Mörl L., Dalichau J., Behns W., Anlage zum Schlussbericht des AiF-Projektes "Zerfallsverhalten von Partikeln in Wirbelschichten", Forschungsvorhaben-Nr. 11151 B, Magdeburg, 1999, pág. 17 - 21]. Este conjunto de aparatos está compuesto de una unidad de suministro de aire comprimido, una unidad de dosificación de sólidos, un tramo de transporte, un velocímetro de partículas, un espectrómetro de difracción de láser así como una unidad de succión y separación de polvo. A este respecto, la muestra de granulado a ser medida se introduce por medio de un transportador vibrante en el embudo de un inyector de sólidos conectado a continuación y así en una corriente de aire con un caudal definido. El granulado recorre el tramo de transporte y llega, en el flujo vertical, al tramo de medición del espectrómetro de difracción de láser. En la unidad de succión y separación de polvo pospuesta se separa la muestra de partículas solicitada.

25 Este procedimiento conocido de determinación tiene la desventaja de que ya con la alimentación del granulado (inyector de sólidos) se produce un desgaste y una ruptura del granulado, de modo que no es posible o está sujeta a errores una declaración precisa en cuanto al comportamiento de transporte en el tramo de transporte neumático. Otra desventaja del procedimiento conocido consiste en que para la caracterización de una muestra de granulado no solicitada se debe recurrir a una técnica externa de medición. Sin embargo, una comparación de la distribución de los tamaños de partículas de las muestras no solicitadas y las solicitadas constituye la base conocida para una declaración fiable sobre el comportamiento de desgaste de granulados durante el transporte neumático.

30 El documento EP0943913 A desvela el uso de un inyector Venturi para la medición de la distribución de los tamaños de partículas de un polvo. Los documentos US5816509 A y EP0178120 A desvelan inyectores Venturi para el transporte de un polvo.

35 El objetivo de la invención es proporcionar un procedimiento para la determinación del comportamiento de transporte durante el transporte neumático de granulados, en el que esté garantizada una alimentación de granulado sin destrucción. Un objetivo adicional de la invención es facilitar una alimentación adicional de muestra y, así, un punto de medición para la caracterización de la muestra no solicitada de granulado en condiciones comparables.

40 El objetivo de la invención es un procedimiento para la determinación del comportamiento de transporte durante el transporte neumático de granulados, en donde

(A) se alimenta la muestra de granulado en una ranura de transporte,

(B) se introduce la muestra de granulado después de la ranura de transporte por medio de un inyector en una corriente regulada de aire,

(C) la muestra de granulado fluye a través de un tramo de transporte y

45 (D) la muestra de granulado se mide en un espectrómetro de difracción de láser,

que está caracterizado porque en la etapa (B) se introduce la muestra de granulado a través de un inyector Venturi. A este respecto, la alimentación de la muestra en el inyector Venturi puede realizarse en el punto más estrecho del inyector.

El inyector Venturi puede tener una estructura de acuerdo con la figura 1:

50 D₁ Diámetro del tubo de entrada,
D₂ Diámetro del tubo Venturi,
D₃ Diámetro del tubo de salida,

- d₁ Diámetro del embudo de entrada,
- d₂ Diámetro del embudo de salida,
- H Altura del embudo,
- L₁ Longitud de entrada,
- L₂ Longitud de Venturi,
- L₃ Longitud de salida.

5

10

15

A este respecto, los diámetros de tubo D₁ y D₃ pueden presentar dimensiones entre 30 y 80 mm, preferentemente entre 40 y 50 mm, el diámetro de tubo D₂, dimensiones entre 10 y 30 mm, preferentemente entre 18 y 23 mm. La relación de D₂/D₁ o D₂/D₃ puede variar, a este respecto, entre 0,125 y 0,9, preferentemente entre 0,36 y 0,55. La longitud de la entrada L₁ puede estar entre 30 y 80 mm, preferentemente entre 40 y 60 mm, la longitud de Venturi L₂, entre 30 y 100 mm, preferentemente entre 60 y 80 mm. A este respecto, la relación L₁/L₂ puede adoptar valores entre 0,3 y 2,6, preferentemente entre 0,5 y 1. La longitud total L₃ del inyector puede estar entre 110 y 1000 mm, preferentemente entre 220 y 440 mm. Las dimensiones para el embudo pueden estar para el diámetro d₁ entre 25 y 150 mm, preferentemente entre 70 y 100 mm, y para el diámetro d₂ entre 5 y 20 mm, preferentemente entre 8 y 15 mm. A este respecto, la relación d₁/d₂ puede adoptar valores entre 1,25 y 30, preferentemente entre 4,5 y 12,5. La altura H del embudo puede estar entre 50 y 200 mm, preferentemente entre 100 y 150 mm.

El inyector Venturi puede producirse a partir de materiales mecanizables tales como aceros y plásticos, por ejemplo acero inoxidable o plexiglás. Las superficies exteriores e interiores del inyector pueden estar tratadas, por ejemplo, con acabado o acabado fino.

20

25

El granulado puede comprender pigmentos y cargas tales como hollines, por ejemplo, negro de horno, negro de gas, negro de lámpara o negro de humo térmico, negro de canal, negro de plasma, negro de arco voltaico, negro de acetileno, negro de inversión, conocido por el documento DE 19521565, hollín con contenido de Si, conocido por el documento WO 98/45361 o el documento DE 196113796, hollín con contenido metálico, conocido por el documento WO 98/42778 u hollín con contenido de metales pesados, tal como se produce por ejemplo durante la producción de gas de síntesis como producto secundario, dióxidos de titanio, ácidos silícicos, por ejemplo ácido silícico precipitado o pirógeno, carbonatos, boratos, granulados de plástico, por ejemplo polimetilmetacrilato, poliéster, poliácridatos, poliamidas o poliéter, así como compuestos y mezclas de las sustancias mencionadas. Las sustancias mencionadas de los granulados pueden estar tratadas posteriormente o pueden estar modificadas superficialmente, por ejemplo, oxidadas o revestidas.

30

Además, los granulados pueden estar granulados en húmedo, en seco, en aceite o en cera. Como líquido de granulación se pueden usar agua, silanos o hidrocarburos, por ejemplo bencina o ciclohexano, con o sin adición de aglutinantes, por ejemplo, melaza, azúcar, sulfonatos de lignina así como numerosos otras sustancias solas o en combinación entre sí.

35

El granulado puede estar presente en el intervalo de tamaño de partícula entre 0,1 µm y 5 mm, preferentemente entre 50 µm y 5 mm.

40

El tramo de transporte puede presentar diámetros entre 30 y 60 mm, preferentemente entre 40 y 50 mm y longitudes entre 500 y 3000 mm. Como tramos de transporte pueden usarse diferentes geometrías de tubo, por ejemplo, codos, bucles y placas deflectoras así como sus combinaciones. El tramo de transporte puede estar producido a partir de materiales mecanizables tales como aceros y plásticos, por ejemplo acero inoxidable, plexiglás o materiales para mangueras, tales como por ejemplo polipropileno. A este respecto, las superficies interiores del tramo de transporte pueden estar tratadas, por ejemplo, estratificadas, pulidas, tratadas con chorro de arena o revestidas.

Como corriente de gas portador es posible usar diferentes gases, preferentemente aire. La corriente de gas portador puede estar cargada con diferentes líquidos, por ejemplo agua. La corriente de gas portador puede estar cargada con cantidades de 0 a 20 g de líquido/kg de aire.

45

La temperatura de la corriente de gas portador puede variar entre 5 y 100 °C, preferentemente entre 20 y 40 °C. Los caudales del gas portador pueden variar entre 5 y 600 m³/h, preferentemente entre 10 y 400 m³/h.

50

El aparato de medición de difracción de láser puede estar equipado con un sistema de lentes ópticas, una disposición de detector y una configuración láser de manera que sea posible detectar distribuciones de tamaños de partículas en el intervalo de tamaños de 0,1 µm a 5 mm. La difracción de la luz del láser resulta de la interacción de la luz con las partículas y se puede describir matemáticamente con la teoría de Fraunhofer o de Mie. La captación de la distribución de la intensidad de la luz difractada en las partículas se realiza generalmente con la ayuda de un fotodetector de elementos múltiples. A fin de obtener una iluminación óptima de las partículas a través de una onda plana de luz se usan por ejemplo láseres de HeNe con una longitud de onda de 632,8 nm con un resonador largo y un filtro espacial en la unidad de ensanchamiento del haz.

55

La figura 2 muestra la estructura de un conjunto de aparatos de transporte de laboratorio de acuerdo con la invención:

- 1 tramo de esfuerzo de ranura de vibración,

- 5 2 medición de referencia de ranura de vibración,
 3 inyector Venturi,
 4 espectrómetro de difracción de láser,
 5 válvula de regulación de la corriente de aire,
 6 caja de aire de escape,
 7 tramo de esfuerzo.

Un objeto adicional de la invención es un dispositivo para la determinación del comportamiento de transporte durante el transporte neumático de granulados que contiene

- una ranura de transporte (1) para la alimentación de granulados al tramo de transporte,
- 10 • una ranura de transporte (2) para la alimentación de granulados no solicitados al espectrómetro de difracción de láser,
- una válvula de regulación de corriente de aire (5),
- un inyector Venturi (3),
- un tramo de transporte (7), por ejemplo un bucle y/o arco, y
- 15 • un espectrómetro de difracción de láser (4).

El dispositivo puede estar conectado a una caja de aire de escape. El dispositivo puede estar rodeado por una caja de protección acústica.

20 El procedimiento de acuerdo con la invención tiene la ventaja de que la alimentación de las muestras delante del tramo de transporte se encuentra exenta de destrucción. El procedimiento de acuerdo con la invención tiene además la ventaja de que se puede caracterizar una muestra de granulado no solicitada en el espectrómetro de difracción de láser.

Ejemplos

Para los ejemplos se usa un espectrómetro de difracción de láser Sympatec HELOS/KF-Magic de la empresa Sympatec.

25 El inyector Venturi usado en los ejemplos es de acero inoxidable, las superficies interiores tienen un acabado fino y tiene las siguientes dimensiones: $d_1 = 31$ mm, $d_2 = 11$ mm, $H = 163$ mm, $D_1 = 44$ mm, $D_2 = 22$ mm, $D_3 = 44$ mm, $L_3 = 396$ mm, $L_1 = 55$ mm, $L_2 = 71$ mm.

Ejemplo 1: variación de los tipos de inyector

30 En el siguiente ejemplo se usa un tipo de hollín granulado en húmedo Purex HS 25 de la empresa Degussa GmbH con las propiedades indicadas en la tabla 1.

Tabla 1:

Magnitud de medición	Valor de medición	Procedimiento de determinación
CTAB	28,2 m ² /g	ASTM 3765
BET	30,6 m ² /g	DIN 66131/2
DBP	123,5 ml/100 g	DIN 53601
Q3,10	290 μm	ISO 133322-2
Q3,50	849 μm	ISO 133322-2
Q3,90	1762 μm	ISO 133322-2

35 Respectivamente 15 g de un hollín granulado en húmedo se llevan a través de la ranura de transporte y a través de diferentes inyectores (véase las figuras 3, 4 y 5 con A: suministro de aire, B: suministro de granulado, C: tubo) al tramo de transporte. A este respecto, la velocidad del aire en el tubo de transporte (diámetro nominal 44 mm) se ajusta en 14 m/s. La potencia de dosificación de la ranura de transporte se selecciona de manera que se ajusta una carga de 150 g de hollín/kg de aire en la corriente del gas de transporte. Como tramo de transporte se usa un bucle con un arco de 360° y un codo posterior de acuerdo con la figura 2. En el espectrómetro de difracción de láser pospuesto, las distribuciones resultantes de la intensidad se miden, se evalúan y se transforman en una distribución de tamaños de partículas. A partir de las distribuciones de los tamaños de partículas se pueden determinar las partes en masa con tamaños de partículas < 125 μm. A este respecto se obtienen los valores medidos en la tabla 2.

Tabla 2:

Tipo de inyector	Parte en masa < 125 µm
Inyector de hendidura anular de acuerdo con la figura 3	79,8 %
Tobera + tubo de acuerdo con la figura 4	48,1 %
Tobera, 10,5 mm de acuerdo con la figura 5	41,2 %
Inyector Venturi de acuerdo con la figura 1	37,0 %

5 A este respecto, la parte en masa de los granulados con un tamaño < 125 µm sirve como medida para la destrucción del granulado. Asumiendo una sollicitación igual de las muestras en el tramo de sollicitación, esta magnitud es al mismo tiempo una medida para la sollicitación de la muestras en el inyector. A este respecto, el inyector Venturi muestra la menor destrucción del granulado durante la alimentación de las muestras.

Ejemplo 2: reproducibilidad de las mediciones

En el siguiente ejemplo se usa un tipo de hollín granulado en húmedo Purex HS 25 de la empresa Degussa GmbH con las propiedades indicadas en la tabla 3.

Tabla 3:

Magnitud de medición	Valor de medición	Procedimiento de determinación
CTAB	28,2 m ² /g	ASTM 3765
BET	30,6 m ² /g	DIN 66131/2
DBP	123,5 ml/100 g	DIN 53601
Q3,10	290 µm	ISO 133322-2
Q3,50	849 µm	ISO 133322-2
Q3,90	1762 µm	ISO 133322-2

10 Respectivamente 15 g del hollín se llevan a través de la ranura de transporte y el inyector Venturi al tramo de transporte. A este respecto, la velocidad del aire en el tubo de transporte (diámetro nominal 44 mm) se ajusta en 10, 12, 14 y 16 m/s. La potencia de dosificación de la ranura de transporte se selecciona de manera que se ajusta una carga de 27 g de hollín/kg de aire. Como tramo de transporte se usa un bucle con un arco de 360° y un codo posterior de acuerdo con la figura 2. En el espectrómetro de difracción de láser pospuesto, a partir de las distribuciones de tamaño de las partículas se determinan las partes en masa con tamaños de partículas < 125 µm.

15 Cada medición se repite tres veces y la desviación típica se determina de acuerdo con la siguiente fórmula

$$\sigma = \sqrt{\frac{n(\sum x^2) - (\sum x)^2}{n(n-1)}}$$

A este respecto se obtienen los resultados indicados en la tabla 4.

Tabla 4:

Velocidad del aire	Parte en masa < 125 µm	Desviación típica σ
10 m/s	14,8 %	0,96
	14,1 %	
	16,0 %	
12 m/s	24,7 %	0,46
	25,0 %	
	25,6 %	

14 m/s	36,3 %	
	37,0 %	
	37,1 %	0,44
16 m/s	50,9 %	
	50,5 %	
	50,6 %	0,21

A este respecto, el inyector Venturi muestra una reproducibilidad muy buena.

Ejemplo 3: uso de tipos de hollines granulados de modo diferente

En el siguiente ejemplo se usan 4 tipos de hollines granulados de modo diferente de la empresa Degussa GmbH con las propiedades indicadas en la tabla 5.

5

Tabla 5:

Tipo de hollín	1 Printex Alpha	2 Printex Alpha A	3 Printex ES 34	4 Purex HS 25
CTAB [m ² /g]	77,4	83,7		28,2
BET [m ² /g]	97,8	103,9		30,6
DBP [ml/100 g]	97,8	99	74,6	123,5
Q3,10 [µm]	157	196	163	290
Q3,50 [µm]	335	579	375	849
Q3,90 [µm]	655	949	1494	1762
Granulación	en seco	en húmedo	en aceite	en húmedo con coadyuvante de granulación

15 g del respectivo tipo de hollín se llevan a través de la ranura de transporte al tramo de medición del espectrómetro de difracción de láser y se determina la distribución de los tamaños de partículas de la muestra de granulado no solicitada.

10

15 g del respectivo tipo de hollín se llevan a través de la ranura de transporte y el inyector Venturi al tramo de transporte. A este respecto se ajusta la velocidad del aire en el tubo de transporte (diámetro nominal 44 mm) en 13 m/s. La potencia de dosificación de la ranura de transporte se selecciona de manera que se ajusta una carga de 27 g de hollín/kg de aire. Como tramo de transporte se usa un bucle con un arco de 360° y un codo posterior de acuerdo con la figura 2. En el espectrómetro de difracción de láser pospuesto, a partir de las distribuciones de los tamaños de las partículas se determinan las partes en masa de la muestra de granulado solicitada con tamaños de partículas < 125 µm. La Δ de parte en masa < 125 µm se obtiene a partir de la diferencia de las partes en masa de la muestra solicitada y la muestra no solicitada. Los valores de medición están indicados en la tabla 6.

15

Tabla 6:

Tipo de hollín	Parte en masa < 125 µm (muestra solicitada)	Δ de parte en masa < 125 µm
1	78,7 %	12,8 %
2	65,7 %	1,9 %
3	46,4 %	7,4 %
4	30,0 %	1,2 %

Como se observa en la tabla 6, con ayuda de la técnica de medición reivindicada se pueden comprobar diferentes procedimientos de granulación de manera diferenciada.

20

Ejemplo 4: caracterización de ácido silícico pirógeno

En el siguiente ejemplo se usa un ácido silícico pirógeno precompactado Aerosil 200 de la empresa Degussa GmbH con las propiedades mencionadas en la tabla 7.

Tabla 7:

Magnitud de medición	Valor de medición	Procedimiento de determinación
BET	200 m ² /g	DIN 66131/2
Q3,10	615,4 µm	ISO 133322-2
Q3,50	1521,2 µm	ISO 133322-2
Q3,90	2848,7 µm	ISO 133322-2

5 10 g del ácido silícico descrito se llevan a través de la ranura de transporte al tramo de medición del espectrómetro de difracción de láser y se determina la distribución de los tamaños de partículas de la muestra de granulado no solicitada.

10 10 g de los gránulos del ácido silícico descrito se llevan a través de la ranura de transporte y el inyector Venturi al tramo de transporte. A este respecto, la velocidad del aire en el tubo de transporte (diámetro nominal 44 mm) se ajusta entre 11 y 15 m/s. La potencia de dosificación de la ranura de transporte se selecciona de manera que se ajusta una carga de 27 g de ácido silícico/kg de aire. Como tramo de transporte se usa un bucle con un arco de 360° y un codo posterior de acuerdo con la figura 2. En el espectrómetro de difracción de láser pospuesto, a partir de las distribuciones de los tamaños de las partículas se determinan las partes en masa de la muestra de granulado solicitada con tamaños de partículas < 125 µm. La Δ de parte en masa < 125 µm se obtiene a partir de la diferencia de las partes en masa de la muestra solicitada y la muestra no solicitada. A este respecto se obtienen los valores de acuerdo con la tabla 8. La muestra no solicitada tiene una parte en masa < 125 µm del 0 %.

Tabla 8:

Velocidad del aire	Parte en masa < 125 µm (muestra solicitada)	Δ de parte en masa < 125 µm
0 m/s	0 %	0 %
11 m/s	2,8 %	2,8 %
13 m/s	4,8 %	4,8 %
15 m/s	7,8 %	7,8 %

20 Como se observa en el ejemplo descrito, la destrucción del granulado se puede caracterizar muy bien también con ácidos silícicos pirógenos con diferentes velocidades del aire.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la determinación del comportamiento de transporte durante el transporte neumático de granulados, en donde

- 5 (A) se alimenta la muestra de granulado en una ranura de transporte,
(B) después de la ranura de transporte se introduce la muestra de granulado por medio de un inyector en una corriente regulada de aire,
(C) la muestra de granulado fluye a través de un tramo de transporte y
(D) la muestra de granulado se mide en un espectrómetro de difracción de láser,

caracterizado porque en la etapa (B) se introduce la muestra de granulado a través de un inyector Venturi.

10 2. Dispositivo para la realización del procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que contiene

- 15
- una ranura de transporte (1) para la alimentación de granulados al tramo de transporte,
 - una ranura de transporte (2) para la alimentación de granulados no solicitados al espectrómetro de difracción de láser,
 - una válvula de regulación de corriente de aire (5),
 - un inyector Venturi (3),
 - un tramo de transporte (7) y
 - un espectrómetro de difracción de láser (4).

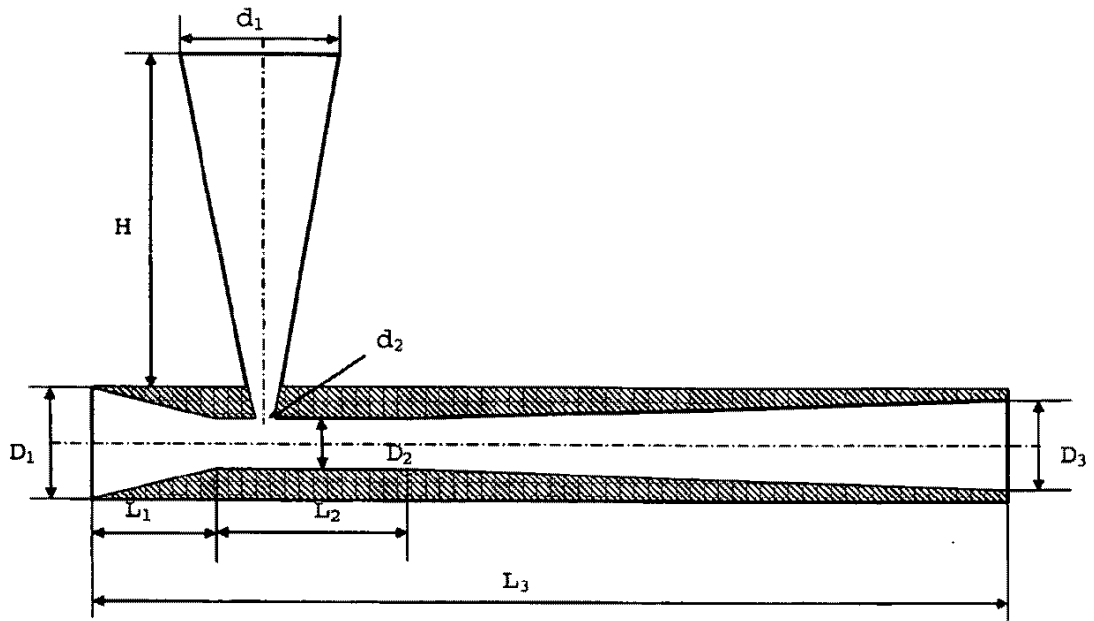


Figura 1 Inyector Venturi

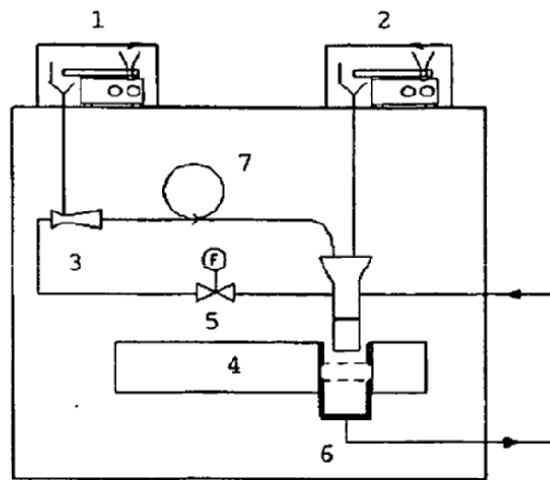


Figura 2 Estructura del conjunto de aparatos de transporte de laboratorio

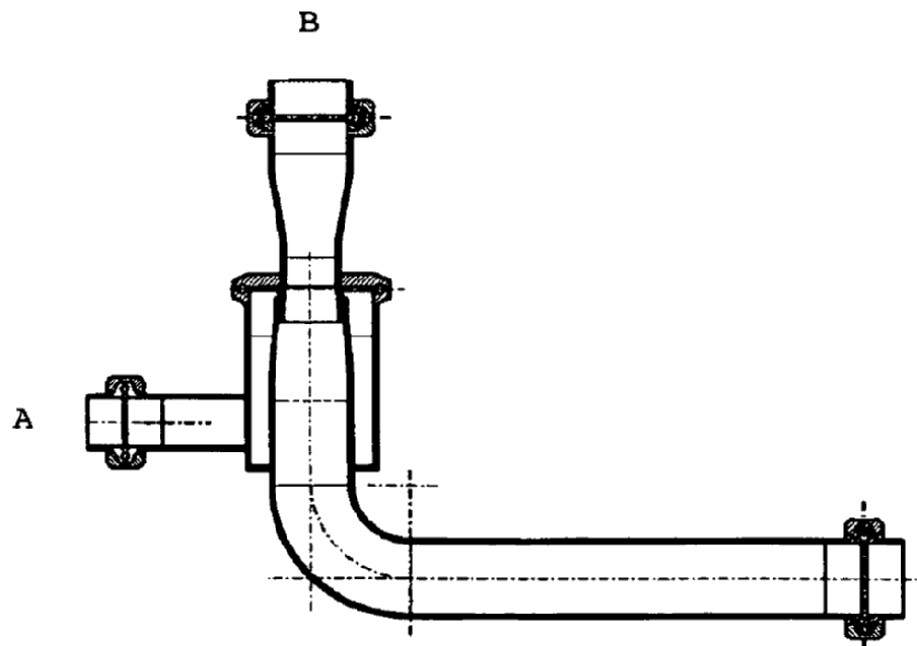


Figura 3 Inyector de hendidura anular

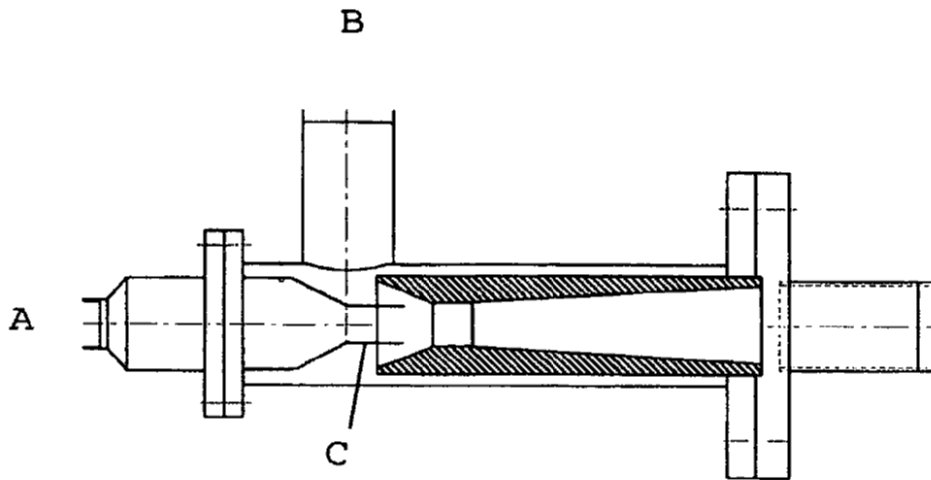


Figura 4 Inyector de tobera con accesorio de tubo

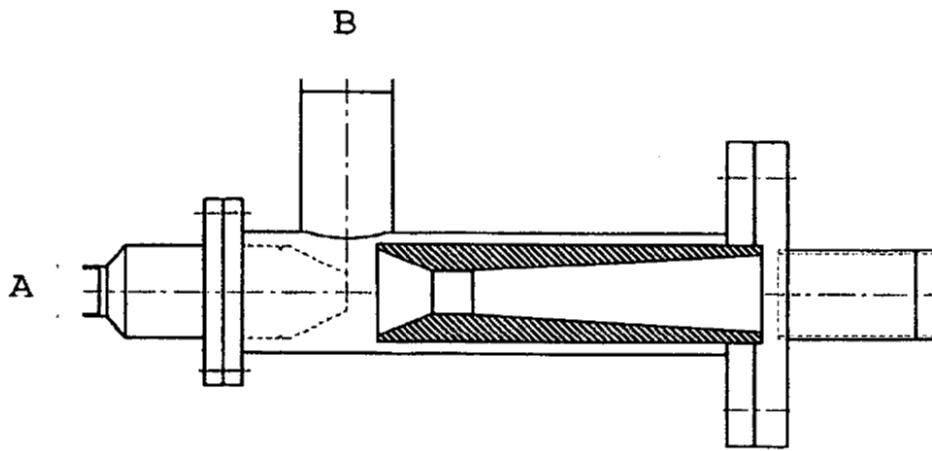


Figura 5 Inyector de tobera