



279350

MEMORIA DESCRIPTIVA
que se acompaña a la solicitud de un

PATENTE DE INVENCION

por VEINTE años en España, por "UN PROCEDIMIENTO
PARA PREPARAR NEGRO DE CARBON "

a favor de

UNITED CARBON COMPANY, INC. (MARYLAND)

domiciliado en HOUSTON, TEXAS, EE. UU.

INVENTOR: Ivan Ceresna, de nacionalidad estadounidense.



279350

Este invento se refiere al negro de carbón, Más particularmente, se refiere a la preparación del negro de carbón. Más particularmente todavía, se refiere a un método perfeccionado para controlar las propiedades del negro de carbón producido por la descomposición térmica de hidrocarburos.

La preparación de negros de carbón del tipo empleado para hornos por la descomposición térmica de hidrocarburos es bien conocida. En general, este método de preparación comprende la descomposición de un material proveedor de hidrocarburos por el calor generado de la combustión de una porción del hidrocarburo y/o por el sometimiento de éste al calor generado por la combustión substancialmente completa de un segundo, y generalmente diferente, combustible hidrocarburado. La composición del material proveedor de hidrocarburos, el tipo de inyección, del material proveedor, el régimen de alimentación del combustible hidrocarburado, la relación de oxígeno a combustible y el tiempo de reacción, son, entre otras, las variables que pueden influir en la producción así como en las propiedades caohoteras del negro de carbón producido. Aunque todas las variables anteriormente descritas influyen en las propiedades caohoteras del negro de carbón en alguna extensión el material proveedor de hidrocarburos parece ser una de las más, si no la más, importante variable a este respecto.

Así pues, durante mucho tiempo se ha creído, por ejemplo, que para modificar las propiedades en lo referente a esfuerzos y deformaciones del negro de carbón, especialmente módulo, sin entrar en ninguna forma de tratamiento posterior del negro de carbón, tal como la oxidación, era necesario sustituir el material proveedor de hidrocarburos. Las desventajas concomitantes a tal práctica se evidencian enseguida. En primer lugar, la obtención de un módulo predeterminado por tal método es estrictamente un procedimiento erróneo de simple tanteo. En segundo lugar, la capacidad de conservar exactamente un módulo predeterminado una vez que ha sido obtenido, depende necesariamente de una



279350

fuerza continuada de suministro del material proveedor seleccionado. Contrariamente, cualquier cambio deseado de módulo del negro de carbón producido requiere una sustitución del material proveedor de hidrocarburo. Sin embargo, aparte de estos factores el hecho más importante es que cualquier variación de módulo obtenida por sustitución del material proveedor es mínima en el mejor de los casos, y por lo general, va acompañada de un efecto adverso sobre la resistencia a la tensión y propiedades de alargamiento del negro de carbón.

Por consiguiente, ha subsistido una demanda de un método para modificar las propiedades cauchoterías, particularmente módulo, de los negros de carbón del tipo empleado en hornos. El objeto principal de este invento es proporcionar tal método. Otro objeto de este invento es proporcionar un método para variar el módulo de los negros de carbón del tipo empleado en hornos que no requiere la sustitución del material proveedor o un tratamiento posterior del negro de carbón. Otro objeto más de este invento es proporcionar un método perfeccionado para producir negros de carbón tipo de hornos que puede ser rápido y exactamente controlado de manera que produzca un negro de carbón de módulo, predeterminado. Otro objeto adicional de este invento es proporcionar un método perfeccionado para producir negros de carbón del tipo empleado en hornos que permita variaciones de módulo predeterminado sobre un margen considerado hasta ahora impracticable. Otro objeto es obtener tales variaciones sin afectar seriamente en sentido adverso a otras propiedades cauchoterías. Otro objeto más es proporcionar un método para producir negro de carbón de módulo controlado que puede practicarse sobre cualquier material proveedor de hidrocarburos y en cualquier reactor de negro de carbón de tipo empleado en hornos con poca, si alguna, supervisión adicional a la normalmente observada.

De conformidad con este invento, estos objetos han sido logrados de una manera particularmente eficaz. Sorprendentemente, ahora



79350

5 ha sido descubierto que el módulo del negro de carbón producido a -
partir de un específico material proveedor de hidrocarburos guarda -
relación con la cantidad de un agente controlador del módulo, según
este invento, presente durante la conversión del material proveedor
en negro de carbón. Así, en contraste con las prácticas preexistentes
en las que era necesario cambiar completamente los materiales pro-
veedores para efectuar siquiera una variación mínima de módulo o para
modificarlo por un tratamiento posterior del negro de carbón, ahora es
10 posible variar ampliamente el módulo del negro de carbón producido a
partir de cualquier material proveedor específico con solo variar el
contenido de agente controlador del módulo presente durante la con-
versión del material proveedor. Sin embargo, es más importante que
un módulo predeterminado pueda ser fácilmente obtenido y exactamente
conservado por el establecimiento inicial y mantenimiento continuado
15 del nivel del agente controlador del módulo durante la conversión. Una
vez que el nivel del agente controlador del módulo ha sido establecido
para un módulo predeterminado, se hace reaccionar el material proveedor
de hidrocarburos en presencia de aquél y los gases resultantes de la
reacción portadores de negro de carbón son tratados para recuperar el
20 negro de carbón, todo de una manera por lo demás convencional.

Una característica particular del método perfeccionado de este
invento es que es aplicable a cualquiera de los procedimientos comun-
mente empleados en la producción de negro de carbón de tipo empleado
en hornos. Así, aunque todos los negros de carbón del tipo empleado
25 en hornos son, en general, producidos por resquebrajamiento de un
hidrocarburo aprovechando el calor generado por la combustión de una
porción del hidrocarburo y/o por la combustión de un segundo hidro-
carburo, hay varios procedimientos de trabajo diferentes por los que
se obtiene este resultado. Estos varios procedimientos operativos di-
30 fieren principalmente en la manera en que se introducen los reactivos



79350

en el reactor y son bien conocidos por los expertos en el arte. Tales procedimientos así como cualesquiera otros por los que se logran resultados similares pueden ser rápidamente modificados por el método de este invento para producir los resultados perfeccionados de éste.

Similarmente, el hidrocarburo que ha de ser sometido a resquebrajamiento por cualquiera de los varios procedimientos operativos a que se puede aplicar el presente método perfeccionado puede ser ampliamente variado. Cualquier hidrocarburo, sea líquido o gaseoso, ya sea derivado de un origen petrolífero o no petrolífero, puede ser empleado. Tales hidrocarburos pueden tener contenidos alifáticos o aromáticos ampliamente variados. Representativos de estos hidrocarburos son metano, butano, pentano, gasoil, queroseno, hidrocarburos de la escala de ebullición de la gasolina, naftas pesadas y ligeras, aceites residuales y cíclicos derivados de una amplia variedad de operaciones de destilación y resquebrajamiento y reconstrucción etc.. Por material proveedor de hidrocarburos en el sentido usado aquí se entiende cualquiera de los antedichos. El combustible hidrocarburado empleado en cualquiera de los varios procedimientos a que se puede aplicar el presente método puede ser el mismo o diferente del material proveedor de hidrocarburos. No obstante, por lo general, será gas natural cuando se pueda disponer de él. El gas comburente empleado en los anteriores procedimientos puede variar pero generalmente será un gas portador de oxígeno tal como el aire, el aire enriquecido en oxígeno, el oxígeno o cualquier otro empleado en cantidades suficientes para completar la combustión del combustible hidrocarburado como es bien sabido en el arte.

El agente controlador del módulo empleado en el método perfeccionado en este invento es un metal alcalino-térreo. No obstante, de conformidad con este invento se ha observado que el bario es substancialmente ineficaz, de manera que para los efectos aquí expuestos, el término metal alcalino-térreo se refiere solamente al calcio y al estroncio.



279350

En la práctica del método perfeccionado el agente controlador del módulo se puede introducir en el reactor en su forma de elemento o en combinación química. Sin embargo, en la práctica el agente controlador del módulo será empleado generalmente en combinación química. En este aspecto del invento el agente controlador del módulo puede tomar la forma de varios compuestos inorgánicos tales como el borato, el carbonato, el sulfato, el siliciofluoruro, los haluros, etc., o estos pueden tomar la forma de compuestos orgánicos tales como, por ejemplo, las sales de varios ácidos carboxílicos.

Exactamente el por qué el resquebrajamiento de un material proveedor de hidrocarburos en presencia del presente agente controlador del módulo influye en el valor del módulo del negro de carbón resultante no se comprende claramente, ni hay ningún deseo de restringir el método de este invento por ninguna teoría particular de funcionamiento. No obstante, se ha demostrado claramente que una cantidad substancialmente despreciable de agente controlador presente durante la conversión de un material proveedor de hidrocarburos tiene efecto considerable sobre el módulo del negro de carbón resultante con mayor efecto sobre el módulo cuanto mayores sean las cantidades de agente controlador. En general, se puede decir que una cantidad de agente controlador tan pequeño como el 0,001% en peso del material proveedor demuestra una influencia sobre el módulo del negro de carbón resultante. La reducción de módulos más grandes se obtiene aumentando la cantidad de agente controlador del módulo hasta tanto como el 1,0% y aún más aunque en la práctica una cantidad de agente controlador del módulo mayor del 0,5% aproximadamente no será generalmente empleada. Y usualmente la cantidad oscilará desde aproximadamente 0,05 a 0,15% en peso. Otra ventaja de este invento es que el agente controlador del módulo se puede añadir en cualquiera de sus formas físicas. Además, se puede añadir solo o en combinación con uno o más de los reactivos.



79350

En la práctica del método del presente invento, el control del módulo es exactamente variado y mantenido sin efecto adverso sobre la producción o sobre otras propiedades cauchoteras. Esto es particularmente sorprendente en vista de los intentos, anteriores para variar el módulo, todos los cuales fueron generalmente acompañados o de producciones más pobres y/o de propiedades cauchoteras más pobres, particularmente resistencia a la tensión. Por consiguiente, es completamente inesperado en vista de los anteriores intentos para modificar el módulo que el presente invento permita rebajarlo hasta un nivel predeterminado sin un serio efecto sobre la producción o sobre otras propiedades cauchoteras.

La eficacia del método de este invento se explica mediante los siguientes ejemplos. El gas natural se emplea como combustible y el aire como el gas comburente portador de oxígeno, siendo los regimenes de alimentación de gas y aire al reactor tales como para producir la combustión completa del gas y mantener una temperatura de unos 2.600°F. en la cámara de reacción, como se hace convencionalmente para reaccionar el material proveedor de hidrocarburos. La reacción se para por enfriamiento rápido y los gases portadores de negro de carbón se someten al tratamiento convencional para recuperar el negro de carbón.

En la presente memoria deberan tenerse en cuenta las siguientes equivalencias: $(^{\circ}\text{F}-32) \times 5/9 = ^{\circ}\text{C}$; 1 libra = 453 g.; 1 pulgada² = 6,45 cm².

Ejemplo 1

Un material proveedor de hidrocarburos que tiene el siguiente análisis se hace reaccionar para producir negro de carbón en la forma arriba descrita.

25	Gravedad, A.P.I. a 60°F.	4,7
	Viscosidad, SSU a 210°F.	43,7
30	Cenizas, % peso	0,19



9350

	Carbón Conradson	7,12
	Aromáticos, %	73,09
	Asfaltenos, %	1,71
	Carbón %	90,05
5	Hidrógeno, %	8,6
	Punto de ebullición inicial a 10mm. 183° F.	
	Punto de ebullición destilado 50% 471° F.	

10 Varias pruebas son conducidas bajo condiciones idénticas excepto por la presencia de cantidades variables de un agente controlador del módulo. Calcio en cantidades de 0,036%, 0,065% y 0,12% al estado de soluciones acuosas de cloruro al 15% se introduce continuamente en sentido axial en el reactor junto con el material proveedor. Los negros de carbón así producidos se mezclan luego según la siguiente receta.

15	<u>Ingredientes</u>	<u>Partes</u>
	SBR-1500	100
	Negro de carbón	50
	Reblandecedor	5
	Oxido de cinc	5
20	Azufre	2
	Acido esteárico	1,5
	Mercaptobenzotiasol	0,8
	Difenilguanidina	0,25

25 Las composiciones son curadas a 293°0 y probadas. Todos los datos de tensión aparecen en la tabla I como promedios de curas de 25, 40, 60, 90 y 120 minutos.

30



279350

TABLA I

Datos tensiles	Partes calcio/100 partes material proveedor			
	0	0,036	0,065	0,12
5 Módulo a 300 % (libras por pulgada cuadrada)	2150	1630	1550	1360
Tensión en la rotura (libras por pulgada cuadrada)	2600	2540	2470	2480
Alargamiento en la rotura(%)	380	450	470	530

Ejemplo 2

10 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 excepto que se emplea 0,2% de SrCl₂ (0,11% Sr) y 0,2% de CaF₂ (0,102% Ca) como agentes controlares del módulo. Los negros de carbón producidos se mezclan y tratan como en el Ejemplo 1. Los resultados aparecen en la Tabla II.

TABLA II

Datos Tensiles	Partes agentes/100 partes material proveedor		
	0	0,11 partes Sr	0,12 partes Ca.
15 Módulo a 300% (libras por pulgada cuadrada)	1920	1360	1450
Tensión en la rotura (libras por pulgada cuadrada)	2990	2970	3030
Alargamiento en la rotura(%)	410	470	455

20 Los ejemplos anteriores explican claramente la influencia que el agente controlador del módulo de este invento tiene sobre el módulo de negro de carbón producido a partir de materiales proveedores que han reaccionado en presencia de aquél. Es evidente que el efecto que cantidades variables de un particular agente controlador del módulo tienen sobre el módulo del negro de carbón producido a partir de un particular material proveedor pueden ser rápidamente determinados.

25 En consecuencia, es posible producir consistentemente un negro de carbón de módulo preseleccionado o predeterminado a partir de cualquier material proveedor usando cualquiera de los presentes agentes controladores del módulo con solo establecer y mantener la apropiada condición predeterminada. Deberá entenderse, por supuesto, que los anterio-

30



279350

res ejemplos no son explicativos y demuestran la eficacia de este invento con respecto a un particular material proveedor hecho reaccionar en presencia de las cantidades especificadas del agente controlador del módulo. No obstante, el invento puede practicarse igualmente con otros materiales proveedores de negro de carbón usando calcio o estroncio en cantidades variables y en la forma de sus varios compuestos.

REIVINDICACIONES

EN RESUMEN: La presente Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes reivindicaciones:

- 10 1. Un procedimiento para preparar negro de carbón por descomposición térmica de un material proveedor de hidrocarburos fluidos en una cámara de reacción, caracterizado por un método perfeccionado para obtener un negro de carbón de módulo preseleccionado que comprende: introducción continuamente en dicha cámara de una cantidad determinada de un agente controlador del módulo, seleccionado entre el grupo compuesto de calcio y estroncio, y recuperación del negro de carbón de dicho módulo preseleccionado a partir de los productos resultantes de la reacción.
- 15 2. Un procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el agente controlador del módulo es el calcio.
- 20 3. Un procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el agente controlador del módulo es el estroncio.
- 25 4. Un procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el agente controlador del módulo se introduce en la cámara de reacción en forma de una solución acuosa de un compuesto inorgánico de aquél.
5. Un procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la cantidad del agente controlador del módulo es por lo menos aproximadamente 0,001% del peso del material proveedor de hidrocarburos.
- 30 6. Un procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la cantidad de agente controlador del módulo es aproximadamente 0,05-0,15% del peso del material proveedor de hidrocarburos.



27935

7. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita, por "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR NEGRO DE CARBON".

5 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria Descriptiva que consta de once páginas escritas a máquina.

Madrid, 19 de Julio de 1962

ALFONSO UNGRIA