

18 JUL 1953



P.- 24.511

A 69.131  
Case 11.618  
JRH (AMS)

**287160**

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

P A T E N T E     D E     I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de PHILLIPS PETROLEUM COMPANY, entidad norteamericana, establecida en Bartlesville, Oklahoma, Estados Unidos de América.

por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA FABRICAR NEGRO DE HUMO "

-----  
Este invento se refiere a la producción de negro de humo. En un aspecto, este invento se refiere a la producción de negros de humo de horno que tienen en el caucho propiedades de módulo menores de las normales.

5

Durante varios años, se ha venido fabricando negro de humo en grandes cantidades en hornos. La mayor parte del negro de humo que actualmente se fabrica se emplea como agente reforzador para caucho. La mayor parte, con mucho, del material de caucho compuesto conteniendo negro de humo se destina específicamente a super-

10



ficies de rodadura de neumáticos o a carcassas de neumáticos. Esta técnica de la composición del caucho ha progresado de tal manera que se ha hecho preciso controlar la calidad de negro de humo dentro de estrechos límites. Algunas veces resulta difícil conseguir este control de todas las propiedades deseadas del negro de humo.

En el control de la calidad de negros de humo que han de entrar en composiciones con caucho, una de las propiedades más importantes es el módulo del producto de caucho acabado. Rigurosamente dicho, el "módulo" no es una propiedad del negro de humo mismo. Sin embargo, en esta técnica, es corriente hacer referencia a negro de humo de "alto módulo", negro de humo de "bajo módulo" y negro de humo "módulo normal", como si el "módulo" fuera una propiedad del negro de humo mismo. En términos generales, los negros de humo de horno se suelen considerar como de "módulo normal" o "alto módulo", según el valor del módulo del negro de humo considerado en cada caso particular. Por otra parte, los negros de humo de canal se consideran en general como negros de humo de "bajo módulo".

A pesar del uso creciente y cada vez más extendido de los negros de humo de horno en aplicaciones en las que antes se utilizaban negros de canal, hay algunos usos para los que los negros de canal siguen todavía considerándose superiores por algunos expertos en esta técnica. Por ejemplo, en el reforzamiento de producto de caucho natural y en aplicaciones específicas tales como neumáticos de marcha suave, no chillantes, el bajo módulo de los negros de canal les hace particu-



larmente convenientes para dichas aplicaciones. Por tan  
to, es conveniente poder suministrar a esta técnica un  
negro de horno que tenga propiedades, particularmente  
propiedades de módulo, comparables a las del negro de ca  
5 nal. Esto es así, sobre todo si se tiene en cuenta el  
hecho de que el precio de los negros de canal está au-  
mentando gradualmente y que estos negros de canal tien  
den a desaparecer del mercado debido al coste crecien-  
te de las materias primas gaseosas naturales a partir  
10 de las cuales se fabrican. El presente invento propor-  
ciona un negro de horno tal que, como tiene un módulo ba-  
jo en comparación con los negros de humo normalmente pro-  
ducidos por un procedimiento de horno, se designa aquí co-  
mo negro de horno modificado o negro de horno que tiene  
15 una propiedad de módulo menor que el normal cuando entra  
en composiciones con caucho.

Es sabido que pueden obtenerse negros de  
humo de horno, que tienen propiedades de módulo en caucho  
comparables a las del negro de humo de canal, introdu-  
20 ciendo en la zona o sección de reacción de un horno pro-  
ductor de negro de humo una sustancia que contenga un me-  
tal alcalino. Sin embargo, los negros de horno obteni-  
dos de esta manera resultan difíciles de elaborar o de  
emplear con composiciones con caucho. Es decir, cuando  
25 se añade un negro de horno de esta clase a un caucho en  
el molino de composición, se necesita un consumo de fuer-  
za excesivamente grande o un tiempo de molienda excesiva-  
mente prolongado para incorporar adecuadamente el negro  
de humo en el caucho.

30 El presente invento tiende a eliminar las

287160



dificultades arriba señaladas y producir como consecuencia un negro de humo de horno de fácil elaboración que tiene propiedades de módulo en caucho comparables a las del negro de humo de canal y que puede emplearse, por tanto, para sustituir en muchas aplicaciones al negro de canal, que es más caro.

Un objeto de este invento es proporcionar negros de humo valiosos y métodos para su fabricación. Otro objeto de este invento es proporcionar un procedimiento para fabricar un negro de humo de horno que tiene propiedades en caucho comparables a las del negro de canal y que puede utilizarse como sustitutivo para negro de canal en la composición de caucho y en otros usos. Otro objeto de este invento es proporcionar un procedimiento para producir un negro de humo de horno que tiene propiedades de módulo en caucho por debajo de las normales.

De acuerdo con el presente invento, se proporciona un procedimiento para la fabricación de negro de humo de horno por la descomposición térmica de una alimentación hidrocarbonada fluída en un horno productor de negro de humo, bajo condiciones de producción de negro de humo, durante cuya operación se ajusta la calidad deseada de una propiedad, por lo menos, de dicho negro de humo, introduciendo una sustancia que contiene un metal alcalino en la zona de reacción formadora de negro de humo de dicho horno, que comprende introducir en dicho horno una cantidad de dicho metal alcalino suficiente para efectuar únicamente una porción de dicho ajuste de la calidad deseado, y mantener el negro de humo así producido

287160



en la zona de reacción de dicho horno durante un período de tiempo suficiente para efectuar el resto del mencionado ajuste de calidad deseado.

5 Se observará que el invento comprende, por tanto, un procedimiento combinado en el que se produce primeramente un negro de humo por descomposición térmica de una alimentación hidrocarbonada en un horno productor de negro de humo, bajo condiciones productoras de negro de humo, en presencia de una cantidad de una sustancia que contiene un metal alcalino suficiente para conseguir, únicamente de modo parcial, el deseado ajuste en la  
10 calidad, p.ej. disminución en las propiedades de módulo del negro de humo, y mantener después, el negro de humo así producido, en la sección de reacción de dicho horno durante un período de tiempo suficiente para efectuar el  
15 resto de dicho ajuste deseado en la calidad, p.e. disminución en las propiedades de módulo. Este período de tiempo es mayor que el necesario para producir un negro de humo exento de alquitrán.

20 El valor real de módulo comunicado a un caucho por un determinado negro de humo dependerá del tipo de caucho en cuya composición interviene el negro de humo. Por ejemplo, un determinado negro de humo comunicará valores de módulo diferentes, per se, a caucho natural y a caucho sintético cuando se mezcla con ellos. Sin em  
25 bargo, hablando en términos generales, un negro de humo que comunique un valor de módulo alto, normal o bajo a caucho natural, comunicará también un valor de módulo al to, normal, o bajo a caucho sintético. Por ejemplo, los  
30 negros de humo de horno asequibles en el comercio, depen

287160



diendo en cierta medida de las alimentaciones con que se han fabricado, comunican usualmente, cuando se mezclan en caucho natural, a dicho caucho, un valor de módulo 300 por ciento "normal" comprendido entre los límites de 112,4 kg./cm<sup>2</sup>. y 154,6 kg./cm<sup>2</sup>. En algunos cauchos sintéticos, p.ej. SBR-1.000, los correspondientes valores de módulo 300 por ciento "normal" son del orden de 84,3-112,4 kg./cm<sup>2</sup>. Sin embargo algunos técnicos pueden considerar estos valores altos, particularmente el extremo superior de dichos límites, dependiendo del uso particular que se haya de hacer del caucho compuesto. Para un negro de humo de canal típico, por ejemplo, el negro de canal de fácil elaboración empleado para comparación en la Tabla I-B que se da a continuación, el valor de módulo 300 por ciento "normal" en caucho natural es del orden de 84,3 kg./cm<sup>2</sup>. a 112,4 kg./cm<sup>2</sup>, y, en algunos cauchos sintéticos, p.ej. SBR-1.000, es del orden de 56,2 kg./cm<sup>2</sup>, - 84,36 kg./cm<sup>2</sup>.

Los negros de humo de horno producidos de acuerdo con el invento se caracterizan por propiedades de módulo en caucho menor que el normal, es decir, dichos negros de humo comunican al caucho valores de módulo que son menores de los que normalmente podrían esperarse de un negro de humo de horno producido a partir de la alimentación empleada. La alimentación puede ser de tal naturaleza que, en ausencia de este invento, da usualmente un negro de humo de alto módulo, o la alimentación puede ser del tipo que usualmente da un negro de humo de módulo normal. También está incluido dentro del alcance del invento la producción de negros de humo de horno de módulo menor que el



normal partiendo de alimentaciones que usualmente dan lo que generalmente se considera un negro de humo de bajo módulo. En todo caso, el negro de humo producido al poner en práctica el invento se caracteriza por un módulo en caucho menor que lo que podría esperarse que se produjera partiendo de la alimentación que se está empleando.

Así pues, en esta Memoria descriptiva y en las reivindicaciones, a menos que se especifique otra cosa, el término "módulo menor que el normal" cuando se aplica a un negro de humo de horno, se refiere a un negro de humo que, cuando entra en composiciones con caucho, comunica una propiedad de módulo a dicho caucho que es menor que lo que podría esperarse para un negro de humo producido a partir de la alimentación particular que se está empleando.

La sustancia conteniendo un metal alcalino que se emplea en la práctica del invento puede ser cualquiera de los metales alcalinos sodio, potasio, litio, rubidio, cesio, y francio, o mezclas de los mismos. Como dichos metales alcalinos son efectivos en cualquier forma, pueden emplearse en forma elemental o en forma de combinación química, p.ej. compuestos químicos, tanto inorgánicos como orgánicos. La única exigencia esencial es que dicha sustancia que contiene un metal alcalino esté presente en la zona o sección de reacción cuando se forma el negro de humo. Dicha sustancia que contiene un metal alcalino puede introducirse en la sección de reacción del horno de negro de humo en cualquier forma, p.eje., sólida, líquida o de vapor. Dicha sustancia de metal alcalino puede disolverse o suspenderse en un soporte tal



como agua u otro medio acuoso, en medios orgánicos inclu-  
yendo disolventes y la materia bruta hidrocarbonada a  
partir de la cual se ha de fabricar el negro de humo, o  
suspenderse en vapores o gases, tal como el aire de com-  
5 bustión o gases combustibles que se queman en el horno  
para suministrar el calor necesario para la descomposi-  
ción térmica o pirolítica de la alimentación hidrocarbo-  
nada.

Como ejemplos de compuestos inorgánicos con-  
10 teniendo metal alcalino que pueden utilizarse en la prác-  
tica del invento están los cloruros, los sulfatos, los  
nitratos, los carbonatos, los bromuros y los yoduros.

Como ejemplos de compuestos "orgánicos" con-  
teniendo metal alcalino que pueden utilizarse en la prác-  
15 tica del invento están los acetatos, los naftenatos, los  
oleatos, los lanolatos, sales de ácidos orgánicos inclu-  
yendo ácidos grasos, y los metal-alcohilos.

Se incluyen también dentro del alcance del  
invento los materiales que contienen metal alcalino que  
20 existen en estado natural o connatos, tal como se presen-  
tan en algunos aceites crudos de petróleo.

La cantidad de los materiales de metal al-  
calino arriba descritos que se introduce en la sección  
de reacción del horno productor de negro de humo puede  
25 variar dentro de límites bastante amplios según sea la  
naturaleza exacta de la reacción formadora de negro de  
humo que se está utilizando, el metal particular que se  
está utilizando, las propiedades de la alimentación hi-  
drocarbonada que se está utilizando y la cantidad desea-  
30 da de ajuste o control de la calidad que se desee en el



producto de negro de humo. Al poner en práctica este  
invento, se efectúa únicamente una porción del ajuste o  
control de la calidad que se desea p.ejemplo, disminu-  
ción del módulo, por formación de negro de humo en pre-  
5 sencia de dicha sustancia de metal alcalino. Como se  
explica más adelante, esto se hace para obtener un ne-  
gro de humo de horno de fácil elaboración. Así, pues,  
la cantidad de dicha sustancia de metal alcalino emplea-  
da en la práctica del invento es siempre menor que la  
10 que normalmente se emplearía cuando el ajuste o control  
de la calidad se efectuase formando el negro de humo en  
presencia de dicho material de metal alcalino. Hablan-  
do en términos generales, suele ser conveniente emplear  
una cantidad de dicha sustancia que comprende un metal  
15 alcalino que efectuará, o conseguirá, desde por lo menos  
aproximadamente 25% pero no más de aproximadamente 75%  
del ajuste o control de la calidad deseada.

Como el metal alcalino mismo es el compo-  
nente efectivo en las sustancias que contienen un metal  
20 alcalino, y como dicho metal es efectivo independiente-  
mente de con qué está combinado, es más conveniente ex-  
presar las cantidades empleadas en la práctica del in-  
vento en términos del metal mismo. Cuando se emplea potasio,  
o una sustancia o compuesto que contenga potasio, la can-  
25 tidad empleada estará comprendida generalmente entre los  
límites de 1 y 200, preferiblemente 2 y 100 y mejor aún  
entre 5 y 75 partes en peso de potasio por millón de par-  
tes en peso de alimentación hidrocarbonada. Como es ló-  
gico, cuando el potasio está presente en forma combina-  
30 da, las cifras dadas arriba se ajustan correspondiente-

287160



mente. Por ejemplo, cuando se emplea cloruro potásico, que es aproximadamente 50% en peso de potasio, los límites anteriores estarían comprendidos entre 2 y 400, preferiblemente entre 4 y 200, y mejor aún entre 10 y 150 partes por millón en peso. Se ha encontrado que el potasio, el rubidio, el cesio y el francio son más efectivos que el sodio y el litio. Por ejemplo, se ha encontrado que el potasio es aproximadamente 10 veces más efectivo que el sodio y unas 20 veces más efectivo que el litio. Por tanto, cuando se emplee sodio o litio, se aumentarán correspondientemente los límites señalados arriba basados en potasio. Los límites inclusivos generales para dichos metales alcalinos estarían comprendidos entre 1 y 4.000 partes, preferiblemente 2 y 2.000, y mejor aún entre 5 y 1.500 partes en peso de metal alcalino por millón de partes en peso de alimentación hidrocarbonada.

En la producción de negros de humo de horno de acuerdo con las técnicas seguidas antes de ahora es deseable y habitual apagar la reacción formadora de negro de humo inmediatamente después de que el negro de humo que se ha formado ha quedado libre de material alquitranoso, es decir, cuando se ha convertido en un negro de humo exento de alquitrán según se define en el comercio, que es cuando las muestras de negro de humo floculento separadas de los gases efluentes del horno y recogidas, por ejemplo, en el separador 21 de la figura, tienen valor determinado en el fotolómetro de 80, por lo menos, preferiblemente 85 o mayor, y mejor aún 90 o mayor, antes de granular.

En la práctica de este invento, el período de tiempo durante el cual se mantiene el negro de humo en



la sección de reacción del horno bajo condiciones produc-  
toras de negro de humo es mayor que el necesario para dar  
un negro de humo exento de alquitrán. Al determinar el  
tiempo de residencia del negro de humo en la sección de  
5 reacción del horno, se designa con  $T_1$  el tiempo de resi-  
dencia hasta el punto de apagado para la producción de un  
negro de humo exento de alquitrán, según se ha definido  
arriba. En las técnicas seguidas antes de ahora, esto se  
consideraría el tiempo de residencia normal. Sin embargo,  
10 en la práctica de este invento, la reacción no se apaga  
en el punto en que el negro de humo queda convertido en  
un negro de humo exento de alquitrán, sino que se mantie-  
ne el negro de humo en la sección de reacción durante un  
período de tiempo mayor para dar un tiempo de residencia  
15 total  $T_2$ . Así, pues, puede expresarse aquí el tiempo de  
residencia incrementado en la sección de reacción del hor-  
no como una relación  $R=T_2/T_1$ , donde  $T_2$  es igual al tiempo  
total hasta el apagado y  $T_1$  es igual al tiempo que trans-  
curre hasta el apagado para dar un negro de humo exento de  
20 alquitrán. Usualmente, el valor de R estará comprendido  
entre 1,5 y 9, preferiblemente entre 2 y 6. Dicho de otra  
manera, en la práctica de este invento, el negro de humo  
se mantiene, después de su formación, en la zona de reac-  
ción del horno bajo condiciones productoras de negro de hu-  
25 mo durante un período de tiempo que está comprendido entre  
1,5 y 9 veces el período de tiempo necesario para producir  
un negro de humo exento de alquitrán. Aumentando así el  
tiempo de residencia del negro de humo en la sección de reac-  
ción del horno, se efectúa un cambio en las características  
30 de vulcanización del negro de humo.

287160



La figura 1 ilustra una forma de aparato que puede emplearse en la práctica del invento.

La figura 2 es una sección transversal según la línea 2-2 de la figura 1.

5 El invento no se limita al empleo de ningún tipo particular de horno y/o aparato de negro de humo en la realización del método del invento. Por ejemplo, es sabido ya por las técnicas seguidas antes de ahora el método para la producción de negro de humo dirigiendo un gas de combustión u oxidante caliente en una trayectoria generalmente helicoidal adyacente a la periferia de una zona de reacción generalmente cilíndrica y dirigiendo un material reaccionante axialmente dentro de dicha zona dentro de la masa de gas caliente que se mueve helicoidalmente. De este modo, el reaccionante se calienta rápidamente hasta una temperatura de formación de negro de humo, es decir, entre 1.204 y 1.927<sup>o</sup> C., y reacciona en dicha zona para formar negro de humo, que se recupera posteriormente. Los procedimientos de este tipo se conocen con el nombre de procedimientos de llama tangencial y están descritos en las patentes americanas 2.375.795; 2.375.796; 2.375.797 y 2.375.798. Otro procedimiento de tipo de llama tangencial está descrito en la patente americana 2.564.700 que se basa en la inyección de una mezcla combustible de gas oxidante y carburante, circunferencialmente en una zona de combustión y en la reacción de la mezcla por combustión cerca de la periferia de dicha zona. El gas de combustión resultante, a una temperatura elevada atraviesa una trayectoria generalmente espiral hacia el eje de la zona de combustión y luego se dirige en una trayectoria gene

10  
15  
20  
25  
30

287160



ralmente helicoidal adyacente a la periferia de una zona de reacción que es contigua a dicha zona de combustión, de menor diámetro que dicha zona de combustión, y está en comunicación libre con ella. Un reaccionante carbonáceo se dirige a lo largo del eje común de dichas zonas y se calienta rápidamente hasta una temperatura de formación de negro de humo por el calor comunicado directamente desde el gas de combustión en movimiento helicoidal. El reaccionante reacciona dentro de la zona de reacción para formar negro de humo, que se recupera posteriormente. Este tipo de procedimiento de llama tangencial se conoce con el nombre de procedimiento de precombustión, porque el gas caliente se forma sustancialmente por completo por combustión antes de entrar en contacto con el reaccionante. El invento no se limita a la puesta en práctica en hornos del tipo arriba descrito. Pueden emplearse también otros tipos de hornos tales como los que se describen en las patentes americanas: 2.368.828; 1.807.321; 2.378.055; 2.440.423 y 2.440.424.

La mezcla de reacción formada en los procedimientos arriba descritos contiene una suspensión de un negro de humo en gas de combustión. Se conoce ya por las técnicas seguidas antes de ahora el procedimiento para retirar una tal mezcla de la zona de reacción y enfriar la mezcla repentinamente inyectando directamente sobre la misma un líquido refrigerante, tal como agua, para enfriar la mezcla repentinamente a una temperatura a la que ya no puede producirse más reacción.

La figura 1 ilustra en forma esquemática la construcción general y la forma general de un tipo de hor



no de negro de humo actualmente preferido, y el aparato correspondiente, que puede emplearse en la práctica del invento. El horno ilustrado aquí se conoce corrientemente como horno de tipo de precombustión según se ha explicado arriba. Haciendo referencia ahora a dicha figura 1, una cámara o sección de reacción, que tiene una porción de aguas arriba 10 y una porción de aguas abajo 10', tiene un forro refractario 11 de un material muy refractario, tal como silimanita, alúmina u otro material refractario adecuado para este objeto. Una envoltura de acero 12 que contiene material aislante 13 rodea a dicho forro refractario. La porción terminal de aguas abajo de dicha sección de reacción comprende una porción ensanchada 10' destinada a proporcionar tiempo de residencia incrementado bajo condiciones productoras de negro de humo sin aumentar indebidamente la longitud de dicha sección de reacción. No es esencial que la mencionada porción terminal de aguas abajo 10' tenga un diámetro ensanchado según se representa, pudiendo emplearse, si se desea, un horno que tenga una sección de reacción de la longitud incrementada necesaria, de diámetro constante. En una realización del horno que se ilustra aquí, la porción de aguas arriba 10 de la sección de reacción tenía un diámetro interno de 30,48 cm. y una longitud de 3,35 m. y la porción de aguas abajo 10' tenía un diámetro interno de 45,72 cm. y una longitud de 3,04 m. Como 0,30 m. de la porción de d.i. de 45,72 cm. es igual a 0,67 m. de la porción de 30,48 cm, el horno podría haberse construido de manera que tuviera una longitud total de 10,21 m. de d.i. 30,48 cm. La cámara de combustión 14 tenía una longitud de 30,48 cm. y un diámetro de 93,98 cm.

287160



Estas dimensiones no son críticas: se dan únicamente a título de ejemplo, y, en la práctica del invento pueden variarse todas y cada una de las dimensiones. Sin embargo, cuando se emplea un horno de tipo de precombustión según se ilustra, la cámara de combustión 14 tiene que tener un diámetro mayor que la sección de reacción 10.

En el extremo de entrada del horno hay una sección corta 14 que tiene un diámetro algo mayor que el diámetro de la sección de reacción 10. Esta sección de diámetro mayor 14 es esencialmente una cámara de combustión en la que se quema una mezcla combustible de un gas, por ejemplo gas natural procedente de conductos 32, y un gas que contiene oxígeno, por ejemplo, aire procedente de conductos 33. Dicha mezcla combustible se inyecta en la cámara de combustión 14 a través de un par de tuberías de entrada 15 que están situadas de tal manera que los gases entran en dicha cámara de combustión 14 en una dirección tangente a la pared cilíndrica de la misma. Por inyección continuada de la mezcla combustible, la llama y los productos de combustión siguen una trayectoria espiral hacia el eje de la cámara de combustión 14. Cuando la espiral se hace menor que el diámetro de la sección de reacción 10, el flujo gaseoso cambia de una espiral a una hélice, y siguiendo este último diseño los gases entran en dicha sección de reacción 10. Si se desea, puede introducirse un combustible líquido por los conductos 32 en lugar de un combustible gaseoso.

A través de un precalentador, no representado en el dibujo, pasa gas o aceite hidrocarbonado reaccionante, que procede de una fuente (tampoco representada),



y finalmente pasa a través del conducto de alimentación 16 que está dispuesto axialmente, de manera que la alimentación introducida a través del mismo pasará en forma axial por el horno. Rodeando dicho conducto de alimentación 16, hay un conducto mayor 17, denominado "camisa de aire".

La disposición de dichos conductos 16 y 17 define un espacio anular a través del cual se trata de pasar aire, introducido desde el conducto 18, hasta el horno. El aire que pasa por dicho espacio anular se denomina "aire de camisa" y tiene por objeto mantener frío el extremo interno del conducto de alimentación 16 para evitar que se formen depósitos carbonados sobre el mismo. Los gases efluentes que contienen negro de humo en suspensión pasan desde la porción terminal de aguas abajo 10' de la sección de reacción a través del conducto 19 hasta medios de separación de negro de humo 21, representados aquí como un ciclón, pero que puede ser cualquier forma de aparato corriente para la separación de sólidos, por ejemplo, negro de humo de gases. Los gases de los cuales se ha eliminado el negro de humo salen de dichos medios de separación 21 a través del conducto 22, y el producto negro de humo pasa por el conducto de salida 23 para su utilización o su tratamiento posterior, según se desee.

A lo largo de la longitud de la sección de reacción 10 y 10' hay dispuesta una pluralidad de conductos de entrada de líquido de apagado 24, 25, 25', 26, 27 y 27'. Estos conductos de entrada de líquido de apagado sirven para la introducción de líquido de apagado, generalmente agua en fase líquida, en la sección de reacción, para apagar rápidamente los gases de mezcla de reacción a una tem



peratura por debajo de aquella a la que tiene lugar la  
formación de negro de humo, preferiblemente a una tempe-  
ratura menor de 1.093<sup>o</sup> C. Los conductos de entrada de  
apagado 26, 27 y 27' comprenden cada uno cuatro de dichas  
5 entradas (se representan tres) separadas 90<sup>o</sup> alrededor  
de la circunferencia de sección 10'. Los conductos de  
entrada de apagado 24 y 25' comprenden cada uno dos de  
dichas entradas separadas 180<sup>o</sup> alrededor de la circunfe-  
10 rencia de sección 10, mientras que la entrada 25 compren-  
de sólo una entrada. Puede emplearse cualquier nú-  
mero de entradas dispuestas en cualquier forma radial  
adecuada. Conviene emplear por lo menos dos entradas en cada  
posición para cubrir de modo más eficaz el interior de la  
sección de reacción y apagar así mejor la reacción. Ca-  
15 da una de dichas entradas está provista de una tobera de  
rociado apropiada (no representada) en su extremo interior.  
Dichos conductos de entrada de líquido de apagado pueden estar  
situados en cualquier punto que se desee a lo largo de la  
sección de reacción. El horno puede estar provisto de  
20 cualquier número que se desee de dichos conductos de en-  
trada de apagado dispuestos a cualquier distancia deseada.  
Como se explica posteriormente con más detalle, el conduc-  
to de entrada de apagado particular que se emplee depende-  
rá de la cantidad de ajuste o control de la calidad que se  
25 desee en el producto de negro de humo de acuerdo con el in-  
vento.

Al poner en práctica el invento, puede intro-  
ducirse la sustancia que contiene un metal alcalino en la  
sección de reacción del horno junto con la alimentación  
30 hidrocarbonada en el conducto 16, con la mezcla combus-



tible tangencial a través de la lumbrera de entrada 15, o directamente a la sección de combustión 14, o directamente a la sección de reacción 10 del horno a través de un conducto adecuado 28 que se representa en la figura 1, como entrando en la sección de reacción 10. Cuando se utiliza dicho material de metal alcalino en forma de un sólido, por ejemplo un compuesto que contenga metal en polvo, o como un metal finamente dividido, puede disolverse, dispersarse o suspenderse de modo uniforme directamente en la alimentación hidrocarbonada en un aparato de mezclado adecuado, (que no se representa), y la solución, dispersión o suspensión resultante se introduce luego junto con la alimentación a través del conducto 16. Dicho sólido finamente dividido puede también dispersarse o suspenderse en un vehículo que después puede dispersarse uniformemente en la alimentación hidrocarbonada por introducción a través del conducto 29 desde el depósito 31. Dicho depósito 31 puede emplearse también para la preparación de soluciones de los materiales de metal alcalino que son acuosolubles, o que son solubles en disolventes orgánicos tal como alcoholes, éteres, acetona, etc. Para este fin puede emplearse cualquier disolvente adecuado. Dichas soluciones pueden introducirse luego a través del conducto 29 en el conducto de alimentación 16. Se sobrentenderá que puede introducirse también cualquiera de las diversas formas descritas de la sustancia que contiene un metal alcalino, a través de un conducto adecuado, tal como el conducto 28, por medio de un aparato apropiado conectado al mismo, directamente en la sección de reacción 10 o directamente en la sección de combustión 14. Como es esencial que haya aditivo de metal alcalino en el momento que se



forma el negro de humo, es preferible que, cuando se introduce directamente en la sección de reacción 10, se introduzca inmediatamente después de la entrada a dicha cámara 10.

5                    Como la sustancia que contiene un metal alcalino se emplea normalmente en concentraciones relativamente pequeñas, suele ser ventajoso introducirla en una forma todo lo más diluida que sea compatible prácticamente, de manera que se facilite el mantenimiento de una velocidad de adición y nivel de concentración uniformes. Así, pues, se prefiere introducir dicho material de metal alcalino en forma de soluciones acuosas diluidas o soluciones en disolvente orgánico análogamente diluidas, o en forma de emulsiones acuosas u orgánicas que pueden dispersarse uniformemente en la alimentación hidrocarbonada.

10

15

Las formas más preferidas de la sustancia conteniendo un metal alcalino son la de los compuestos acuosolubles o la de los compuestos solubles en un disolvente orgánico o directamente solubles en la alimentación hidrocarbonada.

20

Los siguientes ejemplos servirán para ilustrar más el invento.

#### E J E M P L O S

25                    Se realizó una serie de ensayos en los que se introdujo un aceite concentrado aromático precalentado axialmente en un horno de negro de humo esencialmente del tipo que se representa en los dibujos y que tenía las dimensiones siguientes. La cámara de combustión 14 tenía una longitud de 30,48 cm. y un diámetro de 93,98 cm. La

30



porción aguas arriba 10 de la sección de reacción tenía un diámetro de 30,48 cm. y una longitud de 3,35 m. La porción aguas abajo 10' de la sección de reacción tenía un diámetro de 45,72 cm. y una longitud de 3,04 m.

5 En todos los ensayos que se indican en estos ejemplos se mantuvieron las condiciones operatorias lo más idénticas posible para fines comparativos. En todos los ensayos, la velocidad tangencial del aire fué 6,371.270 dm<sup>3</sup> por hora; la velocidad tangencial de gas fué 10 424,752 dm<sup>3</sup> por hora y la velocidad del aire de camisa fué 113.267 dm<sup>3</sup> por hora. Los aceites concentrados aromáticos empleados en los ensayos eran materiales comerciales corrientes que se habían preparado de la manera conocida por extracción con dióxido de azufre líquido de aceites 15 de ciclo obtenidos en el craqueo catalítico de gas oils. Dichos aceites tenían las propiedades que se dan en la Tabla I-A. a continuación.

T A B L A I-A

Alimentaciones de aceite

Propiedad	Carga	
	A	B
Material de carga API	11,0	10,8
Dest. vac., 2 C. a 760 mm. Hg.		
25 Primera gota	243	240
5 %	292	289
10 %	308	310
20 %	321	324
30 %	337	342
30 40 %	349	353

287100



TABLA I-A (Cont.)

Alimentaciones de aceite

	Propiedad	Carga	
		A	B
5	50 %	360	365
	60 %	377	374
	70 %	405	391
	80 %	438	419
	90 %	464 (82%)	481
10	BHCI	90,4	90,5
	Viscosidad		
	SUS a 37° C.	81,9	75,7
	SUS a 98° C.	37,6	35,1
	Carbono, peso %	88,8	89,1
15	Hidrógeno, peso %	9,5	9,5
	Azufre, peso %	1,29	1,25
	Residuo de carbono, Ramsbottom peso %	1,61	1,00
	BS&W, vol. %	0,17	0,06
20	Punto de fluidez, ° C.	5	5

En algunos de los ensayos, el negro de hu  
mo se produjo en ausencia de todo material añadido conte  
niendo un metal alcalino y sin incrementar el tiempo de  
residencia más allá de lo necesario para producir un ne-  
gro de humo exento de alquitrán (valor 90 en el fotolóme  
tro en estos ejemplos). En otros ensayos, en negro de hu  
mo se produjo en presencia de una sustancia conteniendo  
un metal alcalino pero también en este caso en ausencia  
de todo incremento en el tiempo de residencia más allá de  
lo necesario para producir un negro de humo exento de al-

287160



Y

quitrán. En otros ensayos, se omitió la sustancia conteniendo un metal alcalino, pero se incrementó el tiempo de residencia del negro de humo en la sección de reacción del horno más allá de lo necesario para producir un negro de humo exento de alquitrán. En otros ensayos adicionales, de acuerdo con el invento, se produjo el negro de humo en presencia de una sustancia que contenía un metal alcalino y luego se sometió a un tiempo de residencia incrementado más allá de lo necesario para producir un negro de humo exento de alquitrán. En la Tabla I-B que se da a continuación se indican las condiciones operatorias que no se han descrito ya anteriormente, los rendimientos de negro de humo, y los ensayos realizados sobre el producto de negro de humo.

15 Se obtuvieron composiciones de muestras de dichos productos de negro de humo con caucho natural de acuerdo con la norma ASTN D-1419-58T para producir una serie de composiciones de caucho. La receta de composición empleada en la preparación de dichas composiciones de caucho fué como sigue:

	<u>Partes en peso</u>
Hoja ahumada nº 1	100
Negro de humo	40
25 Acido esteárico	3
Oxido de zinc	5
Altax *	0,6

\* disulfuro de benzotiazilo.

Cada una de estas composiciones de caucho se vulcanizaron hasta dar un caucho acabado, vulcanizando

287160



a 145° C. durante 30 minutos. Las cómposiciones de cau-  
cho vulcanizadas se ensayaron de acuerdo con los procedi-  
mientos normales de ensayo de caucho según se explica más  
adelante. En la Tabla I-B que se da a continuación se in-  
dican los ensayos realizados sobre dichas composiciones  
de caucho vulcanizadas.

A fines comparativos, se preparó una compo-  
sición de una muestra de un negro de humo de canal, de  
fácil elaboración, asequible en el comercio, con una mues-  
tra del mismo caucho natural empleado en la preparación  
de las composiciones de caucho empleando los negros de hu-  
mo experimentales de los ejemplos descritos arriba. La  
composición de caucho que contenía dicho negro de humo de  
canal se vulcanizó y se ensayó de la misma manera que las  
otras composiciones de caucho citadas.



partes por millón en peso de KCl a la alimentación hidro-  
carbonada para obtener un negro de humo de horno que ten  
ga propiedades en caucho comparables a las de negro de hu  
mo de canal. Sin embargo, el negro de humo de horno del  
5 ensayo 8 resultaba duro al elaborarle en el caucho y exi-  
gía mucho consumo de fuerza para incorporarle en el caucho.

En cambio, comparando el producto de negro  
de humo del ensayo 4 con el producto de negro de humo de  
dichos ensayos 2 y 8, se ve que, cuando se emplean sóla-  
mente 50 partes por millón en peso de cloruro potásico,  
10 es decir, únicamente una porción de la cantidad empleada  
en el ensayo 8, y se efectúa un nuevo control de la cali-  
dad y modificación del producto de negro de humo augmentan  
do el tiempo de residencia en la sección de reacción de  
15 acuerdo con el invento, se obtuvo un negro de humo de hor-  
no con propiedades en caucho comparables a las del negro  
de humo de canal de fácil elaboración. Además, el negro  
de humo de horno de dicho ensayo 4 era de fácil elabora-  
ción o incorporación en el caucho. El ensayo 7, emplean-  
do únicamente 15 partes por millón en peso de cloruro po-  
20 tásico, se realizó también de acuerdo con el invento y  
muestra que, para un tiempo de residencia en la sección  
de reacción de 5,6 veces el necesario para producir un  
negro de humo con un valor de 90 en el fotolómetro, se  
25 necesitarían aproximadamente entre 15 y 50 partes, pre-  
feriblemente unas 25 partes, por millón en peso de clo-  
ruro potásico para producir un negro de humo con un va-  
lor de módulo esencialmente igual que el del negro de hu-  
mo de canal de fácil elaboración.

30 La inclusión del ensayo 3 en la comparación

287160



Haciendo referencia a la Tabla I-B de arriba, las relaciones de tiempo de residencia se determinaron como sigue. En los ensayos 1 y 2, la tubería de entrada de agua de apagado empleada estaba a 1,31 m. del extremo de la tubería de entrada de la sección de reacción 10. Como el producto de negro de humo de estos ensayos tenía un valor de 90 en el fotolómetro,  $T_1$  y  $T_2$  son iguales y la relación  $R = T_2/T_1 = 1,0$ .

En el ensayo S, la tubería de entrada de agua de apagado estaba a 1,21 m. del extremo de la tubería de entrada de la sección de reacción 10. Por tanto,  $T_2 = 4,0$ . El producto de negro de humo daba un valor de 94 en el fotómetro, indicando que  $T_1$  era ligeramente menor que 4 y que  $T_2/T_1$  es mayor que 1. Sin embargo, como  $T_1$  no se determinó en este ensayo, se indica  $T_2/T_1$  como  $1^+$ .

En los ensayos 3, 4 y 7, la tubería de entrada de agua de apagado estaba a 1,8 m. de la entrada a la porción aguas abajo 10' de la sección de reacción. Como la porción aguas abajo 10' de la sección de reacción tenía 45.72 cm. de d.i. en vez de 30,48 cm. de d.i. para la porción aguas arriba 10 de la sección de reacción, 0,30 m. de la porción aguas abajo 10' de la sección de reacción equivale a 0,67 m. de porción aguas arriba 10 de la sección de reacción. Por consiguiente, la longitud efectiva total de la sección de reacción hasta la tubería de entrada de agua de apagado era de 3,3 m. de porción aguas arriba 10, más 4,05 m de porción aguas abajo 10', o sea, 7,35 m. Por los ensayos 1 y 2, se sabía que se necesitaban 1,31 m. de la sección de reacción para dar un producto de negro de humo con un valor de 90 en el fotómetro.

287160



Por consiguiente, la relación R para dichos ensayos 3, 4 y 7 es  $R=T_2/T_1 = 24,5/4,38 = 5,6$ .

En los ensayos anteriores, la comparación de tiempos de residencia se basó en el volúmen de la sección de reacción. Esto es posible porque en la totalidad de los ensayos mencionados, la cantidad de gas y aire introducidos en el horno fué la misma y la alimentación de aceite axial fué esencialmente igual. Sin embargo, los tiempos de residencia en el reactor pueden variarse de dos maneras, (1) cambiando el volúmen de la sección de reacción, es decir, moviendo el punto de entrada de agua de apagado, y (2) cambiando la relación de aire a carga de aceite. En los ensayos 5 y 6, se aumentó el tiempo de residencia en la sección de reacción disminuyendo la velocidad de alimentación de aceite. La posición del punto de entrada de agua de apagado fué igual que en los ensayos 3, 4, y 7, dando el mismo volúmen de sección de reacción. Deducido de ensayos anteriores y de la experiencia con la alimentación de aceite aromático empleada en estos ensayos, se calculó que la longitud de sección de reacción necesaria para dar un negro de humo que dé un valor 90 en el fotolómetro era 0,91 m. para el ensayo 5 y 0,60 m. para el ensayo 6. Por tanto, calculando la relación R de la misma manera que antes, tenemos, para el ensayo 5,  $R=T_2/T_1 = 24,5/3 = 8,1$  y, para el ensayo 6, tenemos  $R=T_2/T_1 = 24,5/2 = 12,2$ .

Haciendo nuevamente referencia a la Tabla I-B y comparando el producto de negro de humo de los ensayos 1, 2, y 8 con el control de negro de humo de canal de fácil elaboración, se ve que es necesario añadir 150

287160



de los ensayos anteriores muestra que el aumento del tiempo de residencia sólo no bastará para dar un negro de humo de horno con propiedades en caucho comparables a las del negro de humo de canal de fácil elaboración, a no ser que se aumente hasta límites impracticables el tiempo de residencia. Los ensayos 5 y 6 se hicieron para mostrar más claramente el efecto que produce el incremento del tiempo de residencia sólo. En estos ensayos, se aumentó el tiempo de residencia en la sección de reacción disminuyendo la velocidad de alimentación de aceite. En el ensayo 5, el rendimiento disminuyó a 1,27 kg. de negro de humo por cada 3,785 l. de alimentación de aceite, y, en el ensayo 6, el rendimiento bajó a 1,04 kg. por cada 3,785 l. de alimentación, demostrando que el efectuar el control de la calidad o la modificación de las propiedades del negro de humo en caucho aumentando únicamente el tiempo de residencia no resulta práctico.

Los aceites concentrados aromáticos arriba descritos, de este ejemplo representan una alimentación actualmente preferida para uso en la práctica del invento. Sin embargo, entre los aceites aromáticos corrientes que pueden emplearse en la producción de negros de humo de horno están otros aceites distintos de los aceites de extracto producidos por extracción con dióxido de azufre líquido de aceites de ciclo. Las propiedades típicas de aceites aromáticos corrientes son: límites de ebullición 204-538°C., BMCl 75 a 130, y peso específico API desde 0 a 202 aproximadamente.

El invento no se limita al empleo de tales aceites aromáticos concentrados. Pueden emplearse otros

287160



aceites tales como queroseno, hidrocarburos de límites de ebullición de gasolina, naftas pesadas o ligeras o aceites incluso más pesados que los gas oils de devolu-  
ción. Pueden emplearse materiales hidrocarbonados tales como gas natural, bien sea gas seco, gas natural bruto o húmedo según sale de los pozos de gas, o gas residual de una planta de extracción de gasolina o residuo de refinería. Además, pueden emplearse como carga hidrocarburos más pesados que dichos gases, tal como butano, pentano o análogos. En general, pueden emplearse en el procedimiento la mayoría de los hidrocarburos. La alimentación puede inyectarse en forma de un líquido a través de un atomizador o rociador, aunque se prefiere inyectar la alimentación en forma de vapor. Son igualmente apropiados hidrocarburos procedentes de otras fuentes distintas del petróleo, tal como por ejemplo gas de carbón de baja temperatura destilados de alquitrán de hulla, y gases y destilados de pizarra. Estas cargas pueden contener la mayoría de cualquiera de las clases de compuestos hidrocarbonados, tal como por ejemplo hidrocarburos saturados o insaturados, parafinas, olefinas, aromáticos, naftenos o cualquier otra clase de la que pueda disponerse.

Aun cuando no se trata de limitar el invento a ninguna teoría operatoria, se cree actualmente que el efecto del aditivo de metal alcalino en la disminución de las propiedades de módulo del negro de humo es debido a alguna modificación de la misma reacción formadora de negro de humo que da como resultado el que el aditivo sea retenido en o sobre el producto de negro de humo. Se ha observado que dicho aditivo tiene que estar presente du-

287130



rante la reacción formadora de negro de humo. La introducción de dicho aditivo en el extremo aguas abajo de la zona de reacción produce un efecto pequeño, o nulo, sobre el producto de negro de humo. Actualmente se cree que la acción del aditivo es debida, de algún modo que no se conoce en este momento, a la presencia de iones de metal alcalino en la sección de reacción del horno durante la formación del negro de humo. Se ha observado que la naturaleza de la porción aniónica, en el caso de compuestos inorgánicos, o de la porción orgánica, en el caso de compuestos orgánicos, es de importancia secundaria. Así, pues, el metal alcalino mismo, en alguna forma activa durante la formación del producto de negro de humo, parece que es el aditivo activo del invento.

Análogamente, tampoco se comprende por completo actualmente el efecto que produce el incremento del tiempo de residencia cuando se emplea en combinación con la formación del negro de horno en presencia de una sustancia que contiene un metal alcalino, como sucede en la práctica del invento. Puede suceder que la presencia del metal alcalino en forma iónica o en alguna otra forma catalice el efecto del dióxido de carbono y el vapor de agua contenidos en los gases de combustión sobre el producto de negro de humo y cambie de este modo las características de vulcanización de dicho producto de negro de humo. En todo caso, comparando los ensayos 2, 3, y 4 con el ensayo 1, se ve que el efecto combinado de las dos operaciones principales del invento sobre las propiedades de módulo es mayor en el ensayo 4, en el que se emplearon las dos operaciones mencionadas, que la suma del efecto de dichas operaciones tal como se emplearon individualmente en



los ensayos 2 y 3.

El índice de correlación BMCI a que se ha aludido es un índice de correlación desarrollado por el United States Bureau of Mines, y se emplea para designar la aromaticidad de un aceite: un índice numérico mayor re-  
5 presenta un aceite más aromático. El índice se calcula a partir de la fórmula

$$C.I. = \frac{48640}{K} + 473,7G - 456,8$$

10 donde

C.I. = índice de correlación del Bureau of Mines

K = punto de ebullición promedio (°K)

G = peso específico a 15,5/15,5°C.

La absorción de aceite se mide añadiendo  
15 unas pocas gotas de aceite de una vez sobre una muestra de un gramo de negro de humo colocada sobre una placa de vidrio o piedra de mezclado. Después de cada adición, se incorpora el aceite íntimamente mediante una espátula, ejer-  
ciendo una presión moderada. Se forman gránulos peque-  
20 ños, que van aumentando gradualmente de tamaño a medida que se agrega más aceite. El punto final al que se lle-  
ga mediante una gota de aceite añadida de una vez, se al-  
canza cuando se forma una única bola de pasta rígida. Los resultados se expresan como cc. de aceite por gramo de ne-  
25 gro de humo, o se convierten a litros de aceite por cada 45 kg. de negro de humo.

El ensayo del fotolómetro constituye una me-  
dida del contenido de alquitrán y por tanto mide la cali-  
dad del producto de negro de humo. El contenido de alqui-  
30 trán de negro de humo se determina mezclando 2 gramos de

287160



600000

ensayo de módulo 300% arriba mencionado. El término "elon  
gación" representa el alargamiento o elongación en el punt  
to de ruptura. Todos los ensayos mencionados se determin  
nan de acuerdo con la norma ASRM D 412-51T, y se realiz  
5 zan a 26,6°C., a menos que se indique otra cosa.

El "enlace cruzado" se determina a partir del  
recíproco del hinchamiento en volúmen y el módulo de equi  
librio, según se ha descrito por P.J.Flory, J.Rehner, Jr,  
Journal of Chemical Physics, 11, 521 (1943) y P.J.Flory,  
10 Ibid, 18, 108 (1950).

El valor "Mooney compuesto ML-4,100°C" se de  
termina de acuerdo con la norma ASTM D-927-57T, empleando  
un viscosímetro Mooney, rotor grande, 4 minutos a menos  
que se indique otra cosa.

15 El invento no se limita a ninguna clase de  
condiciones operatorias de horno particulares. Pueden em  
plearse condiciones adecuadas cualesquiera. En general,  
la temperatura dentro de la sección de combustión estará  
comprendida entre los límites de 1.260 y 1.704°C., la  
20 temperatura dentro de la sección de reacción estará com  
prendida entre los límites de 1371 y 1649°C., la relación  
volumétrica de aire tangencial a gas tangencial estará com  
prendida entre los límites de 6,6 y 20, y la temperatura  
de precalentamiento de aceite estará comprendida entre los  
25 límites de 149 y 454°C según que el aceite se introduzca  
en forma de líquido o de vapor. Pueden emplearse otras  
condiciones operatorias adecuadas fuera de estos límites,  
para producir negros de humo específicos con propiedades  
específicas.

30 Aunque el invento se ha descrito e ilustra-

287160



negro de humo con 50 cc. de cloroformo, hirviendo la mezcla, filtrando y determinando el porcentaje de transmitancia de luz del filtrado en comparación con la transmitancia de una muestra en blanco de cloroformo. Conviene realizar la comparación con un colorímetro fotoeléctrico, por ejemplo un colorímetro Lumerton a una longitud de onda de 440 mu, una intensidad luminosa de 20 y una cubeta de 1 cm de largo. Se define de modo arbitrario un negro de humo exento de alquitrán como aquel que acusa, en ensayos sobre muestras tomadas después de granular, una transmitancia mayor de 85% de acuerdo con este procedimiento. La granulación del negro de humo flocculento (que no se describe) por los procedimientos corrientes eleva el número del fotolómetro 5 puntos, o más, desde 80 a 85 por ejemplo. Algunas veces se emplea acetona en vez de cloroformo en el procedimiento de ensayo. La transmitancia por ciento equivalente a 85% con cloroformo, es aproximadamente 92% con acetona. La acetona o el cloroformo original empleados para el ensayo deben ser prácticamente incoloros. Cuando se menciona el término "fotolómetro" sin citar el disolvente, se admite en esta técnica especial que el disolvente empleado es el cloroformo.

En las Tablas anteriores, el término "módulo 300%, kg./cm<sup>2</sup>" se refiere a la tracción en kilogramos por centímetro cuadrado en un ensayo de tracción, cuando la pieza ensayada de caucho vulcanizado ha sido estirada el 300% de la longitud de la pieza de ensayo original. El término "resistencia a la tracción, Kg./cm<sup>2</sup>" representa la tracción en kilogramos por centímetro cuadrado en el punto de ruptura de la pieza de ensayo que experimenta el

237160



do en los ejemplos con referencia particular al uso de los negros de humo del invento en caucho natural, el invento no se limita a ésto. Si se desea, los negros de humo producidos de acuerdo con el invento pueden entrar también en composiciones con varios cauchos sintéticos.

Igualmente, aunque el invento se ha descrito e ilustrado particularmente con referencia al empleo de un horno y procedimiento de llama tangencial de tipo de precombustión, no se limita a ésto. Este invento puede aplicarse también en otros hornos de llama tangencial, por ejemplo en los descritos en las patentes anteriormente mencionadas y en otros tipos de hornos y procedimientos para fabricación de negro de humo.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en E.U.A. el 28 de Junio de 1962, bajo el nº 206.087 se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

-- N O T A --

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de ésta Patente de Invencción en Espaa, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un procedimiento para fabricar negro de humo en horno por descomposición térmica de un material de carga hidrocarburado flúido en un horno de produc



ción de negro de humo y en condiciones de producción de negro de humo, procedimiento durante el cual se ajusta la calidad deseada de al menos una propiedad de dicho negro de humo introduciendo en la zona de reacción de formación de negro de humo en dicho horno una sustancia que comprende un metal alcalino; caracterizado dicho procedimiento por las etapas de introducir en dicho horno una proporción de dicho metal alcalino suficiente para efectuar tan solo una parte de dicho ajuste de calidad deseado, y mantener el negro de humo así producido, en la zona de reacción de dicho horno, durante un período suficiente para efectuar el resto de dicho ajuste de calidad deseado.

2.- El procedimiento del punto 1, caracterizado por el hecho de que dicha propiedad a ajustar es una reducción del módulo del negro de humo en caucho.

3.- El procedimiento del punto 2, caracterizado por el hecho de que dicho metal alcalino está presente en proporción suficiente para efectuar desde al menos un 25% hasta no más del 75% de dicha disminución deseada en las propiedades de módulo.

4.- El procedimiento del punto 1, 2 ó 3, caracterizado por el hecho de que dicho metal alcalino es el potasio, y está presente en proporción comprendida entre los límites de 1 a 200 partes en peso de potasio por millón de partes en peso de dicha carga de alimentación.

5.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 1 a 4 inclusive, caracterizado por el hecho de que el negro de humo así producido es mantenido en la zona de reacción durante un período más largo que el necesario pa



ra la producción de un negro de humo esencialmente exento de alquitrán.

5 6.- El procedimiento del punto 5, caracterizado por el hecho de que dicho negro de humo así producido es mantenido en dicha zona de reacción durante un período comprendido entre los límites de 1,5 a 9 veces el período o intervalo de tiempo necesario para producir un negro de humo exento de alquitrán.

10 7.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 1 a 6 inclusive, caracterizado por el hecho de que dicho metal alcalino está en forma de cloruro potásico, y se halla disperso en dicha carga hidrocarburada de alimentación en forma de solución acuosa y en proporción comprendida entre los límites de 2 a 100 partes en peso a base del  
15 potasio por millón de partes en peso de dicho material de carga.

8.- UN PROCEDIMIENTO PARA FABRICAR NEGRO DE HUMO.

20 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado..

Esta Memoria consta de treinta y seis hojas escritas por una sola de sus caras.

Madrid,

28 JUL 1963

P. A.

*[Handwritten signature]*  
ALBERTO DE...  
Por...  
*[Handwritten signature]*

287160

TABLA I-B

Producción de negro de humo

Negro de canal  
EPC

Carga de aceite	Producción de negro de humo			Negro de canal					
	1	2	3	4	5	6	7	8	
No de identificación	A	A	B	A	B	B	A	A	
Contenido de KCl añadido, ppm.	0	50	0	50	0	0	15	150	
<b>Condiciones Operativas del horno</b>									
Velocidad de alimentación de aceite, l/h.	947,0	948,1	946,7	945,4	796,4	665,8	948,1	957,6	
Temp. precalentamiento aceite, °C.	415	413	415	413	415	415	415	415	
Longitud sección reacción, m.	1,3	1,3	3,3+1,8*	3,3+1,8*	3,3+1,8*	3,3+1,8*	3,3+1,8*	1,2	
<b>Producto de negro de humo</b>									
Rendimiento, kg./5,785 l.	1,49	1,45	1,54	1,46	1,27	1,04	1,44	1,53	
Potolómetro	90	90	100	100	100	100	100	94	
Área superficial N <sub>2</sub> , m <sup>2</sup> /gr.	118,7	121,4	150,2	145,2	192,0	266,5	148,5	125,4	
Absorción de aceite, cc/gr.	1,33	0,96	1,50	0,92	1,42	2,41	1,08	0,95	
pH	9,85	9,85	9,7	8,8	8,9	7,1	9,5	9,5	
<b>Evaluación del producto de negro de humo en caucho.</b>									
Mooney compuesto, ML-4 a	75,2	74,2	73,8	75,6	76,8	79,8	77,0	77,2	
Modulo 300%, kg./cm <sup>2</sup> .	129,3	102,6	115,3	80,8	99,8	80,1	92,8	80,1	
Resistencia a la tracción, kg./cm <sup>2</sup> .	299,4	386,5	309,3	321,3	300,1	293,1	302,9	320,50	
Elongación, %	520	596	580	620	590	620	600	610	
Enlace cruzado, 2/x 10 <sup>4</sup> mol/cc.	1,60	1,51	1,46	1,34	1,23	0,94	1,42	1,45	

\* 3,3 m de la porción aguas arriba 10 más 1,8 m de la porción aguas abajo 10<sup>4</sup> (véase fig. 1).

287160

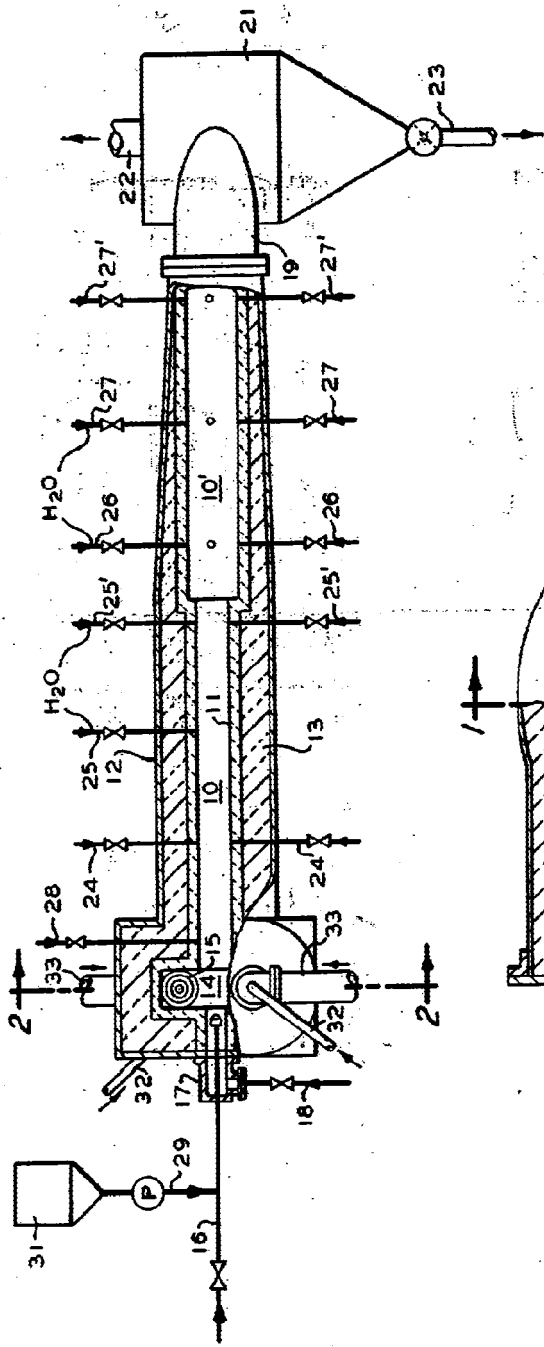


FIG. 1

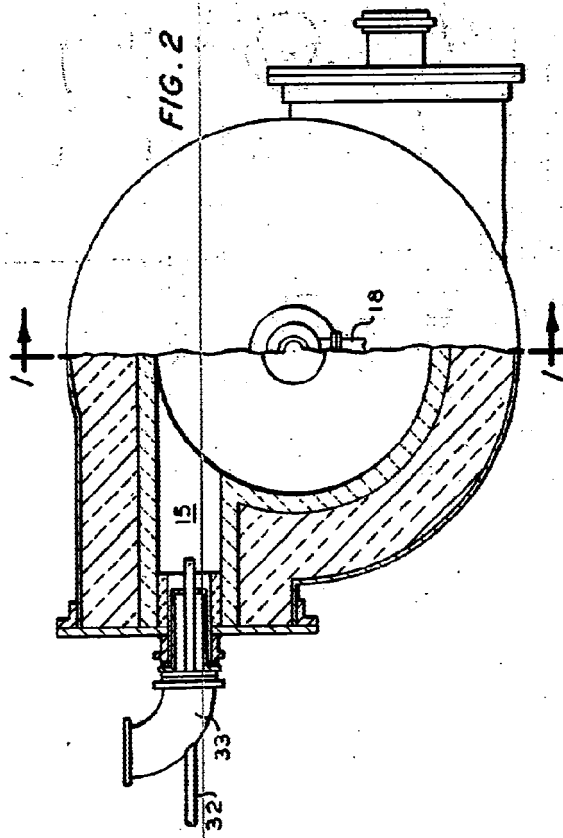


FIG. 2

287160

*Handwritten signature*