

321793



PATENTE DE INVENCION

MEMORIA DESCRIPTIVA

Sobre .

" PROCESO PARA LA FABRICACION DE NEGRO DE CARBON "

Solicitante: CONTINENTAL CARBON COMPANY, Entidad de nacionali-
dad estadounidense, con domicilio en 4848 Guiton,
HOUSTON 27, TEXAS (U.S.A.)

Inventor: D. Fred S. THORNHILL.



Esta invención concierne a la fabricación de negro de carbón, ampliamente empleado en la industria, incluyendo la composición de gomas; y, más particularmente se refiere a un proceso para el tratamiento del negro de carbón incluyendo el producto mejorado mediante el mismo.

5.- Por supuesto, hay un número de métodos bien conocidos para practicar la descomposición térmica o cracking de los materiales hidrocarburos con objeto de obtener negro de carbón; entre éstos se cuentan el proceso de incidencia o de canal -- (descomposición a llama abierta), el proceso de horno (descomposición por llama directa cerrada), de los que resultan diversos tipos y grados de negro de carbón.

10.- La presente invención se refiere a los negros de carbón producidos en horno mediante un aparato que comprende característicamente un reactor cilíndrico en el que tiene lugar la combustión del hidrocarburo que constituye la materia prima; incluyendo también una sección de apagado y una sección colectora para separar las partículas de negro de carbón de los gases efluentes calientes; un granulador en mojado que recibe el negro de carbón en forma de partículas en presencia de la cantidad apropiada de agua y convierte las partículas de negro de carbón en gránulos mojados de la dimensión adecuada, o bien un granulador en seco; y un secador del tipo tambor rotatorio en el que los gránulos mojados son sometidos a secado como preparación para las operaciones de una u otra clase que han de sufrir después.

15.- En el proceso convencional de recogida, transporte, granulación en mojado, secado y envasado del negro de carbón - gránulado, se han observado con frecuencia partes en ignición o rescoldo en diversos puntos del sistema, detrás de la zona - de reacción. Estas partes ígneas de negro de carbón hacen que el producto terminado sea de calidad inferior, y a veces originan incendios durante el transporte a la planta del consumidor.

20.-

25.-

30.-



321793

- Es bien sabido en el arte, que la temperatura de ignición del negro de carbón puede hacerse que descienda mediante la introducción de ciertos metales o sales de metales, particularmente las de metales alcalinos, por lo que éstas se añaden algunas veces a la zona de reacción para controlar las propiedades de módulo del compuesto de goma en el que se emplee el negro de carbón.
- 5.-
- Además, el agua usada en la zona de apagado, contiene muy frecuentemente cantidades apreciables de las sales antes citadas, suficientes, en efecto, para hacer descender apreciablemente la temperatura de ignición del negro de carbón durante el proceso de fabricación.
- 10.-
- Es sabido también en el arte que los negros de carbón de horno pueden ser oxidados por diversos métodos (es decir, calentamiento con HNO_3 , ozono, O_2 , NO_2 , etc.) para producir un negro de carbón de características similares a los obtenidos por el proceso de canal (EPC). Sin embargo, tales tratamientos dan lugar a una merma en las propiedades de envejecimiento, particularmente, cuando quedan presentes vestigios de metales tales como cobre, hierro, níquel, manganeso, etc.
- 15.-
- 20.-
- Entre los objetos de la presente invención está la provisión de un negro de carbón con una elevada temperatura de ignición, mediante éste proceso, para eliminar los posibles incendios, o rescoldos en el negro de carbón durante las etapas de producción del negro de carbón de horno subsiguientes a la zona de reacción.
- 25.-
- 30.-
- Es otro objeto de la presente invención el proveer, mediante este proceso, negro de carbón oxidado, de horno, con propiedades de envejecimiento muy mejoradas y, en la mayoría de los casos, apreciablemente superiores a las del negro de carbón EPC.



321793

5.- De acuerdo con las enseñanzas de la presente invención, el negro de carbón de horno es sometido al presente proceso introduciendo pequeñas cantidades de un compuesto fosforoso dentro o encima del negro de carbón, utilizando con preferencia compuestos o compuestos fosforosos en soluciones acuosas. El proceso de aplicación o introducción de los compuestos fosforosos y mezclas de los mismos, puede ser realizado en cualquier punto durante las operaciones de fabricación o manejo del negro de carbón. - Una incorporación preferida contempla la adición de compuestos fosforosos solubles en agua, bien al agua de apagado en la sección de apagado del reactor o bien al agua empleada en el granulador en mojado, o bien a ambas.

15.- La aplicación del compuesto fosforoso al negro de carbón, aumenta efectivamente la temperatura de ignición del negro de carbón sin afectar en forma objetable a las propiedades de módulo del compuesto de goma en que se use el negro de carbón. Sin embargo, podrá observarse que la adición de los compuestos fosforosos solubles al agua del granulador en mojado, en forma única, no evitará que se quemé el carbón dentro de los sistemas colectores y de transporte del aparato de fabricación de negro de carbón.

20.- La efectividad de la presente invención en la consecución de sus objetivos queda demostrada por los ejemplos siguientes con negro de carbón HAF que fueron ensayados para el tiempo de ignición con varios niveles de temperatura, y donde el Ejemplo N° 4 representa el negro de carbón sin tratar o elemento de control; los Ejemplos Núms. 1 y 5 fueron tratados con una solución acuosa de Cloruro de Litio; los Ejemplos Núms. 2 y 6 con Cloruro de Potasio y los Ejemplos Núms. 3 y 7 con Acido Ortofosfórico (H_3PO_4).

30.-



321793

5. % de elemento
en peso de negro

	<u>Aditivo</u>		<u>400º C.</u>	<u>500º C.</u>
	1. Litio	1.0	5 minutos	2.5 minutos
	2. Potasio	1.0	15 minutos	5 minutos
	3. Fósforo	1.0	no ignición	2.5 horas
5.-	4. Negro de control	Ninguno	85 minutos	30 minutos
	5. Litio	0.1	5 minutos	2.5 minutos
	6. Potasio	0.1	15 minutos	5 minutos
	7. Fósforo	0.1	no ignición	2.5 horas

Según puede observarse, el Ejemplo Nº 3 contenía 1.0% en peso de elemento con relación al negro de carbón, y no se produjo ignición a 400º C, produciéndose a 500º C sólo después de una exposición de 2.5 horas. El Ejemplo Nº 7 demostró el mismo favorable resultado que en el Ejemplo Nº 3, pero con el 0,1% en peso de elemento con relación al negro.

15.- Distíngase, en cambio, el Ejemplo Nº 4, el negro de control, en el que se produjo la ignición a los 85 minutos a 400º C, y a los 30 minutos a 500º C. Los Ejemplos Núms. 1 y 5 con Litio al 1% y 0.1% respectivamente en peso del elemento, entraron en ignición, en ambos casos, a los 5 minutos a 400º C y a los 2.5 minutos a 500º C. Los Ejemplos Núms. 2 y 6, con Potasio al 1% y 0.1%, respectivamente, en peso del elemento, entraron en ignición, en ambos casos, a los 15 minutos a 400º C y a los 5 minutos a 500º C.

25.- El uso de la presente invención sobre el negro de carbón de horno, para obtener las características del proceso de canal (EPC) proporciona, además, mejores propiedades ante el envejecimiento. El presente proceso de tratar el negro de carbón con un compuesto fosforoso, puede hacerse antes o después del antes mencionado paso de la oxidación (es decir, del calentamiento con HNO₃, ozono, O₂, NO₂, etc.), por lo que puede verificarse, aceptablemente, en el tambor secador del aparato anteriormente descrito en la presente.

30.-

321793



Para demostrar la efectividad de éste aspecto de la invención, fueron preparadas tres muestras de negro de carbón de horno para el tratamiento con objeto de obtener las características EPC, quedando las mismas identificadas en la forma siguiente:

5.-

Muestra N° 1.- Negro de Carbón Oxidado con HNO_3 , de horno.

10.-

Muestra N° 2.- Negro de Carbón Tratado con $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, de horno, (fosfato amonico manobásico) en la proporción del 0.2% de fósforo sobre la base del peso de negro de carbón, y subsiguiente oxidación en el tambor secador con HNO_3 .

15.-

Muestra N° 3.- Negro de Carbón de Horno Oxidado con HNO_3 , como en el caso de la Muestra N° 1, tratado subsiguientemente con $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (Fosfato amónico monobásico) en la proporción de 0.2% de fósforo sobre la base del peso de negro de carbón.

20.-

Las tres muestras que se acaban de describir entraron en la composición de todas las fórmulas standard de gomas, - según el bien conocido procedimiento ASTM, y se compararon con el standard de negro de carbón EPC; se obtuvieron los resultados siguientes:

25.-



321793

		EPC		Muestra 1		Muestra 2		Muestra 3	
		Sin envejec ^x	Envejecido ^x	Sin envej.	Envejecido ^x	Sin enve-	Envejecido ^x	Sin envej.	Envejecido ^x
Tiempo cura en minutos									
Tracción kg/cm ²	30	297	174	278	138	282	218	273	197
	60	287	160	266	132	281	191	260	174
	90	270	147	241	123	267	186	239	165
Alargamien- to en %	30	565	325	540	290	535	330	570	365
	60	530	285	525	265	525	295	545	330
	90	530	275	500	255	520	320	535	320
Módulo 200%	30	765	1155	775	1115	795	1555	650	1270
	60	880	1405	825	1435	885	1585	720	1235
	90	845	1355	800	1195	830	1450	685	1225
Módulo 300%	30	1555	2125	1555	---	1630	2730	1350	2200
	60	1710	---	1605	---	1735	2700	1425	2240
	90	1620	---	1535	---	1670	2500	1350	2125

x Envejecido 72 horas a 105°C en horno de aire.

Como se observará, los mejores resultados se obtuvieron con las Muestras Núms. 2 y 3.

5.- Habiendo descrito así el proceso de la presente invención, y los nuevos y eficientes productos del mismo, reivindico como nuevo y deseo asegurar por Carta de Patente.

N O T A

10.- La Patente de Invención que se solicita para España por veinte años, de acuerdo con la vigente Legislación deberá recaer sobre: "PROCESO PARA LA FABRICACION DE NEGRO DE CARBON", con prioridad de las Demandas en U.S.A. Seriales Núms. 433.159, de fecha 16 de Febrero de 1.965 y 433.186, de fecha 16 de Febrero de 1.965, según las características esenciales de las siguientes:

15.-

R E I V I N D I C A C I O N E S

1ª.- Proceso para la fabricación de negro de carbón, partiendo de un hidrocarburo que constituye la materia prima y



321793

que se introduce en una zona de reacción formadora de negro de carbón para su descomposición térmica y formación de negro de carbón, el perfeccionamiento constituido por la adición de un compuesto fosforoso para el control de calidad del negro de carbón producido.

5.-

2ª.- Proceso para la fabricación de negro de carbón, partiendo de un hidrocarburo que constituye la materia prima y que se introduce en una zona de reacción formadora de negro de carbón para su descomposición térmica y formación de negro de carbón, el perfeccionamiento constituido por el incremento de la temperatura de ignición del negro de carbón mediante la adición de un compuesto fosforoso.

10.-

3ª.- Proceso para la fabricación de negro de carbón, partiendo de un hidrocarburo que constituye la materia prima y que se introduce en una zona de reacción formadora de negro de carbón para su descomposición térmica y formación de negro de carbón, incluyendo el tratamiento del negro de carbón bajo condiciones oxidantes para formar un producto de negro de carbón oxidado, el perfeccionamiento constituido por el control de la calidad del negro de carbón producido mediante la adición de un compuesto fosforoso.

15.-

20.-

4ª.- Proceso para la fabricación de negro de carbón, según la reivindicación 2ª, en el que el compuesto fosforoso es introducido en cantidad suficiente para proveer una cantidad de elemento fósforo igual al menos el 0.1% con relación al peso de dicho negro de carbón.

25.-

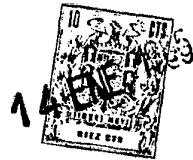
5ª.- Proceso para la fabricación de negro de carbón, según la reivindicación 2ª, en el que el compuesto fosforoso es introducido en cantidad suficiente para proveer una cantidad de elemento fósforo comprendida entre el 0.1% y el 1.0% aproximadamente con relación al peso de negro de carbón.

30.-



321793

- 5.- 6ª.- Proceso para la fabricación de negro de carbón, según la reivindicación 3ª, en el que el compuesto fosforoso es introducido en cantidad suficiente para proporcionar una cantidad de elemento fósforo igual al menos al 0.1% con relación al peso de dicho negro de carbón.
- 7ª.- Proceso para la fabricación de negro de carbón, según la reivindicación 1ª, en el que la calidad del negro de carbón producido es mejorada por la adición de una mezcla de compuestos fosforosos.
- 10.- 8ª.- Proceso para la fabricación de negro de carbón, según la reivindicación 1ª, en el que el compuesto fosforoso es soluble en agua.
- 15.- 9ª.- Proceso para la fabricación de negro de carbón, según la reivindicación 1ª, en el que el compuesto fosforoso es introducido en la parte de la zona de reacción del proceso.
- 10ª.- Proceso para la fabricación de negro de carbón, según la reivindicación 1ª, en el que el compuesto fosforoso es añadido al agua de apagado introducida en dicho proceso.
- 20.- 11ª.- Proceso para la fabricación de negro de carbón, según la reivindicación 1ª, en el que el compuesto fosforoso es añadido al agua de granulación introducida en dicho proceso.
- 25.- 12ª.- Proceso para la fabricación de negro de carbón, según la reivindicación 1ª, en el que el compuesto fosforoso es añadido a ambas aguas: a la de apagado y a la de granulado de dicho proceso.
- 13ª.- Proceso para la fabricación de negro de carbón, según la reivindicación 1ª, en el que el compuesto fosforoso es introducido en el proceso en una pluralidad de puntos.
- 30.- 14ª.- Proceso para la fabricación de negro de carbón, según la reivindicación 3ª, en el que el compuesto fosforoso es añadido al negro de carbón antes de someter a éste a las condiciones de oxidación.



321793

15ª.- Proceso para la fabricación de negro de carbón, según la reivindicación 3ª, en el que el compuesto fosforoso es añadido al negro de carbón después de que éste ha sido sometido a las condiciones de oxidación.

5.-

16ª.- "PROCESO PARA LA FABRICACION DE NEGRO DE CARBON".

Según queda sustancialmente descrito en la presente memoria descriptiva que consta de diez hojas escritas a máquina por una sola cara.

MADRID, 14 de Enero de 1.966

CONTINENTAL CARBON COMPANY

P.P.

FRANCISCO GARCIA CABRERIZO
P P

Firmado: M.ª Dolores Jorquera