



324570

324570

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 23 de marzo de 1966, con el núm. 324.570

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de HUGH J. DEERY, de nacionalidad norteamericana, residente en 15 a Cranston Street, Jamaica Plain, Massachusetts, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA OXIDAR NEGRO DE HUMO CON UN AGENTE OXIDANTE NITROGENADO".

El presente invento se refiere generalmente al tratamiento posterior de negro de humo y más particularmente al tratamiento de oxidación del negro de humo a temperaturas elevadas.

5

El negro de humo es un material bien conocido e importante del comercio. Dicho material ha encontrado aplicación en campos numerosos y variados tales como agentes de refuerzo para cauchos y elastómeros, pigmentos para plásticos, pinturas, lacas, tintas, etc. Evidentemente, un único negro de humo no es apropiado para su utilización

10

324570

10 MAR



en todas las aplicaciones; por ésto se han desarrollado diversos procedimientos de producción de negro de humo tales como los procedimientos térmico, de horno de aceite, de horno de gas y de canal que producen negros de humo con propiedades sustancialmente diferentes. Además, determinadas cualidades de los negros pueden ser modificadas después de la producción de los mismos.

Un procedimiento de tratamiento posterior particularmente importante comprende de una manera general someter a un negro a agentes oxidantes nitrogenados a temperaturas elevadas. Se ha encontrado que dicho procedimiento es particularmente valioso en el tratamiento de negros de humo. Se encuentra generalmente que los cambios en las propiedades de los negros oxidados resultantes hacen al negro superior para determinadas aplicaciones tales como agentes de refuerzo para composiciones vulcanizadas de caucho de bajo chamuscado y pigmentos de tinta que tienen características de fluidez prolongada.

Hasta ahora, dicho procedimiento se ha llevado generalmente a cabo sometiendo un negro a un agente oxidante nitrogenado en una zona de tratamiento mantenida a la temperatura deseada. Con el fin de que el procedimiento sea continuo, el negro no tratado juntamente con el agente oxidante son alimentados continuamente en un extremo de dicha zona y el negro tratado es retirado desde el otro extremo. Antes del embalaje y utilización del negro tratado, es necesario que los subproductos de oxidación nitrogenados y los residuos depositados sobre el negro y que son extremadamente tóxicos, sean retirados. Dicha retirada se efectúa generalmente sometiendo al negro a temperaturas

324570



por encima de aproximadamente 149°C mientras se purga con
aire y se hacen pasar los gases desprendidos a través de
un aparato de limpieza intensa antes de su disposición.
Además, de los problemas implicados en la evacuación de
5 dichos subproductos y residuos tóxicos y las caras torres
de levado, bombas, conductos, zonas de lixiviación, y si-
milares requeridas para lo mismo, la pérdida de dichos sub-
productos representa además otra significativa desventaja
económica de los procedimientos de la técnica anterior.

10 De acuerdo con el presente invento, sin embar-
go, estos problemas han sido resueltos.

Es un objeto, principal del presente invento
crear un nuevo procedimiento para oxidar negro de humo en
el que se logran de forma económica la recuperación y nueva
15 utilización de agentes oxidantes nitrogenados valiosos.

Es otro objeto del presente invento crear un
procedimiento para tratar el negro de humo que da como re-
sultado un producto de negro de humo oxidado que tiene muy
bajas concentraciones en agentes oxidantes nitrogenados o
20 en subproductos de oxidación asociados con el mismo.

Otros objetos del presente invento resultarán
en parte evidentes y en parte aparecerán en lo que sigue.

Los anteriores y otros objetos y ventajas del
presente invento se logran cuando el negro de humo es con-
25 ducido a través de una primera zona caldeada cerrada en
la que se cargan determinados agentes oxidantes nitroge-
nados y subsiguientemente en una segunda zona que está cal-
deada a una temperatura superior que dicha primera zona,
y ésta en comunicación abierta con la misma, y en la que
30 se carga un gas que contiene oxígeno libre en su extremo

324570



aguas abajo, en una dirección en contracorriente con el negro de humo que circula a su través.

Se puede tener una mejor comprensión del procedimiento del presente invento cuando se hace referencia a los dibujos anejos que forman parte de esta memoria en los que:

La figura 1 comprende una vista en alzado lateral esquemática de un aparato apropiado para los fines del presente invento.

La figura 2 comprende una vista en alzado lateral esquemática de un aparato preferido especialmente apropiado para los fines del presente invento.

Refiriéndose ahora a la figura 1, el negro de humo es cargado a través del conducto 11 y del tornillo sin fin 12, en un recinto cerrado 9 giratorio, que gira alrededor de su eje longitudinal. Se suministra calor al recipiente 9 de una manera tal que aumentan las temperaturas en el mismo generalmente hasta niveles de aproximadamente 38 a 65,5°C y superiores con un incremento progresivo en la temperatura a lo largo de la longitud del tambor hasta que se alcanzan temperaturas de al menos de aproximadamente 149 a 204,5°C en el extremo aguas abajo donde el negro de humo tratado es separado a través de la salida 17.

La sección aguas arriba del recinto 9 giratorio, designada como 1 en los dibujos y citada en lo que sigue como "zona 1" será por ésto la zona de temperatura inferior mientras que la sección aguas abajo que es designada como 2 y citada en lo que sigue como "zona 2" será la zona de temperatura superior. La transición entre la zona 1 y la zona 2 se verifica en la zona en que el nivel de

324570

10 MAY



temperaturas sube en el margen de 121 a 149°C, que deberá estar en la parte central del recinto 9. Un agente oxidante nitrogenado que será descrito mas completamente en lo que sigue es cargado a través de uno de los extremos del recinto 9 en formade líquido o vapor y es liberado en la zona 1 para que entre en contacto inicial con el negro a una temperatura por debajo de aproximadamente 149°C o puede ser absorbido previamente sobre el negro de humo que penetra en la zona 1 a través del tornillo 12. En el aparato ilustrado en la figura 1, el agente oxidante nitrogenado es liberado en el negro aproximadamente en el extremo aguas abajo de la zona 1 por medio del conducto 13, que se prolonga a través del extremo aguas abajo del recinto 9 y es dirigido en contracorriente con la dirección de circulación del negro. Lo importante es llevar al agente oxidante nitrogenado y al negro en contacto íntimo entre sí en la zona 1 donde las temperaturas son favorables para la reacción deseada.

Mientras tanto, el gas que contiene oxígeno libre es introducido cerca del extremo aguas abajo de la zona 2, la zona de temperatura superior, por ejemplo a través del conducto 15 de anillo, anular. La entrada de dicho gas en este punto lo hace circular en contracorriente con la corriente de negro a través de la zona 2 con lo que ayuda a la desorción desde el negro del agente oxidante nitrogenado no reaccionado y de los subproductos adsorbidos de la anterior reacción entre el negro y el agente nitrogenado. Al mismo tiempo se proporciona la oportunidad máxima para que el oxígeno libre en el mismo se combine químicamente con una porción de dichos subproductos para volver a



formar o regenerar los agentes oxidantes nitrogenados ac-
tivos. Dichos agentes oxidantes nitrogenados vueltos a
formar continúan entonces circulando en contracorriente
con la corriente de negro de humo en la zona 1 en que di-
chos agentes entran en contacto con más negro no tratado
5 o parcialmente tratado y así disminuyen la cantidad de
agente oxidante nitrogenado de repuesto que debe ser su-
ministrada de forma continua al proceso. Cuando el negro
tratado es retirado finalmente a través de la salida 17
10 está así sustancialmente exento de agentes oxidantes no
reaccionados o subproductos residuales, y sustancialmente
ningún residuo de agente oxidante ni ningún subproducto
escapa a través de la salida 17.

Por agentes oxidantes nitrogenados se entien-
den el ácido nítrico y los óxidos de nitrógeno. Los óxi-
dos de nitrógeno oxidantes son bien conocidos e incluyen,
por ejemplo, dióxido de nitrógeno, tetróxido de nitrógeno
y pentóxido de nitrógeno. Cuando el ácido nítrico es el
agente oxidante a utilizar, dicho ácido puede ser fumante,
concentrado o diluido y puede ser utilizado en forma de lí-
quido o vapor. Hablando de forma general, sin embargo, se
20 prefiere el ácido nítrico de al menos 40% de concentración
en peso en HNO_3 .

La forma en que se introduce el agente oxidan-
te nitrogenado no es altamente decisiva. Por ejemplo, di-
cho agente puede ser cargado normalmente en cualquier par-
te de la primera zona o puede ser mezclado con el negro an-
tes de la introducción del mismo en la primera zona. Inclu-
so puede ser introducido en la segunda zona pero, si así
30 es, deberá ser liberado en un punto al menos algo aguas

324570

10 MAY.



arriba del punto de entrada del gas que contiene oxígeno libre. Preferiblemente, sin embargo, el agente oxidante nitrogenado es introducido en forma de vapor en la parte central del recinto 9, es decir en la última parte de la primera zona o en la parte aguas arriba de la segunda zona, a causa de que de esta manera se logra un contacto más completo entre el agente oxidante y el negro y se proporciona de esta manera un tiempo de permanencia máximo a temperaturas favorables de reacción para las mezclas resultantes. Cuando el ácido nítrico es el agente oxidante a utilizar, puede ser volatilizado por ejemplo por caldeo antes de la introducción del mismo.

Tal como se ha indicado anteriormente, la temperatura de dicha primera zona deberá estar generalmente dentro del margen aproximadamente entre 65,5°C y 149°C. Preferiblemente las temperaturas en su interior se mantienen entre aproximadamente 93°C y aproximadamente 121°C. A temperaturas sustancialmente por debajo de 65,5°C, por ejemplo a aproximadamente 49°C, la oxidación del negro se verifica usualmente a una velocidad muy reducida. A temperaturas sustancialmente por encima de 149°C, la velocidad a la que se verifica la desorción es aumentada ampliamente comparada con la velocidad de reacción con el negro, y el grado de tratamiento tiende a ser reducido.

La temperatura de la segunda zona deberá ser mantenida dentro del margen entre aproximadamente 121°C y aproximadamente 204,5°C (y preferiblemente 149°C) con el fin de desorber los subproductos y residuos libres desde el negro. A temperaturas sustancialmente mayores que aproximadamente 204,5°C, a saber a 260°C, el área superficial



y otras propiedades del negro de humo que es tratado son afectadas sustancialmente, lo cual es normalmente indeseable. Por ejemplo el área superficial de un negro tiende a ser incrementada sustancialmente por tratamiento con
5 agentes oxidantes a dichas temperaturas elevadas.

Se deberá notar que la división de zonas caldeadas anteriormente tratada es en cierta extensión artificial y se crea solo para aclarar la mecánica del presente procedimiento. Alguna oxidación del negro se verifica
10 en la segunda zona mientras que algo de desorción se verifica en dicha primera zona. Sin embargo, a las temperaturas que se encuentran en dicha segunda zona, la desorción de los residuos de oxidación y de los subproductos se verifica a una velocidad mucho mayor que dentro de dicha
15 primera zona y el efecto conjunto en la segunda zona es una supresión de la oxidación del negro. Así, el presente invento se puede efectuar en zonas caldeadas que están separadas físicamente o en un único recinto que está caldeado selectivamente a las temperaturas de la primera
20 zona cerca del extremo aguas arriba y a las temperaturas de la segunda zona hacia el extremo aguas abajo.

Los gases que contienen oxígeno libre apropiados para los fines del presente invento son generalmente cualesquiera gases que comprenden oxígeno molecular. Evidentemente, es normalmente importante que las sustancias
25 presentes distintas del oxígeno molecular libre sean sustancialmente inertes químicamente con respecto al negro, a los agentes oxidantes nitrogenados y a los subproductos de la reacción de oxidación. Preferido para su utilización en
30 el presente procedimiento debido a la disponibilidad del

324570



mismo en grandes cantidades y a la ausencia en el de can-
tidades sustanciales de sustancias nocivas, es el aire
seco. Claramente, sin embargo, son también apropiados otros
gases que contienen oxígeno libre tales como mezclas de
5 helio y oxígeno o mezclas de nitrógeno y oxígeno u. oxíge-
no solo.

La proporción de gas que contiene oxígeno li-
bre a cargar en el extremo aguas abajo de la segunda zona,
está sometida a una variación considerable. La cantidad
10 requerida para cualquier ensayo particular depende en gran
extensión de parámetros tales como el tipo de negro que
es tratado, las proporciones de agentes oxidantes nitroge-
nados de respuesta que son cargadas en la primera zona,
las temperaturas mantenidas dentro de dichas zonas la y 2a,
15 los tiempos de permanencia del negro dentro de dichas zo-
nas, los volúmenes y longitudes de las zonas, etc. Corres-
pondientemente, dicha cantidad puede ser determinada mejor
durante operaciones reales. Hablando de forma general, sin
embargo, se deberá cargar en la segunda zona suficiente
20 cantidad de gas que contiene oxígeno libre para: (a) crear
al menos una cantidad suficiente estequiómetricamente de
oxígeno molecular para volver a convertir sustancialmente
todos los subproductos de óxidos de nitrógeno inferiores
que se pueden producir a partir del agente oxidante nitro-
25 genado, tales como NO, en los óxidos de nitrógeno triva-
lentes o de valencia superior, y (b) mantener los alrede-
dores de la salida del negro de humo sustancialmente exen-
tos de forma completa de la presencia de vapores de óxidos
de nitrógeno y/o de ácido nítrico. Preferiblemente, se
30 proporciona un exceso de gas que contiene oxígeno libre.



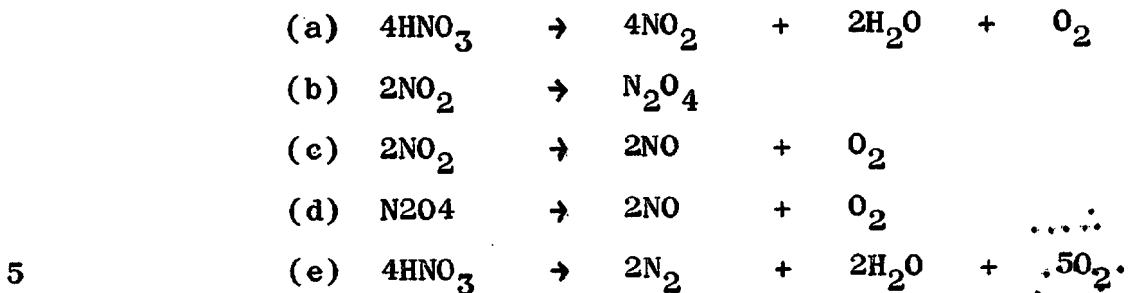
El punto de entrada del gas que contiene oxígeno libre y la dirección en que éste es introducido en la segunda zona 2 de temperatura superior se deberán escoger de manera que esté aguas abajo del punto de liberación del agente oxidante nitrogenado y de manera que proporcionen (a) una purga o barrido sustancialmente completo de los alrededores de la salida de negro de humo y (b) una circulación en contracorriente con la corriente de negro. Se ha encontrado que el punto ideal de entrada está generalmente en el extremo aguas abajo de la zona 2 en las proximidades de la salida 17 de negro de humo. Preferiblemente dicho gas que contiene oxígeno libre es precalentado entre aproximadamente 121°C y aproximadamente 204,5°C antes de la introducción del mismo en la zona 2.

Aunque se pueden obtener beneficios cuando el negro es conducido a través de las zonas caldeadas sin agitación adicional especial del mismo se prefiere grandemente que dicho negro sea agitado sustancialmente de forma constante en ambas de dichas zonas caldeadas. De esa manera el negro tiende a ser tratado uniformemente en cada zona. Dicha agitación se puede lograr de cualquier manera apropiada tal como con agitadores de revolución del tipo articulado, hojas elevadoras o por vibración del negro mientras éste pasa a través de las zonas.

Aunque no se pretende estar ligado por la siguiente explicación se cree que durante la oxidación de un negro de humo por un agente oxidante nitrogenado tal como ácido nítrico a elevadas temperaturas, pueden verificarse las siguientes reacciones:

324570

10 MAY 1951



10 Se señala que la reacción representada por la ecuación (e) es normalmente irreversible y es causa del agente oxidante nitrogenado perdido irrecuperablemente que debe ser repuesto definitivamente. El oxígeno naciente producido por dichas reacciones reacciona fácilmente con el negro de humo desplazando de esta manera a dichas reacciones hacia la derecha. De acuerdo con el presente invento, sin embargo, cuando un gas que contiene oxígeno libre es cargado en la segunda zona se verifica probablemente la inversa de

15 dichas reacciones y en particular de las reacciones anteriores (c) y (d) volviendo a formar de esta manera los agentes oxidantes nitrogenados originales para su nueva utilización en la zona 1 de acuerdo con los fines del presente invento. Además, cuando el agua está presente, se

20 puede formar de nuevo ácido nítrico:



25 Se señala sin embargo que cuando durante un prolongado periodo de tiempo se utilizan grandes cantidades de ácido nítrico diluido como agente oxidante o si el negro que es tratado contiene grandes cantidades de humedad adsorbidas sobre el mismo, se deberá efectuar alguna previsión para la retirada de humedad del sistema ya que de

324570

10

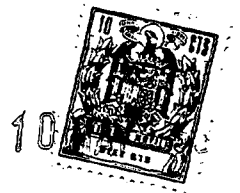


otra manera la concentración de humedad puede aumentar dentro del sistema e interferir eventualmente con el proceso oxidante. La retirada de la humedad se logra fácilmente utilizando por ejemplo el aparato ilustrado en la figura 2 cuyo aparato es esencialmente un duplicado del aparato ilustrado en la figura 1 excepto que el condensador 20 provisto con camisa 22 de agua está dispuesto para retirar los gases de la zona 1 por medio del conducto 24, separar por condensación la humedad desde los mismos y devolver los gases remanentes a través del conducto 26. Se evacua la humedad separada de los gases a través del colector 28. Evidentemente, los conductos 24 y 26 pueden ser colocados en cualquier lugar con relación al recinto 9, si se desea. Por ejemplo, el conducto 24 puede ser situado además aguas abajo a lo largo de la longitud del recinto 9. Preferiblemente, sin embargo, los gases del conducto 26 son siempre devueltos a la corriente de alimentación de negro de humo entrante ya que de esta manera se logra una operación extremadamente eficaz.

En los siguientes ejemplos ilustrativos no limitadores se determina la extensión de oxidación del negro tratado por análisis del "contenido en volátiles" comprende calentar un peso contenido de negro seco aproximadamente a 954,5°C durante un corto tiempo. Después de enfriar, la muestra de negro es pesada de nuevo y los pesos resultantes son aplicados a la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de volátiles} = \frac{\text{peso antes de calentar} - \text{peso después de calentar}}{\text{peso antes de calentar}} \times 100$$

324570



EJEMPLO 1

Un aparato del tipo mostrado en la figura 1 que comprende un cilindro 9 de vidrio de aproximadamente 1.200 mm de longitud y un diámetro interior de aproximadamente 95 mm es precalentado exteriormente (no mostrado) a una temperatura interior media de aproximadamente 121°C dentro de la zona 1 que tiene una longitud de aproximadamente 725 mm. y a una temperatura media de aproximadamente 176,5°C en la zona 2 que tiene una longitud de aproximadamente 475 mm. El cilindro 9 es hecho girar entonces aproximadamente a 5 r.p.m. por medios externos (no mostrados) y se carga continuamente Vulcan 9, un negro de humo de horno de aceite granulado SAF producido por Cabot Corporation que tiene un contenido en volátiles de aproximadamente 1,5%, en la zona 1 por medio del conducto 11 y del tornillo sin fin 12 a una velocidad de aproximadamente 750 g/hora. Simultáneamente se cargan en la zona 1 a través del conducto 13 vapores de ácido nítrico al 70% precalentados a aproximadamente 135°C a una velocidad de aproximadamente 45 g/hora. También, nitrógeno precalentado a aproximadamente 121°C fué cargado continuamente a través del conducto 15 en la zona 2 a una velocidad de aproximadamente 0,085 m³/hora. Se observó visualmente que los alrededores inmediatamente próximos a la salida 17 y que se extienden aproximadamente 150 mm aguas arriba del mismo estaban exentos de humos coloreados de orín y permanecieron libres durante todo el ensayo que duró aproximadamente 24 horas. El producto fué recogido en la salida 17. A intervalos de 1 hora se recogieron muestras del producto en la salida

324570

10 MAY



17 y cada muestra fué sometida al procedimiento de ensayo de volátiles antes descrito. El contenido medio en volátiles del producto de negro resultó ser de aproximadamente $3,8\% \pm 0,15\%$. Además, se determinó que el residuo de ácido sobre el producto de negro de humo era tan pequeño que era imposible de medir.

EJEMPLO 2

Este ejemplo era esencialmente una repetición del ejemplo 1 con la excepción de que en lugar de nitrógeno se cargó a través del conducto 15 de forma continua en la zona 2 aire precalentado a aproximadamente 121°C a una velocidad de aproximadamente $0,085 \text{ m}^3/\text{hora}$. Se encontró que el contenido en volátiles del producto de negro de humo era como media de aproximadamente $4,5\% \pm 0,15\%$ y el residuo de ácido del mismo era tan pequeño que era imposible de medir.

Cuando se repitió el anterior proceso con la excepción de que la zona 2 es mantenida a aproximadamente 121°C en lugar de 171°C aproximadamente, el negro de humo resultante tenía un contenido medio en volátiles de aproximadamente $4,6\%$, pero también tenía un residuo de ácido de aproximadamente 1% en peso del producto de negro, lo que indica que residuos de ácido habían permanecido sobre el negro en lugar de desorberse del mismo.

25

EJEMPLO 3

Este ejemplo era una repetición del ejemplo 2



con la excepción de que la velocidad de circulación o caudal de vapor de ácido nítrico al 70% fué reducida a aproximadamente 20 g/hora. El negro de humo resultante tenía esencialmente el mismo contenido en volátiles y en residuo de ácido que el producto de negro del ejemplo 1. Correspondientemente, para una magnitud dada del tratamiento de oxidación se necesita utilizar una cantidad sustancialmente menor de agente oxidante en el presente procedimiento que en los procedimientos hasta ahora utilizados.

EJEMPLO 4

Este ejemplo era una repetición del ejemplo 2 con la excepción de que en lugar de introducir vapores de HNO_3 en la zona 1, el material de alimentación de negro fué impregnado antes de la introducción del mismo en la zona 1 con ácido nítrico al 70% en una proporción de aproximadamente 6 partes de ácido al 70% por cada 100 partes en peso de negro.

El negro tratado fué analizado y resultó tener un contenido en volátiles de aproximadamente 4,0% y un residuo de ácido que era tan pequeño que era imposible de medir.

EJEMPLO 5

Este ejemplo era un duplicado del ejemplo 2 con las excepciones de que el negro de humo cargado en la zona 1 que estaba caldeada a aproximadamente 107°C era

324570

10 MAY.



Black Pearls 74, un negro de canal granulado producido por Cabot Corporation que tenía un diámetro medio de partículas de aproximadamente 17 milimicras y un contenido en volátiles de aproximadamente 5%. Después que se inició la rotación del cilindro 9 a aproximadamente 5 r.p.m., se introdujo gas NO_2 a través del conducto 13 a una velocidad de aproximadamente $0,028 \text{ m}^3/\text{hora}$. La zona 2 estaba calentada a aproximadamente $190,5^\circ\text{C}$. Se cargó aire en el extremo aguas abajo de la zona 2 a través del conducto 15 a una velocidad de aproximadamente $0,113 \text{ m}^3/\text{hora}$ y el negro fué sacado a través de la salida 17. El contenido en volátiles del negro tratado se determinó que era de aproximadamente 9%.

Quando se repitió el procedimiento del ejemplo 5 con la excepción de que se utilizó gas nitrógeno en lugar de aire, se encontró que el contenido en volátiles del producto de negro era de aproximadamente 7%.

Evidentemente, se pueden efectuar muchos cambios en los anteriores ejemplos y en la descripción sin apartarse del alcance del presente invento.

Por ejemplo, aunque solamente negros de horno de aceite y de canal fueron tratados en los anteriores ejemplos, se pueden tratar evidentemente también otros tipos de negro de humo por el presente procedimiento.

También, el gas que contiene oxígeno libre puede ser cargado en la segunda zona caldeada de una manera diferente a la descrita en las figuras o ejemplos. Por ejemplo, dicho gas puede ser introducido a través de la salida 17.

Las zonas caldeadas pueden ser separadas tam-



bién físicamente por ejemplo utilizando dos aparatos del tipo mostrado en la figura 1, en serie. Es importante, sin embargo, que dichas zonas estén en abierta comunicación entre sí con el fin de que (1) el negro de humo pueda circular de una a otra y (2) los gases desorbidos en la zona 2 puedan circular dentro de la zona 1.

También, evidentemente, el tiempo de permanencia del negro de humo en un aparato dado del tipo ilustrado en las figuras 1 y 2 puede ser controlado por control de la velocidad de alimentación del negro y/o la magnitud de la inclinación y la velocidad de rotación del cilindro 12.

Correspondientemente, se piensa que la anterior descripción sea considerada de naturaleza ilustrativa y que no limite de ninguna manera el alcance del presente invento.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 23 de marzo de 1965, con el nº 442.057, 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 esta solicitud de Patente de invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:



1.- Un procedimiento para oxidar negro de humo con un agente oxidante nitrogenado caracterizado porque el negro de humo es primero puesto en contacto con el agente oxidante nitrogenado en una primera zona mantenida a temperaturas entre alrededor de 65° y alrededor de 150°C y seguidamente es conducido de manera continua a través de una segunda zona contigua en la cual la temperatura se mantiene a niveles algo más altos que en dicha primera zona, y generalmente en un intervalo comprendido entre alrededor de 121° y alrededor de 205°C, segunda zona a través de la cual se hace circular continuamente un gas que contiene oxígeno libre en una dirección en contracorriente con la circulación de dicho negro de humo a través de ella.

2.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual las temperaturas en dicha primera zona se mantienen a un nivel entre aproximadamente 93° y 121°C. y las temperaturas en la segunda zona se mantienen a un nivel de aproximadamente 149°C a aproximadamente 205°C.

3.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual el agente oxidante nitrogenado es ácido nítrico u óxidos nitrogenados en los cuales el nitrógeno tiene una valencia media de al menos tres.

4.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual dicho gas que contiene oxígeno libre es aire.

5.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual las dos zonas están en comunicación directa entre sí y el negro de humo es agitado continuamente cuando pasa a través de las mismas.

6.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual son retirados los gases subproducto del proceso y son devueltos para la readsorción por negro de humo de nueva aportación en dicha primera zona.

324570



7.- El procedimiento de la reivindicación 6 en el cual la mezcla es retirada de dichos gases subproducto antes de que sean devueltos para su readsorción.

8.- Aparato para tratamiento oxidante de negro de humo que comprende un recinto giratorio calentado que tiene medios para introducir negro de humo en un extremo y para retirar el negro de humo tratado en el otro extremo caracterizado porque las temperaturas a las cuales dicho recinto es calentado continuamente aumentan desde la entrada de negro de humo a la salida de negro de humo y están dispuestos medios para introducir un agente oxidante nitrogenado en algún punto en la sección del recinto entre la temperatura más baja y la media y para introducir un gas que contiene oxígeno libre cerca del extremo de temperatura más alta de dicho recinto, siendo dicho gas que contiene oxígeno dirigido en contracorriente con la circulación de dicho negro de humo en él.

9.- El aparato de la reivindicación 8, en el cual se disponen medios para retirar gases subproducto de dicho recinto en un punto considerablemente aguas arriba de dichos medios de entrada de gas que contiene oxígeno libre.

10.- El aparato de la reivindicación 9, en el cual son dispuestos también medios para retirar humedad de dichos gases subproducto recuperados antes de devolver los mismos al contacto con más negro de humo de nueva aportación cuando éste pasa a través de dicho recinto.

11.- Un procedimiento para oxidar negro de humo con un agente oxidante nitrogenado.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que

324570

10 MA



antecede, representada en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veinte hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 10 MAY. 1900

P. A.

Alberto de Eizaburu
P. A. Eizaburu



MMP.

324570

CLASSIFICATION

5/7

1/5

324570

78 WAT

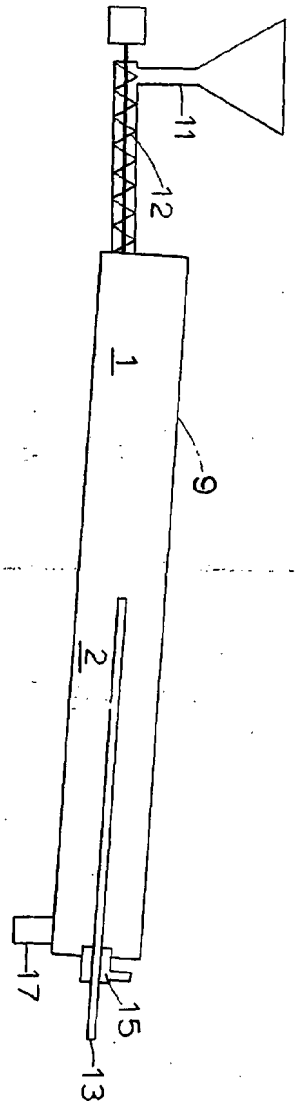


FIGURE 1

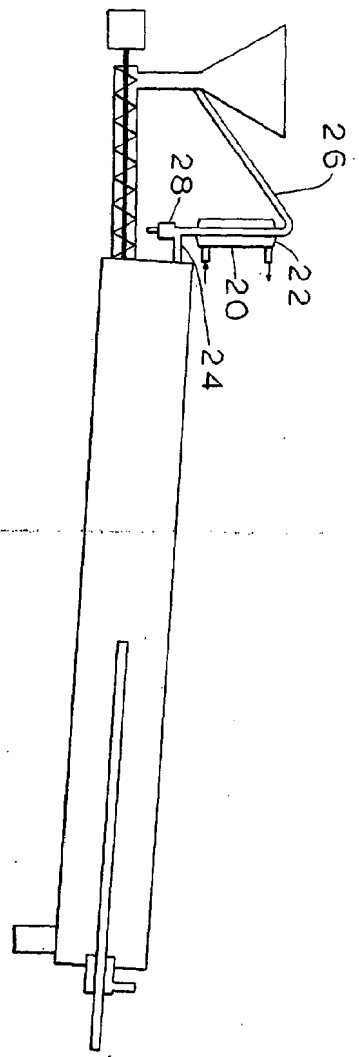


FIGURE 2

APPROVED
[Signature]
7/8 WAT