

PATENTE DE INVENCION

440,911

Int. Cl.: CO9C

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO MODULAR PARA PRODUCIR NEGROS
DE CARBON DE HORNO

CONCEDIDA
10 NOV. 1976

Solicitante: CABOT CORPORATION, entidad norteamericana, residente en 125 High Street, Boston, Massachusetts, EE.UU. de A.

Este invento se refiere a la producción de negros de carbón de horno que tienen muchas aplicaciones importantes tales como materiales de relleno, pigmentos y agentes de refuerzo en cauchos y plásticos. En general, el proceso de horno para preparar estos negros comprende la pirolización

y/o combustión incompleta de un material hidrocarburo, por ejemplo gas natural o material de ciclo en una zona de conversión cerrada a temperaturas superiores a 1000°C para producir negro de carbón. El negro de carbón arrastrado en los gases que emanan de la zona de conversión se enfría entonces y se recoge por cualquier medio apropiado empleado tradicionalmente en esta rama de la industria. No obstante, ha resultado extremadamente difícil que normalmente no factible desde un punto de vista comercial el producir negros de carbón de horno con características de estructura superiores a las resultantes normalmente del empleo de cualquier material particular.

Por consiguiente, el principal objeto de este invento es proporcionar un procedimiento nuevo y perfeccionado para producir negros de carbón que tienen características de estructura superiores a las normales.

Otro objeto de este invento es proporcionar un procedimiento perfeccionado para producir negros con estructura superiores a las normales que se caracterizan por tener buenas propiedades reforzantes.

Otros objetos diferentes, ventajas y características del presente invento resultarán evidentes a los expertos en la materia al considerar la descripción detallada que sigue y las reivindicaciones.

Según este invento, se ha averiguado que los objetos anteriores y otros objetos se consiguen añadiendo hidrocarburo líquido o gaseoso auxiliar a un proceso de formación de carbón específico según se describirá más adelante con detalle. El hidrocarburo líquido o gaseoso auxiliar se introduce en el proceso de formación de negro de carbón de este in-

vento de cualquier manera apropiada en un lugar en el proceso definido en adelante como zona de reacción sustancial. Por este término, "zona de reacción sustancial" se entiende aquella zona en el proceso de formación de carbón donde el producto hidrocarburo, previamente introducido, mezclado, pulverizado y evaporado, experimenta en el momento las reacciones principales de formación de carbón para formar las partículas de carbón. De un modo más particular, la zona de reacción sustancial según se denomina en la presente memoria, en el procedimiento del invento, se refiere a un punto situado después del lugar de inyección del producto hidrocarburo que se encuentra aproximadamente del 2% al 60% de la distancia a partir del punto de inyección del producto de hidrocarburo hasta el punto de introducción del medio de enfriamiento rápido. Para poner en práctica el presente invento, el hidrocarburo auxiliar se puede inyectar en la corriente de elaboración de cualquier manera conveniente como, por ejemplo, en una dirección axial o transversal a la dirección de flujo de la corriente gaseosa. Además, no es un factor crítico en qué punto del proceso se introduce el hidrocarburo auxiliar en tanto que el hidrocarburo auxiliar penetre en la zona de reacción sustancial en forma esencialmente sin reaccionar, por cuyo término se entiende una forma que no haya reaccionado todavía para producir partículas de negro de carbón. En una modalidad de preferencia, el hidrocarburo líquido o gaseoso se introduce en el proceso de formación de carbón en un punto situado más allá del lugar donde se inyecta el material de producto hidrocarburo en la corriente de gran velocidad de gases de combustión. Según resultará evidente más adelante, es importante el que el hidrocarburo auxiliar se introduzca en forma de

líquido o gas y también las cantidades de hidrocarburo auxiliar utilizado influyen en las propiedades de los productos resultantes.

5 El término "estructura" según se emplea en la presente memoria con relación a los negros de carbón define una propiedad primaria del negro de carbón en la que no influye
10 sensiblemente ninguna propiedad o combinación de propiedades. En general, el término se emplea en esta rama de la industria para indicar el grado de aglomeración de las partículas pri-
15 marias de un negro. Como todos los negros manifiestan algún grado de agregación de las partículas primarias, un negro particular se clasifica como un negro de estructura baja, normal o alta dependiendo del grado relativo de agregación que se
20 manifieste en el mismo. La delineación entre las clasificaciones de estructura baja, normal o alta en general no están perfectamente definidas. Tradicionalmente, la estructura del negro se considera alta cuando existe una gran tendencia de que
25 las partículas formen cadenas de partículas. Por otro lado, la estructura del negro se considera baja cuando solamente existe una ligera tendencia a la formación de aglomerados de
30 partículas primarias. Con el fin de determinar la estructura de negros se emplea en el presente invento una técnica de absorción de aceite utilizando dibutilftalato. Esta técnica, que se lleva a cabo de acuerdo con la norma ASTM D-2414-72, se describirá más adelante de una forma más completa.

En el momento presente, la tecnología ha reconocido una relación perfectamente establecida que comprende las características de estructura de un negro y las propiedades resultantes de las composiciones de caucho combinada con los negros particulares. En esencia, la relación ha sido descrita

por algunos como beneficiosa en el sentido de que a medida que aumenta la cantidad de estructura de un negro, las composiciones de caucho extruida que contienen tales negros son más lisas y se caracterizan por valores de contracción bajos en la extrusión. Otros han descrito la relación como aquella que comprende el grado de estructura de un negro y la propiedad de módulo de una composición de caucho combinada con el negro particular. En este caso; se afecta en general que siendo todo lo demás esencialmente equivalente, el uso de negros de alta estructura da por resultado la preparación de composiciones de caucho que tienen niveles de módulo elevados, mientras que el empleo de negros de estructura baja da por resultado la preparación de composiciones de caucho combinadas que tienen valores de módulos bajos. Por consiguiente, a la vista de los objetos del presente invento expuestos para conseguir un procedimiento perfeccionado para la producción de negros de carbón de horno con niveles de estructura sensiblemente superiores, se ha observado que las relaciones mencionadas son correctas. Verdaderamente, al producirse negros de niveles de estructura sensiblemente superiores, se ha podido demostrar que la incorporación de tales negros en composiciones de caucho natural y sintético da compuesto de caucho que tienen valores de modulo mayores y valores de contracción en la extrusión menores.

A pesar de que es posible la medición directa de las características de estructura de los negros de carbón, se ha demostrado que un método igualmente fiable, y más conveniente, para determinar la estructura de los negros comprenden mediciones de las propiedades de absorción de aceite de dichos negros. Es precisamente este tipo de técnica de absorción de aceite

para determinar las características estructurales de los negros el aceptado por la tecnología y designado como método de prueba ASTM D-2414-72, titulado número de absorción de dibutilftalato del negro de carbón. Expuesto brevemente, el procedimiento de prueba comprende añadir dibutilftalato (DBP) a una muestra de negro de carbón, en forma apelmada o en forma de nódulos, en un absortómetro Brabender Instruments, fabricado y vendido por C.W Brabender Instruments, Inc, South Hackensack New Jersey, y midiendo el volumen del dibutifftalato empleado. El valor se expresa en cm^3 o mililitros de dibutifftalato (DBP) por 100 gramos de negro de carbón.

El procedimiento del presente invento puede llevarse a cabo inyectando un material productor de negro de carbón de una forma prácticamente transversal en una corriente preformada de gases de combustión calientes que fluyen en dirección de salida a un promedio de velocidad lineal de por lo menos 305 metros por segundo y preferiblemente 1525 metros por segundo. El material se inyecta transversalmente en los gases de combustión desde la periferia de la corriente en grado suficiente para conseguir la penetración necesaria para evitar la formación de coque sobre las paredes de la zona de formación de carbón del reactor. La característica de novedad del procedimiento del invento consiste en la introducción de una cantidad específica de hidrocarburo auxiliar gaseoso o líquido al proceso de formación de carbón modular en la zona de reacción sustancial, que, según se ha indicado anteriormente, se sitúa en un punto después del lugar de inyección del material hidrocarburo que es del 2% al 60% de la distancia a partir del punto de inyección de material hidrocarburo hasta el punto de introducción del material de enfriamiento rápido. Co-

mo resultado de este perfeccionamiento, los negros de carbón producidos tienen niveles de estructura sensiblemente superiores, según indican los aumentos en los números de absorción de dibutilftalato de por lo menos 5 cm³ de dibutilftalato por 100 gramos de negro de cartón. Además, cuando los negros perfeccionados se incorporan en composición de caucho, se obtienen propiedades físicas de caucho mejoradas. El procedimiento para llevar a cabo este invento se describirá con más detalle más adelante.

En la preparación de los gases de combustión calientes empleados para la elaboración de negros de estructura superior del presente invento, se hacen reaccionar en una cámara de combustión apropiada un combustible líquido o gaseoso y una corriente oxidante apropiada por ejemplo, aire, oxígeno, mezcla de aire y oxígeno o similares. Entre los combustibles idóneos para utilizarse en la reacción con la corriente oxidante en la cámara de combustión con el fin de generar los gases de combustión calientes se incluyen cualquiera de las corrientes gaseosas, de vapor o líquidas fácilmente combustibles, tales como hidrógeno, monóxido de carbono, metano, acetileno, alcoholes, queroseno. No obstante, es en general preferible utilizar combustible que tenga un elevado contenido de componentes con contenido de carbón y, en particular, hidrocarburos. Por ejemplo, las corrientes ricas en metano, por ejemplo gas natural y gas natural modificado o enriquecido son combustibles excelentes así como otras corrientes que contengan cantidades elevadas de hidrocarburos tales como diversos gases y líquidos hidrocarburos y subproductos de refinaria incluyendo fracciones de etano, propano, butano y pentano, fueloils y similares. Además, en la primera etapa del proceso

de horno modular de preferencia se utiliza aire como oxidante y gas natural como combustible para generar el fuego de combustión primario. Según se cita en la presente memoria, la combustión primaria representa la cantidad de aire en la primera etapa del proceso modular con relación a la cantidad de aire necesaria para la combustión completa del hidrocarburo de la primera etapa. Por razones de conveniencia, la combustión primaria se expresa en términos de porcentajes. A pesar de que la combustión primaria puede alcanzar del 100 al 250%, el porcentaje preferible de combustión primaria o de primera etapa varía aproximadamente del 120 al 150%. De esta manera se genera una corriente de gases de combustión calientes que fluyen a una gran velocidad lineal. Se ha averiguado además que una diferencial de presión entre la cámara de combustión y la cámara de reacción de por lo menos $0,07 \text{ kg/cm}^2$, y preferiblemente del orden de $0,10$ a $0,70 \text{ kg/cm}^2$, es apropiada. En estas condiciones, se produce una corriente de producto de combustión gaseosos que posee suficiente energía para convertir un mater al hidrocarbonáceo productor de negro de carbón en los productos de negro de carbón deseados. Los gases de combustión resultantes que emanan de la etapa de combustión alcanzan temperaturas de por lo menos aproximadamente 1.415°C , siendo las temperaturas de mayor preferencia superiores por lo menos a aproximadamente 1.649°C . Los gases de combustión calientes se propulsan en dirección de salida a una gran velocidad lineal que se acelera por la introducción de los gases de combustión en una etapa de transición encerrada de menor diámetro que, si se desea, se puede conificar o restringir por ejemplo en una garganta venturi clásica. Es precisamente en este punto de proceso, que se puede considerar la

5

10

15

20

25

30

segunda etapa, donde el material se inyecta forzado en la corriente de gases de combustión caliente.

De un modo más particular, en la segunda etapa donde los gases de combustión avanzan a gran velocidad y existe una carga cinética gaseosa por lo menos superior a 0,07 kg/cm², se inyecta un material hidrocarburo productor de negro de carbón apropiado en los gases de combustión, a presión suficiente para conseguir la penetración deseada, asegurando de este modo un régimen elevado de mezcla y esfuerzo cortante de los gases de combustión calientes y el material de hidrocarburo. Como resultado de este medio ambiente, el material de hidrocarburo se descompone rápidamente y se convierte en negro de carbón con gran rendimiento. Son apropiados para utilizarse con el invento como materiales hidrocarburos que se volatilizan fácilmente en las condiciones de la reacción los hidrocarburos insaturados tales como acetileno, olefinas como el etileno, propileno, butileno, aromáticos como el benceno, tolueno y xileno; ciertos hidrocarburos saturados; e hidrocarburos volatizados como querosenos, naftalenos, terpenos, alquitranes de etileno, materiales ciclados aromáticos y similares. El material se inyecta de una forma prácticamente transversal desde la periferia de la corriente de los gases de combustión caliente en forma de una pluralidad de pequeños chorros coherentes que penetran perfectamente en las regiones interiores de la corriente de gases de combustión pero no hasta la profundidad en que pudieran incidir los chorros opuestos. En la práctica de este invento, el material hidrocarburo se introduce como chorros de líquido forzando el material líquido a través de una pluralidad de orificios que tienen un diámetro del orden de 0,25 mm a 3,81 mm, y pre-

feriblemente del orden de 0,503 a 1,52 mm, a una presión de inyección suficiente para conseguir la penetración deseada. La cantidad de material utilizado se usará con relación a las cantidades de combustible y oxidante empleadas para dar por resultado un porcentaje general de combustión para el proceso de formación de carbón que es del orden del 15 a 60% aproximadamente y, preferiblemente, del orden del 20 al 50% aproximadamente. La combustión general representa la cantidad total de aire empleada en el proceso de formación de carbón, con relación a la cantidad de aire necesaria para la combustión completa de la cantidad total de hidrocarburo empleado en el proceso del carbón a dióxido de carbono y agua. La combustión general suele expresarse como porcentaje.

La tercera etapa del proceso modular comprende la producción de una zona de reacción que permita un tiempo de permanencia suficiente para que tenga lugar la reacción de formación de carbón antes de que termine la reacción por enfriamiento. En general, aunque el tiempo de permanencia cada caso depende de las condiciones particulares y del negro particular deseado, los tiempos de permanencia del proceso del invento varían desde tan solo un milisegundo, o menos, hasta aproximadamente 100 milisegundos. Por consiguiente, una vez que ha progresivo la reacción de formación de carbón durante el periodo deseado de tiempo, la reacción se da por terminada pulverizando un líquido de enfriamiento rápido, por ejemplo, agua, utilizando por lo menos un juego de boquillas pulverizadoras. Los gases efluentes calientes que contienen los productos de negro de carbón en suspensión se hacen pasar entonces hacia la salida por las fases clásicas de enfriamiento, separación y recogida del negro de carbón. La separación del negro

de carbón de la corriente gaseosa se consigue fácilmente por medios clásicos, por ejemplo empleando un precipitador, separador ciclónico, filtro de bolsa o combinaciones de los mismos.

5 Se ha averiguado ahora que la estructura de los negros preparados el proceso modular descrito anteriormente puede aumentar sensiblemente siendo útil para aquellas aplicaciones que exigen negros de estructura alta. En particular, las características de estructura de los negros aumentan introduciendo una cierta cantidad de hidrocarburo gaseoso o líquido, denominado en la presente memoria como hidrocarburo auxiliar, en forma esencialmente sin reaccionar en el proceso de formación de carbón en la zona de reacción sustancial según se definirá más adelante. Incidentalmente se observará que el hidrocarburo particular empleado como hidrocarburo auxiliar no necesita ser igual que el material hidrocarburo primario. En general, la introducción de hidrocarburo auxiliar, bien en forma líquida o gaseosa, en el proceso modular presente da por resultado negros de estructura más elevada que inducen niveles superiores de módulo en las composiciones de caucho combinadas con dichos negros.

10
15
20 Para los fines del presente invento, la cantidad de hidrocarburo auxiliar empleada, tanto en forma gaseosa como líquida, se define como el porcentaje de la admisión de carbón total (C) de los reactivos empleados para llevar a cabo el procedimiento. En particular, la cantidad de hidrocarburo auxiliar empleado se determina por medio de la ecuación siguiente:

25
30
$$\%C \text{ de hidrocarburo : } \frac{\text{Kgs. de C en hidrocarburo auxiliar} \times 100}{\text{total de Kgs. de C de reactivos}}$$

En esta ecuación, la admisión total de carbono de los reactivos representa la suma de la admisión de carbono de los reactivos de la primera etapa, la introducción de carbono del hidrocarburo y la introducción de carbono del hidrocarburo auxiliar. En general, la cantidad de hidrocarburo auxiliar empleada es del orden de aproximadamente del 2% al 60% en peso del contenido total del carbono de los reactivos. De preferencia cuando se emplea un hidrocarburo líquido como hidrocarburo auxiliar, la cantidad es la necesaria para que el contenido de carbono del hidrocarburo auxiliar añadido sea del orden de aproximadamente el 5% al 60%, y preferiblemente del orden del 10% al 50% aproximadamente, de la admisión total de carbono en los reactivos. Por otro lado, cuando se emplea un hidrocarburo gaseoso como el hidrocarburo auxiliar, la cantidad añadida variará del 2 al 10% aproximadamente en peso de la admisión total de carbono del sistema, casi preferiblemente del 4% al 8% aproximadamente. Los procedimientos experimentales siguientes se emplean para valorar las propiedades analíticas y físicas de los negros producidos por el presente invento.

Número de absorción de Iodo.- Se determina de acuerdo con la norma ASTM D- 1510-70.

Area de Superficie de Iodo.- El área de superficie de los productos de negro de carbón mudulizados se determina de acuerdo con la técnica de absorción de iodo siguiente. En este procedimiento, una muestra de negro de carbón se coloca en un cristal de porcelana equipado con una tapa de adaptación floja para permitir el escape de gas y se desvolatiliza en un periodo de 7 minutos a una temperatura de 909°C en un horno de mufla y después se dejan criar. La capa superior de negro de carbón calcinada se descarta hasta una profundidad de unos

6 mm y se pesa una parte del negro permanente. A esta muestra se añade una parte de 100 cm³ de solución de iodo 0,01N y la mezcla resultante se agita por espacio de 30 minutos. Una parte alícuota de 50 cm³ de la mezcla se centrifuga entonces hasta que la solución resulta transparente, después de lo cual se valoran 40 cm³ de la misma empleando una solución de almidón soluble al 1% como indicador de punto final, con solución de tiosulfatos sódico 0,01N hasta que se absorbe el iodo libre. El porcentaje de iodo absorbido se determina cuantitativamente valorando una muestra de negro de carbón. Finalmente, el área superficial de iodo expresada en metros cuadrados por gramo se calcula de acuerdo con la fórmula

$$\frac{(\text{Porcentaje de Iodo absorbido} \times 0,337) - 4,5}{\text{Peso de la Muestra}} = \text{área superficial de Iodo.}$$

Peso de la Muestra

Este procedimiento para determinar el área superficial de iodo de los nódulos de negro de carbón se denomina procedimiento experimental de Cabot nº 23,1 por razones de conveniencia puesto que todavía no existe designación oficial de ASTM. Según se indica en la publicación de la Cabot Corporation TG-70-1 titulada "Industry Reference Black Nº 3," por los señores Juegel y O'Brien publicada el 1 de Abril de 1.970, el área superficial del iodo del IRB Nº 3 (Industry Reference Black Nº 3) es 66,5 m²/gramo determinado de acuerdo con el procedimiento experimental de Cabot 23,1 mencionado anteriormente.

Densidad de vertido de los Negros de Carbón Nodulizados.- Se determina de acuerdo con la norma ASTM D-151 y se indica como g/l-

Número de Absorción de Dibutileftalato de Negro de Carbón.- Se determina de acuerdo con el método de prueba de

ASTM D-2414-72, según se ha descrito. Los resultados expuestos indican si el negro es o no aplusado o nodulizado.

Poder Colorante.- El poder colorante representa el poder relativo de cubrimiento de un negro de carbón nodulizado cuando se incorpora en una relación en peso de 1 a 37,5 con óxido de cinc normal (Florence Green Seal Nº 8 fabricado y vendido por New Jersey Zinc Corporation), en dispersión en un plastificante del tipo de aceite de soja epoxidizado (Paraplex G-62 fabricado y vendido por Kohm and Haas Co.) y comparado con una serie de negros de referencia normales probados en las mismas condiciones. De un modo más particular, la prueba comprende moler negro de carbón, óxido de cinc y plastificante, en las proporciones necesarias para que la relación resultante de negro de carbón a óxido de cinc sea de 1 a 37,5. Se obtienen entonces mediciones de reflectancia utilizando un aparato Wech Densichron a partir de una película formada sobre una placa de vidrio y las lecturas se comparan con muestras de negro de carbón que tengan poderes colorantes conocidos. Los poderes colorantes de las muestras de negro de carbón se terminan utilizando un valor asignado arbitrariamente de 100% para el poder colorante del negro de carbón SRF normal de Cabot. En este caso, según se realiza tradicionalmente, el negro de carbón normal SRF al que se le asigna arbitrariamente un valor del 100% de poder colorante es el negro de horno semi-reforzante Sterling S o Sterling R fabricado por Cabot Corporation. Cada uno de los negros de referencia Sterling R o Sterling S se caracteriza por tener, entre otras propiedades un área superficial de nitrógeno BET de aproximadamente 23 m²/gramo, una absorción de aceite de aproximadamente 65 a 70 kg de aceite/100 kg de negro de carbón, y un promedio de diámetro

de partículas de aproximadamente 800 angstroms determinado por microscopio electrónico. La única diferencia es que el negro de carbón Sterling R tiene forma apelmada mientras que el negro de carbón Sterling S tiene forma nodulizada. Por consiguiente, el negro elegido para fines de referencia se determina entonces por el estado de los negros que se miden con relación al poder colorante. El negro de carbón semireforzante Sterling R o Sterling S se considera, por lo tanto, como la norma de referencia primaria para determinar poderes colorantes de los otros negros.

Además, según se ha descrito anteriormente, se utilizan negros de carbón adicionales como referencias para establecer valores de poder colorante que abarcan la gama de aproximadamente 30% a aproximadamente 250%. Se determinan con relación a la norma primaria que tiene el valor arbitrariamente asignado del 100% de poder colorante. De esta manera, se puede disponer de una serie de negros en una amplia gama de poderes colorantes para conseguir negros de referencia que se aproximen lo más posible al negro que se desea medir. Los negros de carbón que sirven de ejemplo se emplean como normas de poder colorante auxiliares para los fines de procedimiento citado comprenden los negros siguientes fabricados por la Cabot Corporation. Los puntos analíticos se determinan de acuerdo con los procedimientos de prueba expuestos en la solicitud presente.

5

10

15

20

25

30

Propiedades Analíticas	Sterling MI (Térmico Medio)	Sterling FT (Térmico Fino)	Vulcan 6H	Vulcan 9
Poder colorante, %	31	56	220	252
Area Superficial de Iodo, metro cuadrado/gramo	5,0	8,4	110	119
Absorción de DBP cm ³ / 100 gramos	33,6	35,9	131	117

Con fines de referencia, el poder colorante del IRB N^o 3, determinado de acuerdo con el procedimiento anterior, es de 208% del negro semireforzante Sterling S primario. Este punto se expresa en una publicación de Cabot Corporation, TG -70-1 titulada, Industry Reference Black N^o 3^m de los señores Juengel y O'Brien publicada el 1 de Abril de 1.970.

Módulo y Resistencia a la Tracción.- Estas propiedades físicas se determinan de acuerdo con los procedimientos descritos en el método de prueba de ASTM D-412. Expuesto, brevemente, la medición del módulo se refiere a los kg/cm² de tracción que se observan cuando una muestra del caucho vulcanizado se estira hasta alcanzar un 300% de su longitud original. La medición de resistencia a la tracción es una determinación del número de kg/cm² de fracción necesarios para romper una muestra de caucho vulcanizado en una prueba de tracción.

Calificación de desgaste en rodadura.- El procedimiento para medir y valorar el desgaste en rodadura o desgaste del dibujo es bien conocido en esta rama de la industria y se describe completamente en el informe de servicio técnico de Cabot Corporation N^o TG-67-1 en "The Use of Multi-Section

Treads in Tire Testing" de Fred E. Jones (1967). Se observará que, como en el caso de cualquier procedimiento para medir proporciones de desgaste, las valoraciones se hacen con relación a un negro de referencia normal al que se asigna arbitrariamente un valor de proporción de desgaste del 100%. En este caso, el negro elegido como norma de referencia para valorar el desgaste en rodadura es un negro del tipo ISAF (horno de super abrasión intermedia), que tiene una designación ASTM de N-220, elaborado por Cabot Corporation y que se caracteriza además por tener un poder colorante de 232%, un área superficial de iodo de 97,9 metros cuadrados/gramo, una absorción de DBP de 114,9 cm³/100 gramos, y una densidad de 22,2 lbs/pie cúbico. Para facilidad de referencia, este negro de referencia de desgaste en rodaduras se describe como negro de referencia del tipo ISAF N^o D-6607 de Cabot. El método anterior para determinar las proporciones relativas de desgaste de bandas de rodadura es preferible para el uso de pruebas de laboratorio con el fin de medir la abrasión puesto que se sabe que es difícil extrapolar tales resultados a un comportamiento real. Por consiguiente, los resultados de desgaste en rodadura indicados en la presente memoria reflejan con precisión el comportamiento de banda de rodadura con relación al negro del tipo ISAF normal N^o D-6607 de Cabot al que se le ha asignado arbitrariamente un valor del 100%.

Para llevar a cabo las valoraciones de desgaste en rodadura se emplea la formulación de ingredientes indicada a continuación, expresada en partes en peso, que se mezclan por medio de un molino Banbury.

5

10

15

20

25

30

	<u>Ingredientes</u>	<u>Partes en Peso</u>
	Estireno-butadieno	89,38
	Cis-4-polibutadieno	35
	Negro de Carbón	75
5	Sundex 790	25,62
	Oxido de Cinc	3
	Sumproof Improved	2,5
	Wingstay 100	2
	Acido esteárico	2
10	Santocure (CBS)	1,4
	Azufre	1,75

En lo que se refiere a la formulación anterior para utilizarse en pruebas de carretera, indicadas en adelante como RTF-1, el Santocure (CBS) es la designación de marca registrada de N-ciclohexil -2- benzotiazol-sulenamida, un agente de curación para sistema de caucho; el Sundex 790 es la marca registrada de un plastificante que vende la Sun Oil Company; el Sumproof Improved, es la marca registrada de un antiozonante vendido por Uniroyal Chemical Company y Wingstay 100 es la marca registrada de un estabilizador que comprende diaminas mezcladas de diaril-p- fenileno vendidas por Goodyear Tire and Rubber Company.

El invento se comprenderá mejor tomando como referencia los ejemplos que siguen que describen la preparación detallada de compuestos representativos. Como es lógico, existen muchas otras formas que resultarán evidentes a los expertos en la materia, una vez que el invento se haya descrito plenamente y, por lo tanto, se comprenderá que estos ejemplos se exponen a título de ilustración solamente y que no han de interpretarse como limitación del alcance del invento en mo-

do alguno.

Ejemplo 1

En este ejemplo se emplea un aparato de reacción apropiado provisto de medios para suministrar los reactivos
5 productores de gases de combustión, v.g., un combustible y una corriente antioxidante, bien como corrientes separadas o como productos de reacción gaseosos previamente sometidos a combustión, y también medios para suministrar el material hidrocarburo productor de negro de carbón y el hidrocarburo auxiliar al aparato. El aparato se puede construir de cualquier
10 material apropiado, por ejemplo metal y dotarse de un aislamiento refractario o rodearse por medio de refrigeración, por ejemplo un líquido en recirculación que preferiblemente es agua. Adicionalmente, el aparato de reacción se quita con medios de registro de temperatura y presión, medios para enfriar
15 la reacción formadora de negro de carbón, por ejemplo botellas pulverizadoras, medios para enfriar el producto de negro de carbón y medios para separar y recuperar el negro de carbón de otros subproductos indeseables. Por consiguiente, el
20 llevar a cabo el proceso presente para preparar los negros de alta estructura de este invento, se emplea el procedimiento siguiente. Para obtener la llama de primera etapa deseada, se cargan en una zona de combustión del aparato a través de una o más bocas de admisión aire precalentado a 399^oC en una
25 proporción de 2.405,5 m³ N/h y gas natural en una proporción de 172,3 m³ N/h generando de este modo una corriente de gases de combustión que fluyen en dirección a la salida a gran velocidad lineal que posee una carga simétrica de por lo menos 0,07 kg/cm². En este caso, el porcentaje de combustión primaria o
30 combustión de primera etapa era de 14%. La corriente de flu-

jo rápido de gases de combustión se hizo pasar a una segunda etapa o etapa de transición que era de diámetro menor en sección transversal para aumentar la velocidad lineal de la corriente de gases de combustión. Se introduce prácticamente en sentido transversal en la corriente resultante de gases de combustión calientes con la carga simétrica deseada un producto hidrocarburo productor de negro de carbón a través de cuatro bocas de admisión cada una de las cuales tenía un tamaño de 1,01 mm situadas periféricamente en la corriente de gases de combustión en una proporción de 510 l/h y bajo una presión de 17,64 kg/cm² relativos. El material hidrocarburo utilizado era alquitrán térmico Shamrock que es un combustible con un contenido de carbono del 91,4% en peso, un contenido de hidrógeno de 8,37% en peso, un contenido de azufre de 0,48% en peso, una relación de hidrógeno a carbono de 1,09, un índice de correlación B.M.C.I. de 118, una densidad relativa de 1,07 de acuerdo con ASTM D-287, una gravedad API de acuerdo con ASTM D-287 de + 1,2, una viscosidad SSU (ASTM D-88) a 542C de 53,9 una viscosidad SSU (ASTM D-88) a 1002C de 0,06, y un contenido de asfaltenos de 5,7%. La reacción se llevó a cabo en una combustión general de 31,9% y la reacción se enfrió con agua por un dispositivo de enfriamiento rápido situado en un punto a 3.812 mm después del lugar de inyección del producto primario. Se obtuvo un negro de carbón que tenía un número de absorción de iodo de 90, un área superficial del iodo de 70 metros cuadrados/gramos, un valor de poder colorante del 229%, un valor de absorción de DBP en negros apelmusados de 149, un valor de absorción de DBP en nódulos de 124, un pH de 9,5 una densidad de vertido de 328,2 g/l. Este negro se utilizó como muestra de control en este caso donde no se había añadido nin-

gún hidrocarburo auxiliar.

EJEMPLO 2

5 Siguiendo el procedimiento del ejemplo 1 se cargaron en una zona de combustión de aire precalentado a 3992C en una proporción de 2.405,5 m³ N/h y gas natural en una proporción de 171,78 m³ N/h para producir las conducciones de combustión deseadas en la primera etapa. La combustión en la primera etapa era del 147%. Los gases de combustión se introdujeron entonces en una segunda etapa de menor diámetro en sección transversal donde se inyectó el producto hidrocarburo primario, alquitrán térmico Shamrock en una proporción de 533
10 litros/hora y a una presión de 1,71 kg/cm² relativos, a través de cuatro orificios cada uno de los cuales tenía un diámetro de 1,01 mm. En un lugar situado a 9115 mm del punto de inyección del producto hidrocarburo primario, que se encontraba dentro de la zona de reacción sustancial según se ha definido
15 anteriormente, se introdujo alquitrán térmico Shamrock como carburo auxiliar en una proporción de 83 litros/hora. En este caso el hidrocarburo auxiliar se introdujo a través del costado del reactor y en los gases de combustión del mismo por medio de una sonda anular refrigerada por agua quitada
20 con una punta pulverizadora Monarch de 60º que tenía un diámetro de orificio de 0,50 mm. La reacción se llevó a cabo en un porcentaje general de combustión del 30,8% y la reacción se enfrió con agua en un punto situado a 4.117 mm después del punto de inyección del producto. Se obtuvo un negro de carbón
25 que daba un análisis similar a los del control o testigo del ejemplo 1 en todos los aspectos excepto una estructura notablemente superior evidenciada por un aumento de DBP de negro nodulizado de 17 puntos. La cantidad de hidrocarburo auxiliar
30

empleada en este ejemplo calculada según se ha indicado anteriormente, es la necesaria para que el contenido de carbón de hidrocarburo auxiliar sea del 11,6% en peso basado en el contenido total de carbono de los reactivos.

EJEMPLO 3

De acuerdo con el procedimiento del ejemplo 2, se combinaron aire precalentado a 399°C en una proporción de 2.405,5 m³ N/h y gas natural en una proporción de 172,06 m³ N/h para proporcionar una combustión en primera etapa de 14,7% los gases de combustión calientes fluyeron en una segunda etapa o etapa de transición donde el producto hidrocarburo primario, v.g. alquitrán térmico Shamrock se introdujo forzado a través de cuatro orificios que tenían un diámetro de 1,01 mm en una proporción de 532 l/h y a una presión de 2,00 KG/cm² relativos en el corazón de la corriente gaseosa de combustión. En este caso, en un punto situado a 1220 mm después de la inyección del producto, se inyectó utilizando la sonda refrigerada por agua y la punta de pulverización del ejemplo 2 como hidrocarburo auxiliar alquitrán térmico Shamrock en una proporción de 83 l/h. Esta cantidad de hidrocarburo auxiliar es la necesaria para que su contenido de carbono sea de 11,6% en peso basado en el contenido total de carbono de los reactivos. Las condiciones de reacción se mantuvieron para producir un porcentaje de combustión general de 30,6% y el enfriamiento se llevó a cabo en un punto situado a 5.642 mm después del punto de inyección del producto primario. Como resultado se obtuvo un negro de carbón que daba análisis similares al testigo del ejemplo 1, por ejemplo un área superficial de Iodo de 71 m²/g, un poder colorante del 233% y un pH de 8,6. No obstante, como en el ejemplo 2 el negro de carbón producido tenía caracterís-

ticas de estructura sensiblemente superiores según indica un aumento de 14 puntos en ambos niveles de DBP de negro de carbón nodulizado y apelmusado.

EJEMPLO 4

5 En los ejemplos 4-7, se demuestra la producción de un negro de carbón del tipo elaborado en el ejemplo 1, donde la combustión de la primera etapa se reduce al 126% y la inyección de hidrocarburo auxiliar se utiliza de acuerdo con las enseñanzas del presente invento para elevar el nivel de estructura del negro de carbón. Específicamente, se cargó en 10 una zona de combustión, siguiendo el procedimiento del ejemplo 2, aire precalentado a 399°C en una proporción de 2.405,5 m³ N/h y gas natural en una proporción de 200,64 m³ N/h para proporcionar la llama deseada donde la combustión primaria fuera del 126%. Los productos de combustión gaseosos calientes resultantes fluyeron a una segunda etapa o etapa de transición donde se introdujeron en los gases de combustión un 15 aceite hidrocarburo primario, o sea alquitrán térmico Shamrock. De un modo más específico, el producto hidrocarburo primario se alimentó en una proporción de 524 l/h a través 20 de cuatro orificios cada uno de los cuales tenía un diámetro de 1,01 mm con una presión de 15,40 kg/cm² relativo. En un punto situado a 915 mm después del lugar de inyección del aceite, se introdujo alquitrán térmico Shamrock adicional en 25 una proporción de 83 l/h, que corresponde a una cantidad de hidrocarburo con un contenido de carbono del 11,5% en peso basado en el contenido total de carbono de los reactivos. La reacción formadora de carbón se llevó a cabo con una combustión general del 30,1% y la finalización de la reacción por 30 enfriamiento tuvo lugar a 4.117 mm después del punto de in-

yección de aceite. De este modo se produjo un negro de carbón que daba un análisis similar a la muestra del control del ejemplo 1, en el sentido de que el área superficial del iodo era del $69 \text{ m}^2/\text{gramos}$, el poder colorante era 235% y el pH de 8,8. No obstante, como en los ejemplos 2 y 3, la inyección del hidrocarburo líquido auxiliar, en cantidades precisas y a la distancia apropiada, daba por resultado un aumento de DBP del negro de carbón nodulizado de 28 puntos, que, lógicamente, es una indicación de un negro de carbón con la estructura superior deseada.

EJEMPLO 5

Siguiendo el procedimiento del ejemplo 4, se produjeron gases de combustión de primera etapa combinando $2,405,5 \text{ m}^3 \text{ N/h}$ de aire precalentado a 399°C con $200,36 \text{ m}^3 \text{ N/h}$ de gas natural para proporcionar un fuego de combustión primaria del 126%. Los gases calientes que emanaban de esta primera etapa fluían en dirección de salida a una etapa de transición donde el producto hidrocarburo primario en una proporción de 425 litros por hora se inyectó forzado en el corazón de la corriente gaseosa de combustión desde su periferia. El producto hidrocarburo primario era alquitrán térmico Shamrock y se inyectó a través de cuatro orificios de 1,01 mm de diámetro bajo una presión de $15,40 \text{ kg/cm}^2$ relativos en la corriente gaseosa. En este caso, se introdujo una cantidad auxiliar de alquitrán térmico Shamrock en la misma proporción que en el Ejemplo 4 de 82,02 litros por hora que corresponde a un contenido de carbón de 11,5% en peso basado en el contenido total de carbono de los reactivos. El hidrocarburo auxiliar se introdujo a una distancia de 1420 mm después del punto de inyección de aceite en lugar de una distancia de 1015 mm como

5 en el ejemplo anterior. Las condiciones de reacción se mantuvieron de forma que la combustión general del proceso de formación de carbón fuera de 30,2% y el enfriamiento tuviera lugar en un punto situado a 5.642 mm del lugar de inyección del aceite. Se obtuvo un negro de carbón con un análisis similar al control o testigo del ejemplo 1 en todos los aspectos a excepción del nivel de estructura superior deseado según se pone de evidencia por un aumento de DBP del negro nodulizado de 30 puntos y un aumento de DBP del negro apelmusado de 26 puntos. En lo que se refiere a otros aspectos analíticos, el negro tenía un área superficial de iodo de 70 m²/g, un poder colorante de 239% y un pH de 8,8.

EJEMPLO 6

15 Se siguió el procedimiento del Ejemplo 5 en todos los aspectos excepto en los detalles siguientes. El producto de alimentación primario se introdujo en una proporción de 500 litros por hora lo cual aumentaba ligeramente la relación de hidrocarburo auxiliar añadido de forma que el contenido de carbón fue de 11,7% en lugar de 11,5% en peso basado en el contenido total de carbono de los reactivos. Otras pequeñas modificaciones comprenden inyección del producto a una presión de 29,90 kg/cm² y combustión general del 30,7%. El cambio más importante comprende la adición del hidrocarburo auxiliar en un punto a 1.725 mm del punto de inyección del aceite. Como resultado de esta modificación se obtuvo un negro de carbón que daba análisis casi idénticos a los del negro de carbón del Ejemplo 4 pero con un nivel de estructura mucho menor. No obstante, se observará que el negro de carbón de este ejemplo tiene todavía un BDP de negro nodulizado de 139 que es 15 puntos superior a la muestra de control o testigo del Ejemplo

20

25

30

1. Los factores analíticos restantes del negro son una superficie de iodo de $69 \text{ m}^2/\text{g}$, un poder colorante de 235% y un pH de 8,9.

EJEMPLO 7

5 En este ejemplo se emplearon esencialmente las mismas condiciones de operación que en el Ejemplo 5. En lugar del procedimiento descrito, el producto primario se introdujo en una proporción de 506 litros por hora a una presión de $17,85 \text{ kg/cm}^2$. La principal modificación demostrada comprende
10 la introducción de hidrocarburo auxiliar en una proporción de 92,61 litros por hora que es de tal magnitud que el contenido de carbón del hidrocarburo auxiliar alcanza 13,1% en peso basado en el contenido total de carbono de los reactivos. La introducción se efectuó, como en el Ejemplo 5, en un punto
15 situado a 1420 mm del punto de inyección del aceite. El negro de carbón producido tenía una área superficial de iodo de $70 \text{ m}^2/\text{g}$, un poder colorante de 239%, un pH de 8,7 y un DBP del negro nodulizado de 157. Por lo tanto es evidente que a pesar de que el negro de este ejemplo tiene un nivel de estructura notablemente mayor que la muestra de control, tiene
20 tan solo 3 puntos más de DBP que el negro del ejemplo 5. Por lo tanto, la mayor introducción de hidrocarburo auxiliar produjo un aumento adicional en la estructura, pero solo en pequeño grado. Se obtuvo un resultado de desgaste en rodadura
25 del 101% con el negro de este ejemplo.

 Por razones de conveniencia, los datos representados en los Ejemplos 1-7 se han tabulado en la Tabla I. Igualmente se indican las propiedades del caucho con los negros de los Ejemplos 1-7 en ambas formulaciones: de caucho sintético industrial (ISR) y de caucho natural (NR).
30

La idoneidad de los negros de carbón del presente invento como agentes de refuerzo para composiciones de caucho se demuestra claramente en los ejemplos que siguen. Para poner en práctica los ejemplos, las composiciones de caucho se preparan fácilmente por métodos mecánicos clásicos. Por ejemplo, el caucho y el agente reforzante de negro de carbón se mezclan íntimamente en una mezcladora clásica del tipo empleado normalmente para mezclar caucho o plásticos como puede ser una mezcladora Banbury y/o molino de rodillos para asegurar una dispersión satisfactoria. Las composiciones de caucho se combinan según formulaciones industriales normales tanto para una formulación que contenga caucho natural como para una formulación que contenga caucho sintético. Los vulcanizados resultantes que se someten a tratamiento se curan a 145°C durante 30 minutos cuando se emplea un caucho natural y durante 50 minutos cuando se emplea un caucho sintético de estireno-butadieno. Para valorar el comportamiento de los negros de carbón del presente invento, se utilizaron las formulaciones expuestas a continuación donde las cantidades se especifican en partes en peso.

<u>Ingredientes</u>	<u>Receta de Caucho Natural</u>	<u>Receta de Caucho Sintético</u>
Polímero	100 (caucho natural)	100 (estireno-butadieno)
Oxido de Zinc	5	5
Azufre	2,5	2,0
Acido esteárico	3	1,5
Altax (MBTS)	0,6	2,0
Negro de Carbón	50	50

Respecto a lo anterior, Altax (MBTS) es la marca registrada de R.T. Vanderbilt Company de un acelerador de mercaptobenzo-

tiazil disulfuro.

En la tabla que sigue se demuestran los resultados ventajosos e inesperados conseguidos por el empleo de productos de negro de carbón descritos anteriormente como aditivos en formulaciones de caucho. Lógicamente es evidente que, a pesar de que la tabla sirve de ilustración para el invento, no ha de interpretarse como limitación o restricción en modo alguno.

5

10

15

20

25

30

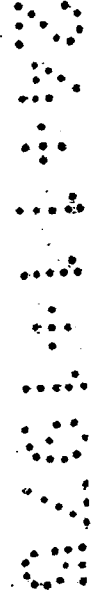


TABLE I

PROPIEDADES ANALITICAS DE

Muestra de negro de carbón	Número de iodo	Area superficial del iodo, m ² /g	Poder colorante, % SRF
Ejemplo 1	90	70	229
Ejemplo 2	90	72	235
Ejemplo 3	89	71	233
Ejemplo 4	84	69	235
Ejemplo 5	90	70	239
Ejemplo 6	87	69	235
Ejemplo 7	90	70	239

PROPIEDADES FISICAS DE FORMULACION

Muestras de negro de carbón	Ejemplo 1	Ejemplo 2
Tracción, kg/cm ² (ASTM D-412)	-14,70	+8,40
300% módulo, kg/cm ² (ASTM D-412)	+25,90	+14,10
Tracción, kg/cm ² (ASTM D-412)	+25,20	+13,90
Viscosidad Mooney (ASTM D-1646)	+6	+11
Contracción en extrusión, % IRB No.3	93,6	87,1

* Todos los datos físicos anteriores del caucho se expresan con relación a IRB No. 3 (Industry Reference Black No. 3)

LOS NEGROS DE CARBON

pH	Absorción de DBP, cc/100 g sobre nódulos.	Densidad de vertido (fluididad) g/l	Cantidad de hidrocarburo auxiliar % carbono.	Distancia del punto de inyección, metros.	Absorción de DBP, cc/100 g sobre apesado.
9.5	124	328,2	--	--	149
8.7	141	307,3	11,6	915	160
8.6	138	308,9	11,6	1220	163
8.8	152	299,3	11,5	915	165
8.8	154	300,9	11,5	1220	175
8.9	139	318,5	11,7	1525	155
8.7	157	297,7	13,1	1220	177

ES DE CAUCHO NATURAL Y SINTETICO *

Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Ejemplo 7
-----------	-----------	-----------	-----------	-----------

RECETA DE CAUCHO NATURAL (NR)

-9,10	-14,00	-7,70	-6,30	-8,40
+39,20	+44,80	+42,70	+42,00	+53,20

RECETA DE CAUCHO SINTETICO (ISR)

+3,5	+16,10	-1,40	-4,90	+0,7
+8	+10	+11	+7	+12
87,3	85,2	84,5	87,8	83,8

Se verá por los datos anteriores que el nivel de estructura de los negros de carbón se puede aumentar notablemente por la inyección de un hidrocarburo auxiliar. En este caso, el hidrocarburo auxiliar es en forma líquida y la inyección se controla con precisión tanto en lo que se refiere a la cantidad utilizada como al lugar de inyección. Además de aumentar en DBP del negro nodulizado en 14-33 puntos en esta serie de experimentos, los negros modificados inducen propiedades de módulo sensiblemente mayores en las formulaciones de caucho natural. En el caso de las formulaciones de caucho sintético industrial, los valores inferiores de contracción en extrusión son indicativos del empleo de negros más altamente estructurados. También es digno de mención que el aumento de estructura producido por inyección de un hidrocarburo líquido auxiliar no va acompañado de efecto perjudicial alguno del proceso de elaboración del carbón desde un punto de vista económico, como pudiera ser una reducción en la producción y/o eficacia del carbón.

EJEMPLO 8

En los Ejemplos 8, 9 y 10 se demuestra además el principio del presente invento, v.g., elevación del nivel de estructura del negro de carbón, donde se utilizan mayores cantidades de hidrocarburo líquido auxiliar. En este caso, se preparó un negro de control o muestra testigo que tenía un área superficial de iodo de 72,4 m²/g, un poder colorante del 230% y una absorción de DBP de 135 según el procedimiento del Ejemplo 1 excepto en las diferencias que se describen. En la primera etapa del proceso de formación de carbón se produjo un ruego de combustión primaria del 112% combinando 85,0 m.s.c.f.h. de aire precalentado a 399°C con 8,28 m.s.c.f.h. de gas natural.

El material de alimentación de hidrocarburo líquido se inyectó forzado a una presión de 21,84 kg/cm² a través de ocho orificios que tenían cada uno un diámetro de 0,76 mm en el interior de la corriente gaseosa de combustión en una proporción de 533 litros por hora. El hidrocarburo utilizado en los Ejemplos 8-10 era Sunray DX que es un combustible con un contenido de carbono de 91,1% en peso, un contenido de hidrógeno de 7,9% en peso, un contenido de azufre de 1,3% en peso, una relación de hidrógeno a carbono de 1,04, un Índice de Correlación B.M.C.I. de 133, una densidad relativa de acuerdo con la norma ASMT D-287 de 1,09, una gravedad API de acuerdo con la norma ASTM D-287 de -2,6, una viscosidad SSU (ASTM D-88) a 54,4°C de 350, una viscosidad SSU (ASTM D-88) a 100°C de 58 y un contenido de asfaltenos de 5,7%. Las condiciones de reacción empleadas en este ejemplo fueron las necesarias para proporcionar una combustión general de 28,9% y la reacción se enfrió con agua en un punto a 3.202 mm del lugar de inyección del material inicial de alimentación.

EJEMPLO 9

Utilizando el procedimiento del Ejemplo 8, se produjo un fuego de combustión primaria del 112%. Después se inyectó material de alimentación Sunray DX en la corriente gaseosa a una presión de 15,40 kg/cm² y en una proporción de 400,68 litros por hora a través de ocho orificios que tenían un diámetro de 0,76 mm. En este caso, se introdujo aceite auxiliar Sunray DX en una proporción de 94,50 litros por hora en la corriente de combustión en un punto situado a 1.220 mm del punto de inyección del material. Las condiciones de la reacción se mantuvieron para producir una combustión general del 30,5% y la operación de enfriamiento se llevó a cabo en un punto situa-

do a 5.642 mm del lugar de inyección. El negro de carbón producido en este ejemplo, donde el contenido de hidrocarburo auxiliar era de 15,2% en peso basado en el contenido total de carbón de los reactivos, tenía un área superficial de iodo de 74,2 m²/g, un poder colorante de 230% y un DBP de negro nodulizado de 169, lo cual supone un aumento de 34 puntos en estructura si se compara con el negro de la muestra testigo del Ejemplo 8.

EJEMPLO 10

Se produjo un fuego de combustión primaria del 112% en la forma indicada en el Ejemplo 8. Entonces se introdujo el hidrocarburo de alimentación Sunray DX como en los ejemplos anteriores 8 y 9 a una presión de 13,30 kg/cm² a través de ocho orificios de un diámetro de 0,76 mm y en una proporción de 374 litros por hora. En un punto situado a 1.830 mm del lugar de inyección del hidrocarburo de alimentación, se inyectó una cantidad adicional de Sunray DX en una proporción de 94,50 litros por hora de forma que el contenido de carbón del hidrocarburo auxiliar correspondiera al 15,9% en peso del contenido total de carbono de los reactivos. La reacción se llevó a cabo a una combustión general de 31,8% y el enfriamiento se produjo en un punto situado a 5.642 mm del punto de inyección del material de alimentación. El negro producido tenía un área superficial de iodo de 73,7 m²/g, un poder colorante de 228% y un DBP de negro modulizado de 169. En este caso, es evidente que la distancia adicional del punto de inyección del aceite auxiliar no supuso mejora adicional en estructura sobre la del Ejemplo 9. Los datos de los ejemplos 8, 9 y 10, así como las propiedades del caucho, se resumen convenientemente en la Tabla II a continuación.

TABLA II

PROPIEDADES ANALITICAS Y

5	Muestra de negro de carbón	Ejemplo 8
	Area superficial del iodo, m ² /g	72,4
	Número del iodo, m ² /g	89
	Poder colorante, % SRF	230
10	Absorción de DBP, cc/100 g sobre negres nodulizados	135
	Absorción de DBP, cc/100 g sobre negres apelmusados	163
	Densidad, g/l	323,5
15	Hidrocarburo auxiliar, % de carbono	2
	Distancia entre los pueros de inyección de los hidrocarburos principal y auxiliar, milímetros.	...
RECETA DE CAUCHO		
20	Tracción, kg/cm ² (ASTM D-412)	+2,10
	Módulo, kg/cm ² (ASTM D-412)	+32,90
RECETA DE CAUCHO		
	Tracción, kg/cm ² (ASTM D-412)	+3,50
	Módulo, kg/cm ² (ASTM D-412)	+39,20
25	Viscosidad Mooney (ASTM D-1646)	+8
	Contracción en extrusión, % IRB No. 3	97,1

† Todos los datos físicos anteriores del caucho se expresan con relación a IRB No. 3

FISICAS DE LOS NEGROS DE CARBON

Ejemplo 9	Ejemplo 1C
74,2	73,7
89	86
230	228
169	169
200	205
300,9	291,3
15,2	15,9
1220	1830
NATURAL (NR)*	
-7,70	-14,70
+48,30	+46,20
SINTETICO INDUSTRIAL (ISR)*	
+5,50	-1,40
+56,00	+51,80
+13	+11
82.6	83.2

EJEMPLO 11

La finalidad de los Ejemplos 11 y 12 es demostrar otra modalidad del presente invento. En particular, estos dos ejemplos demuestran claramente que el nivel de estructura de un negro de carbón dado aumenta sensiblemente como resultado de inyectar hidrocarburo auxiliar en el mismo punto de inyección del hidrocarburo de alimentación principal. Esta afirmación se evidenciará más por la información detallada que sigue relativa a las operaciones de elaboración. En un aparato apropiado, como en el Ejemplo 1, aire precalentado a 382°C y en una proporción de 11.914,3 m³ N/h se combinó con 1.047,1 m³ N/h de gas natural en la primera etapa para proporcionar gases calientes de combustión. La corriente gaseosa fluyó hacia la salida hasta una zona de transición donde se inyectó aceite hidrocarburo de producción en el corazón de la corriente a través de once orificios que tenían un diámetro de 1,27 mm en una proporción de 1.731 litros por hora. En el mismo lugar donde se inyectó el hidrocarburo de producción, se añadió en dirección axial hacia la salida una cantidad auxiliar, v.g., 687 litros por hora del mismo aceite, por medios apropiados como una sonda refrigerada por agua. El aceite empleado como aceite de producción y aceite auxiliar era un aceite de decantación Clark que es un combustible que tiene un contenido de carbono de 90,9% en peso, un contenido de hidrógeno de 8,04% en peso, un contenido de azufre de 1,3% en peso, una relación de hidrógeno a carbono de 1,05, un Índice de Correlación B.M.C.I. del 121, una densidad relativa de acuerdo con ASTM D-287 de 1,07, una gravedad API de acuerdo con ASTM D-287 de 0,9, una viscosidad SSU (ASTM D-88) a 54,4°C de 150,8, una viscosidad SSU (ASTM D-88) a 100°C de 44,7 y un

5

10

15

20

25

30

contenido de asfaltenos de 2,1%. Las condiciones de reacción se mantuvieron de forma que la combustión general fuera de 31% y el enfriamiento se llevó a cabo en un punto situado a 3355 mm del punto de inyección del hidrocarburo principal. Como resultado del empleo de la técnica de inyección auxiliar descrita en esta memoria, se produjo un buen rendimiento de negro de carbón que tenía un número de iodo de 92, una área superficial del iodo de 74 m²/g, un poder colorante de 237%, una densidad de vertido o fluidez de 297,7 g/l y un DBP de 155 cc/100 g en negro nodulizado lo cual supone 25 puntos por encima del control o testigo del Ejemplo 12 que sigue. Las propiedades físicas del caucho comprenden, en caucho natural, un módulo 300% de +38,50 kg/cm² y una resistencia a la tracción de -9,10 kg/cm² y, en la formulación de caucho sintético industrial, un módulo 300% de +70,0 kg/cm², una resistencia a la tracción de +48,30 kg/cm² y una contracción en extrusión de 84,1%. Las propiedades físicas del caucho indicadas se expresan con relación al Negro de Referencia Industrial No. 3. La valoración de desgaste en rodadura del negro de este ejemplo es de 104%.

EJEMPLO 12

Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 11, aire precalentado a 444°C se combinó en una proporción de 12.735 m³ N/h con gas natural en una proporción de 1.018,8 m³ N/h para proporcionar un fuego de combustión primaria de 125%. Los productos gaseosos de combustión se pasaron, en dirección a la salida, a una etapa de transición donde se inyectó aceite hidrocarburo de producción forzado a una presión de 21,00 kg/cm² a través de nueve orificios cada uno de un diámetro de 1,52 mm en una proporción de 2426 litros por hora en el corazón de la

combustión. La reacción se mantuvo para proporcionar una combustión general de 33% y el enfriamiento a 676°C se efectuó en un punto situado a 2.135 mm del lugar de inyección del hidrocarburo principal. El negro de carbón producido en este caso tenía un número de iodo de 90,0, una densidad de 320,2 g/l, una área superficial de iodo de 71 m²/g., un poder colorante de 235% y una absorción de DBP sobre negro nodulizado de 130. Cuando este negro se incorporó en una formulación de caucho natural el valor del módulo 300% era de +29,40 kg/cm² y la resistencia a la tracción era esencialmente igual que la del control de IRB No. 3. Los valores para la formulación de caucho sintético industrial en leando este negro comprendían un módulo 300% de +56,00 kg/cm², una resistencia a la tracción de +21,00 kg/cm² y una viscosidad Mooney de +8 si se compara con el control de IRB No. 3. El resultado de desgaste en rodadura obtenido con este negro fue del 100%...

EJEMPLO 13

En los ejemplos 13 a 15 se proporciona una serie de experimentos donde se utilizó gas natural como hidrocarburo auxiliar. Según resultará evidente por las condiciones de operación, los ejemplos que siguen se idearon para demostrar el efecto de variar la ubicación de los puntos de inyección de gas auxiliar pero manteniendo aproximadamente constante la cantidad de gas auxiliar introducido. La muestra de control del Ejemplo 1 sirve como testigo adecuado también para los negros de carbón siguientes. De un modo mas particular, siguiendo el procedimiento del ejemplo 1, se preparó un fuego de combustión primaria de 140% combinando 2.405,5 m³ N/h de aire precalentado a 399°C con 172,34 m³ N/h de gas natural. En los gases de combustión calientes se introdujo a tra-

vés de cuatro orificios cada uno de un diámetro de 1,01 mm, a una presión de 14,42 kg/cm², un material hidrocarburo de producción en una proporción de 468 litros por hora. El hidrocarburo principal o de producción empleado en este caso era alquitrán Shamrock que tenía un contenido de carbono del 90,7% en peso, un contenido de hidrógeno de 8,35% en peso, un contenido de azufre de 0,5% en peso, una relación de hidrógeno a carbono de 1,09, un Índice de Correlación B.M.C.I. de 118, una densidad relativa de acuerdo con ASTM D-287 de 1,06. una gravedad API de acuerdo con ASTM D-287 de 2,0, una viscosidad SSU (ASTM D-88) de 252 a 54,4°C y un contenido de asfaltenos de 5,7%. Entonces se inyectó en la corriente gaseosa de combustión gas natural en una proporción de 68,7 m³ N/h que era la cantidad necesaria para que el contenido de carbón del hidrocarburo auxiliar alcanzara 6,2% del contenido total de carbón de los reactivos. La introducción del gas natural auxiliar en un punto a 610 mm del punto de inyección de la carga principal se consiguió por medios apropiados, en este caso un tubo refrigerado por agua de 12,7 mm de diámetro provisto de una boquilla de pulverización Monarch de 8,73 mm. Las condiciones de la reacción se mantuvieron para proporcionar una combustión de reacción general de 31,1% y el enfriamiento se llevó a cabo en un punto situado a 5.642 mm del lugar de inyección principal. De este modo se obtuvo un buen rendimiento de negro de carbón que tenía un número de iodo de 90, una área superficial de iodo de 69,3 m²/g. un poder colorante de 229% una densidad de 304,19 g/l, una absorción de DBP sobre núcleos de 145 cc/100 g de negro de carbón y una absorción DBP de negro de carbón apelmado de 168. En la Tabla III se exponen datos adicionales pertenecientes a este negro de car-

5

10

15

20

25

30

bón.

EJEMPLO 14

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 13 a excepción de que se introdujo en hidrocarburo principal de producción en una proporción de 494 litros por hora a una presión de 15,89 kg/cm² y, lo que es más importante, se introdujo gas natural auxiliar en la misma proporción de 68,7 m³ N/h que en este caso era la cantidad necesaria para que el contenido de carbón del gas auxiliar alcanzara 5,9% en peso del contenido total de carbón de los reactivos, en un punto a 915 mm del punto de inyección principal. La combustión de reacción general fue del 30% y el enfriamiento tuvo lugar en un punto a 5.642 mm del punto principal de inyección. El negro de carbón producido era similar al del Ejemplo 13 anterior porque tenía un número de iodo de 91,0, una densidad de 299,3 g/l, una área superficial de iodo de 71 m²/g y un poder colorante de 232%. No obstante, a pesar de que la estructura era notablemente mayor que la del testigo, el negro del Ejemplo 14 tenía un valor DBP en negro apelmusado y nodulizado menor que el negro del Ejemplo 13. Otros datos aparecen en la Tabla III.

EJEMPLO 15

Se siguió el procedimiento del Ejemplo 13 a excepción de que se inyectó aceite de producción principal en una proporción de 510 litros por hora a una presión de 17,15 kg/cm² y el gas natural auxiliar, en una proporción de 68,7 m³ N/h se introdujo en un punto situado a 1.220 mm del punto de inyección principal. El contenido de carbón del gas natural auxiliar empleado en esta reacción era de 5,8% del peso del contenido total de carbón de los reactivos. La combustión general era de 29% y la reacción de formación de carbón se fi-

nalizó enfriando en un punto a 6.252 mm del punto de inyección de hidrocarburo de producción principal. El negro preparado de esta manera daba análisis similares: un número de iodo de 90,0, una densidad de 310,5 g/l, una área superficial de iodo de 69,3 m²/g y un poder colorante de 227%. Como en el último ejemplo, la estructura era menor que la del negro descrito en el Ejemplo 13. Los datos completos se indican en la Tabla III.

5

10

15

20

25

30

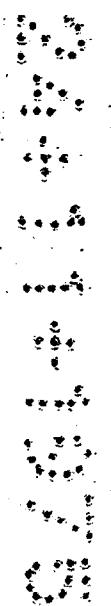


TABLA III

PROPIEDADES ANALITICAS Y FISIO

5	Muestra de negro de carbón	Ejemplo 1
	Número de iodo ASTM	90
	Area superficial del iodo, m ² /g	70
	Densidad de vertido (fluidez) g/l	328,2
10	Poder colorante, % SRF	229
	Absorción de DBP, cc/100 g sobre nódulos	124
	Absorción de DBP cc/100 g en negro apelmusado	149
	RECETA DE CAUCHO	
15	Módulo 300%, kg/cm ²	+19,95
	Tracción, kg/cm ²	-9,10
	RECETA DE CAUCHO	
20	Módulo 300%, kg/cm ²	+38,50
	Tracción, kg/cm ²	+21,00
	Contracción en extrusión, %	91.9

25 ■ Todos los datos anteriores de los cauchos se expresan con relación a IRB No. 3.

30

AS DE LOS NEGROS DE CARBON

Ejemplo 13	Ejemplo 14	Ejemplo 15
90	91	90
69,3	71	69,3
304,1	299,3	310,5
229	232	227
145	139	134
168	163	157
O NATURAL (NR) ²		
+32,20	+32,20	+28,00
+1,40	-9,45	-18,20
SINTETICO INDUSTRIAL (ISR) ²		
+54,60	+61,60	+51,10
+3,50	+6,65	+4,90
86.8	90.5	90.2

Por los datos anteriores se verá que la inyección de una cantidad auxiliar de gas natural no proporcionó una mejora sensible de los negros de carbón producidos. Como es lógico esto se refleja por el aumento de DBP de 10 a 20 puntos. También es evidente por los datos que la ubicación real de la inyección de hidrocarburo auxiliar es muy importante, puesto que el aumento óptimo de estructura tiene lugar cuando se introduce un hidrocarburo gaseoso en un punto situado a 610 mm del lugar de inyección de la carga principal. Con respecto a las propiedades físicas del caucho, todas las propiedades de los cauchos natural y sintético no se vieron perjudicadas y, según se pronosticó, los mayores niveles de DBP de los negros de carbón dieron por resultado la preparación de compuestos de caucho que tenían propiedades de módulo excepcionalmente elevadas.

EJEMPLO 16

En los Ejemplos 16 y 17 se demuestra además que las ventajas del invento aparecen también en la producción de negros de carbón con números de iodo superiores y mayores áreas superficiales que las de los ejemplos anteriores. Según el procedimiento del Ejemplo 1, se cargó en una zona de combustión 2.405,5 m³ N/h de aire precalentado de una temperatura de 307°C y gas natural en una proporción de 219,04 m³ N/h para generar un fuego de combustión primaria de 110%. Se dejó entonces que los gases de combustión fluyeran hacia la salida a gran velocidad lineal después de lo cual se introdujo una carga de alimentación de aceite hidrocarburo en la corriente a través de cuatro orificios cada uno con un diámetro de 0,89 mm a una presión de 12,81 kg/cm² y en una proporción de 342 litros por hora. El hidrocarburo de producción principal em-

pleado en este caso era alquitran hamrock según se ha descri-
to en el Ejemplo 13. Las condiciones de la reacción se mantu-
vieron para proporcionar una combustión de reacción general
de 39,2% y el enfriamiento se realizó en un punto situado a
1.220 mm del lugar de inyección principal. Se obtuvo un buen
rendimiento de negro de carbón que tenía un número de iodo de
123, una área superficial de iodo de 98 m²/g, un poder colo-
rante de 272%, una densidad de 320,2 g/l y una absorción DBP
sobre nódulos de 129 cc/100 gms de negro. En la Tabla IV se
indican datos adicionales pertenecientes a este negro.

EJEMPLO 17

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 16 excepto
en lo siguiente: Se introdujo aire precalentado a 427°C en
una proporción de 2.830 m³ N/h junto con gas natural en una
proporción de 238,2 m³ N/h para proporcionar un fuego de com-
bustión primaria de 126%. Entonces se introdujo en los gases
de combustión calientes de movimiento rápido la carga prima-
ria de aceite, alquitran Shamrock, en una proporción de 480
litros por hora a través de cuatro orificios de 0,94 mm y a
una presión de 21,00 kg/cm². Entonces se introdujo en la co-
rriente de combustión una cantidad adicional de aceite hidro-
carburo, alquitran Shamrock, en una proporción de 92,6 li-
tros por hora que era la cantidad necesaria para que el conte-
nido de carbón del aceite auxiliar alcanzara 13,2% en peso ba-
sado en el contenido total de carbón de los reactivos. La in-
troducción del aceite auxiliar en un punto situado a 1.220 mm
de la inyección principal se consiguió a través del costado
del reactor en el interior de los gases de combustión por me-
dio de una sonda anular refrigerada por agua con una boquilla
de pulverización Monarch de 602 que tenía un diámetro de ori-

ficio de 0,50 mm. La reacción se llevó a cabo a un porcentaje de combustión general de 36,1% y la reacción se enfrió en un punto situado a 3.202 mm del punto de inyección de la carga principal. Se obtuvo con buen rendimiento un negro de carbón que tenía un número de iodo de 116, una área superficial de iodo de 98 m²/g, un poder colorante de 252%, una absorción DBP sobre nódulos de 161 cc/100 gms. lo cual supone un aumento sensible de 32 puntos comparado con el negro de control o muestra testigo del Ejemplo 16, y una absorción DBP sobre negro apelmado de 180. Otros datos se indican en la Tabla IV.

5

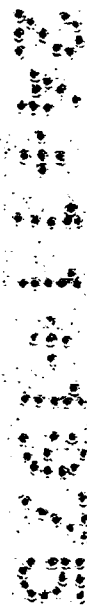
10

15

20

25

30



PROPIEDADES ANALITICAS Y FISICAS DE LOS NEGROS DE CARBON

Muestra de negro de carbón	Ejemplo 16	Ejemplo 17
Número de iodo ASTM	123	116
Area superficial del iodo m ² /g.	98	98
Poder colorante, % SRF	272	252
Absorción DBP, cc/100 g sobre nódulos	129	161
Absorción DBP, cc/100 g sobre negro apelmusado	154	180

RECETA DE CAUCHO NATURAL (NR²)

Módulo 300%, kg/cm ²	+82,70	+32,20
Tracción, kg/cm ²	+12,60	-9,80

RECETA DE CAUCHO SINTETICO INDUSTRIAL (ISR)²

Módulo 300%, kg/cm ²	+43,40	+49,00
Tracción, kg/cm ²	+22,40	+13,30
Contracción en extrusión, %	90.2	81.9

* Todos los datos anteriores de los cauchos se expresan con relación a IRB No. 3.

Por lo anterior de nuevo es evidente que una inyección bien definida de una cantidad auxiliar de hidrocarburo proporciona un aumento sensible en el nivel de estructura de los negros de carbón. Según indica el presente invento, el nivel de absorción DBP del negro aumenta considerablemente. Además, el módulo y contrac-



ción en extrusión de las composiciones de caucho se c
del modo esperado cuando un negro de estructura superior sus-
tituye a un negro estructura inferior.

5 En los ejemplos siguientes 18-26 se describe una se-
rie de negros preparados por el procedimiento de este invento
donde la cantidad de hidrocarburo auxiliar utilizado es del or-
den de aproximadamente 15% a 5% en peso expresado como por-
centaje de carbón de los reactivos. En cada caso, la estructu-
ra de los negros se eleva considerablemente según evidencian
10 los aumentos de DBP, sobre negros modulizados, que varían de
10 a 70 puntos. Como muestra testigo para estos negros se uti-
lizó el negro del Ejemplo 18.

EJEMPLO 18

15 Según el procedimiento del Ejemplo 1, aire precalen-
tado a 426°C en una proporción de 9,622 m³ N/h y gas natural
en una proporción de 724,4 m³ N/h se alimentaron en la zona de
combustión del aparato reactor. Al flujo saliente resultante
de gases calientes de combustión se cargó material hidrocar-
buro de aceite Gulf a una presión de 14,00 kg/cm² en una pro-
20 porción de 3,067 litros por hora. La reacción se llevó a cabo
a una combustión general del 30,7% y los productos de la com-
bustión se enfriaron con agua a 70°C. Se obtuvo un producto
negro de carbón que tenía un poder colorante de 235, una área
superficial de iodo de 72, un valor de absorción de DBP de 131,
25 una densidad de 320,2 g/l y un número de iodo de 90. La carga
de hidrocarburo empleada era aceite Gulf que es un combusti-
ble con un contenido de carbono de 90,3% en peso, un contenido
de hidrógeno de 7,9% en peso, un contenido de azufre de 1,9%
en peso, una relación de hidrógeno a carbono de 1,04, un Indi-
30 ce de Correlación B.M.C.I. de 126, una densidad relativa de

1,07 según ASTM D-287, una gravedad API según ASTM D-287 de 0,4, una viscosidad SSU (ASTM D-88) a 54,4°C de 95,2, una viscosidad SSU (ASTM D-88) a 100°C de 40,4 y un contenido de asfaltenos de 2,5%. En la Tabla V se indican datos adicionales de este negro de carbón.

EJEMPLO 19

Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1, se preparó un fuego de combustión primaria de 11,3% combinando 2.405,5 m³ N/h de aire precalentado a 399°C con 213,38 m³ N/h de gas natural. En los gases calientes de combustión se inyectó a una presión de 22,40 kg/cm², a través de cuatro orificios cada uno de un diámetro de 0,94 mm, una carga de aceite hidrocarburo Sunray DX según se ha descrito en el Ejemplo 8 en una proporción de 446 litros por hora. Después se inyectó desde la periferia, como con el aceite de la carga principal, en la corriente gaseosa de combustión, combustible adicional Sunray DX en una proporción de 102 litros por hora, que es una cantidad suficiente para que el contenido de carbón del hidrocarburo auxiliar alcanzara 15,5% en peso del contenido total de carbón de los reactivos. La introducción del hidrocarburo auxiliar, que tiene lugar en este ejemplo en un punto situado a 839 mm del punto de inyección de la carga principal, se consiguió inyectando de una forma prácticamente transversal desde la periferia a través de cuatro orificios de 0,63 mm de diámetro a una presión de 15,40 kg/cm². Las condiciones de la reacción se mantuvieron para proporcionar una combustión de reacción general de 28,5% y el enfriamiento se efectuó en un punto situado a 4.575 mm del lugar de inyección de la carga principal. En la Tabla V se exponen detalles adicionales de este negro de carbón.

EJEMPLO 20

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 19 con las excepciones siguientes: Se inyectó la carga principal de hidrocarburo a una presión de 22,75 kg/cm² a través de cuatro orificios de 0,79 mm en una proporción de 300 litros por hora y el combustible auxiliar se inyectó en una proporción de 241 litros por hora a través de cuatro orificios de 0,63 mm a una presión de 18,55 kg/cm². La cantidad de hidrocarburo auxiliar empleado es, por consiguiente, la necesaria para que el contenido de carbón del combustible auxiliar fuera de 35,5% en el peso del contenido total de carbón de los reactivos. La combustión de reacción general era de 29,1% y el enfriamiento tenía lugar en un punto situado a 5.185 mm del punto de inyección de la carga principal. Este negro de carbón se describe adicionalmente en la Tabla V.

EJEMPLO 21

Se siguió el procedimiento del Ejemplo 20 con las excepciones de que el aceite de la carga principal se inyectó en una proporción de 196 litros por hora a través de cuatro orificios de 0,63 mm de diámetro a una presión de 18,20 kg/cm² y también que el aceite auxiliar se introdujo a través de cuatro orificios de 0,73 mm a una presión de 14,70 kg/cm². La cantidad de hidrocarburo auxiliar empleada en este caso era la necesaria para que el contenido de carbón del aceite auxiliar alcanzara 47,4% en peso del contenido total de carbón de los reactivos. La combustión de reacción general era de 31,8% y el enfriamiento tuvo lugar en un punto situado a 6.485 mm del punto de inyección principal. El negro obtenido se describe adicionalmente en la Tabla V.

EJEMPLO 22

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 19 excepto en lo que sigue: El hidrocarburo de carga principal, en una proporción de 454 litros por hora, se inyectó periféricamente a una presión de 24,50 kg/cm² a través de cuatro orificios de 0,89 mm de diámetro. Entonces se añadió periféricamente a través de dos orificios de 0,63 mm a una presión de 7,03 kg/cm² hidrocarburo auxiliar en una proporción de 94,50 litros por hora que corresponde a un contenido de carbón de 16,7% en peso del contenido total de carbón de los reactivos. En el ejemplo, así como en los Ejemplos 22-25, el hidrocarburo auxiliar se introdujo en un punto situado a 1.677 mm del punto de inyección de la carga de hidrocarburo principal. La combustión de reacción general era de 33,6% y el enfriamiento se llevó a cabo en un punto situado a 7.320 del punto de inyección principal. En la tabla V aparecen datos adicionales de este negro de carbón.

EJEMPLO 23

Se siguió el procedimiento del Ejemplo 22 en todos los aspectos excepto que el aceite de la carga principal se introdujo en una proporción de 274 litros por hora a través de cuatro orificios de 0,78 mm a una presión de 17,15 kg/cm² y el hidrocarburo auxiliar se introdujo a través de cuatro orificios de 0,63 mm de diámetro a una presión de 11,20 kg/cm². Según se ha mencionado anteriormente, el combustible auxiliar se añadió en un punto situado a 1.677 mm del punto de inyección principal y estaba presente en la cantidad necesaria para que el contenido del combustible auxiliar alcanzara el 36,3% en peso del contenido total de carbón de los reactivos y el enfriamiento se llevó a cabo en un punto situado a 7.320 del punto de inyección principal. En la Tabla V se in-

dican detalles adicionales de este negro de carbón.

EJEMPLO 24

5 Se siguió esencialmente el mismo procedimiento del
Ejemplo 23 excepto que el hidrocarburo principal se inyectó
en una proporción de 329 litros por hora a través de cuatro
orificios de 0,79 mm a una presión de 22,75 kg/cm². El hidro-
carburo auxiliar se añadió en la misma proporción y en el mis-
mo lugar que en el Ejemplo 22 y el contenido de carbón del acei-
te auxiliar era, por lo tanto, 34% en peso del contenido total
10 de carbón de los reactivos. La combustión de reacción general
era de 32,2% y la reacción se enfrió en un punto a 7.320 mm
del punto de inyección de la carga principal. El negro obteni-
do por este ejemplo se describe con más detalle en la Tabla V.

EJEMPLO 25

15 Se siguió el procedimiento del Ejemplo 22 excepto
que el hidrocarburo de alimentación principal se introdujo en
una proporción de 427 litros por hora a través de cuatro ori-
ficios de 0,84 mm a una presión de 23,80 kg/cm² y el hidrocar-
buro auxiliar se inyectó en una proporción de 174 litros por
20 hora a través de cuatro orificios de 0,62 mm de diámetro a una
presión de 0,3 kg/cm². Esta cantidad era la necesaria para que
el contenido de carbón del hidrocarburo auxiliar fuera de 24,5
% en peso del contenido total de carbón de los reactivos y, se-
gún se ha indicado anteriormente, la adición se efectuó en un
25 punto situado a 1.677 mm del punto de inyección principal. La
combustión de reacción general era de 32,7% y la reacción se
enfrió en un punto situado a 7.520 mm del punto de inyección
principal de aceite. En la tabla V se indican datos adiciona-
les.

EJEMPLO 26

Se siguió el procedimiento del Ejemplo 25 con la excepción de que el hidrocarburo de carga principal se introdujo en una proporción de 128 litros por hora a través de tres orificios de 0,63 mm de diámetro a una presión de 9,10 kg/cm² y el hidrocarburo auxiliar se inyectó en una proporción de 257 litros por hora a través de cuatro orificios de 0,81 mm a una presión de 13,30 kg/cm² en un punto situado a 1.677 mm del punto de inyección principal. El contenido de carbón del hidrocarburo auxiliar empleado en este caso era de 54,7% en peso del contenido total de carbón de los reactivos. La combustión de reacción general era de 39,7% y el enfriamiento tuvo lugar en un punto situado a 8.692 mm del punto de inyección principal. Otros detalles de este negro de carbón se exponen en la Tabla V.

5

10

15

20

25

30

TABLA V

PROPIEDADES ANALITICAS DE

Negro de carbón	Número de iodo	Superficie de iodo m ² /g	Poder colorante, % SRF
Ejemplo 18	90	72	235
Ejemplo 19	91	75	244
Ejemplo 20	91	76	238
Ejemplo 21	88	75	229
Ejemplo 22	92	75	246
Ejemplo 23	88	77	236
Ejemplo 24	91	79	234
Ejemplo 25	92	77	240
Ejemplo 26	90	71	219

PROPIEDADES FISICAS DE LAS

Negro de carbón	Ejemplo 18	Ejemplo 19
-----------------	------------	------------

RECETA DE CAUCHO NATURAL (NR)

Resistencia a la tracción, kg/cm ²	+4,9	+9,80
Módulo 300%, kg/cm ²	+18,20	+41,30

RECETA DE CAUCHO SINTETICO (ISR)

Resistencia a la tracción, kg/cm ²	+7,03	+10,15
Módulo 300%, kg/cm ²	+35,00	+57,55
Contracción en extrusión, % IRE No. 3	92	85

■ Todos los datos anteriores de los cauchos se expresan con relación a IRE No. 3.

LOS NEGROS DE CARBON

Densidad g/l	Absorción de DBP, cc/100 g sobre nódulos	Cantidad de hidrocarburo auxiliar, % de carbón	Distancia del punto de inyección auxiliar a principal.
320,2	131	-	-
256,1	162	15,5	9,387
240,1	194	35,5	9,387
256,1	168	47,4	9,387
288,1	150	16,7	1,677
256,1	202	36,3	1,677
256,1	192	34,0	1,677
272,1	166	24,5	1,677
288,1	140	54,7	1,677

FORMULACIONES DE CAUCHO NATURAL Y SINTETICO

Ejem. 20	Ejem. 21	Ejem. 22	Ejem. 23	Ejem. 24	Ejem. 25	Ejem. 26
----------	----------	----------	----------	----------	----------	----------

-32,90	-26,25	+4,20	-28,37	-39,20	-24,85	-15,05
+69,30	+32,55	+35,70	+64,05	+76,55	+50,40	+42,35

+0,7	+2,10	+4,20	-1,05	-7,03	-11,20	-10,15
+98,70	+74,55	+55,20	+96,60	+80,85	+69,30	+66,35
76	78	88	74	75	81	82

Por los datos de la tab. V es evidente que, gracias al presente invento, que propone la inyección de cantidades adicionales de hidrocarburo, se consigue la producción de negros altamente estructurados. Además, eligiendo cuidadosamente las condiciones de operación de la gama indicada como idónea, se puede aumentar el nivel de absorción de DBP de un negro de carbón dado en una cantidad del orden de 10 a 70 puntos aproximadamente, según se desee. Como era de esperar, los negros de mayor estructura inducen en las composiciones de caucho que los contienen valores mayores de módulo y menores de contracción en la extrusión.

A pesar de que este invento se ha descrito con relación a ciertas modalidades, no queda limitado a las mismas, y deberá comprenderse que se pueden hacer modificaciones y variaciones que resultarán evidentes a los expertos en la materia, sin desviarse del espíritu y alcance del invento.

NOTA

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en EE.UU. de A. con el No. 505.616 de 13 de Septiembre de 1,974, acogiendo por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO MODULAR PARA PRODUCIR NEGROS DE CARBON DE HORNO; caracterizándose por lo siguiente:

1. Procedimiento modular para producir negros de carbón de horno con características de estructura mejorada según representan los valores de DBP aumentados de los negros y menores valores de contracción en la extrusión de formulaciones de caucho que contienen dichos negros de carbón, donde un combustible y un oxidante se hacen reaccionar en una primera etapa para proporcionar una corriente de gases de combustión calientes que poseen suficiente energía para convertir un producto de hidrocarburo líquido, productor de negro de carbón, en negro de carbón, cuya corriente se propulsa a gran velocidad lineal en una segunda etapa donde el producto de hidrocarburo líquido se inyecta, en forma de una pluralidad de chorros coherentes, en dicha corriente gaseosa de una forma prácticamente transversal y con presión suficiente para conseguir el grado de penetración necesario para lograr el esfuerzo cortante y mezcla apropiados por lo que en una tercera etapa el producto hidrocarburo se descompone y se convierte en negro de carbón antes de terminar la reacción de formación de carbón por enfriamiento rápido; caracterizado porque comprende producir un hidrocarburo auxiliar en la cantidad necesaria para que el contenido en carbón del hidrocarburo auxiliar alcance aproximadamente del 2 al 70% en peso basado en el contenido total de carbono de los reactivos y en una forma todavía sin reaccionar para producir partículas de negro de carbón en la zona de reacción sustancial en el proceso de formación de carbón donde el producto hidrocarburo, previamente introducido, mezclado, pulverizado y vaporizado, experimenta en el momento las reacciones de formación de carbón para formar las partículas de carbón, cuya zona se sitúa aproximadamente entre un 2 y un 60% de la sustancia a

5

10

15

20

25

30

partir del punto de inyección del producto hidrocarburo hasta el punto de introducción del medio de enfriamiento rápido; y entonces enfriar, separar y recuperar el negro de carbón resultante.

5 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el hidrocarburo auxiliar se encuentra en forma líquida y se introduce en un punto donde el producto hidrocarburo se inyecta.

10 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el hidrocarburo auxiliar se introduce en un punto situado después del lugar de inyección de la carga principal de hidrocarburo de modo que la distancia desde el punto de inyección de la carga de hidrocarburo principal hasta el punto de introducción del hidrocarburo auxiliar varíe desde aproximadamente el 2% hasta aproximadamente el 60% de la distancia desde el punto de inyección de la carga principal de hidrocarburo hasta el punto de introducción del medio refrigerante.

15 4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el hidrocarburo auxiliar está en forma líquida y se introduce en tal cantidad que el contenido de carbón del hidrocarburo auxiliar alcanza aproximadamente del 5% al 60% en peso basado en el contenido total de carbón de los reactivos en un punto después del lugar de inyección de la carga principal de hidrocarburo de forma que la distancia desde el punto de inyección de la carga principal de hidrocarburo hasta el punto de introducción del hidrocarburo líquido auxiliar varíe desde aproximadamente el 2% hasta aproximadamente el 60% de la distancia desde el punto de inyección de la carga principal de hidrocarburo hasta el punto de introducción

20

25

30

del medio refrigerante.

5 5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el hidrocarburo líquido auxiliar se introduce en tal cantidad que el contenido de carbón del hidrocarburo auxiliar alcanza aproximadamente del 10% al 50% en peso basado en el contenido total de carbón de los reactivos.

10 6. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el hidrocarburo auxiliar está en forma gaseosa y se introduce en tal cantidad que el contenido de carbón del hidrocarburo auxiliar alcanza aproximadamente del 2% al 10% en peso basado en el contenido total de carbón de los reactivos en un punto después del lugar de inyección de la carga principal de hidrocarburo de forma que la distancia desde el punto de inyección de la carga principal de hidrocarburo hasta el punto de introducción del hidrocarburo gaseoso auxiliar varíe aproximadamente del 2% al 60% de la distancia desde el punto de inyección de la carga principal de hidrocarburo hasta el punto de introducción del medio refrigerante.

20 7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el hidrocarburo gaseoso auxiliar se introduce en tal cantidad que el contenido de carbón del hidrocarburo auxiliar alcanza aproximadamente del 4% al 8% en peso basado en el contenido total de carbón de los reactivos.

25 8. Procedimiento modular para producir negros de carbón de horno, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 59 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 24 NOV. 1975

30 CABOT CORPORATION

J. GÓMEZ AGUIRRE Y MODIA

Abogado Firmado / Geste Firmado

