



ESPAÑA

|       |          |                         |       |
|-------|----------|-------------------------|-------|
| 19 ES | 11<br>21 | NUMERO<br><b>446601</b> | 10 AT |
|       | 22       | FECHA DE PRESENTACION   |       |

**PATENTE DE INVENCION**

|   |  |  |  |  |  |                                      |  |  |
|---|--|--|--|--|--|--------------------------------------|--|--|
| 20 PRIORIDADES:<br>31 NUMERO<br>P 25 15 633.6   |  |  | 32 FECHA<br>10 Abril 1975                    |  |  | 33 PAIS<br>Alemania                  |  |  |
| 47 FECHA DE PUBLICIDAD  |  |  | 51 CLASIFICACION INTERNACIONAL<br>C09C, H01M |  |  | 62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA |  |  |
| 54 TITULO DE LA INVENCION<br>"Procedimiento para la preparaci3n de un negro de humo conductor para masas de despolarizador de baterias secas" |  |  |  |  |  |                                      |  |  |
| 71 SOLICITANTE (S)<br>HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT  |  |  |  |  |  |                                      |  |  |
| DOMICILIO DEL SOLICITANTE<br>D 6230 Frankfurt/Main-80 (Alemania).   |  |  |  |  |  |                                      |  |  |
| 72 INVENTOR (ES)<br>Erich Schallus, Dr. Gerhard Mistens, Gregor Fucker, J3rgen Petrell y Dr. Friedrich Wilhelm Dorn                           |  |  |  |  |  |                                      |  |  |
| 73 TITULAR (ES)<br>HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT   |  |  |  |  |  |                                      |  |  |
| 74 REPRESENTANTE<br>Carlos Fern3ndez Candelas   |  |  |  |  |  |                                      |  |  |



El invento concierne a un procedimiento para la preparación de un negro de humo conductor para masas de despolarizador de baterías secas. Negros de humo apropiados para ello deben tener determinadas propiedades, que influyen sobre la aptitud para transformación del negro de humo para baterías eléctricas y sobre el proceso de descarga de las mismas. Estas son, por ejemplo, la conductividad eléctrica y la capacidad de absorción de humedad, que es evaluada empíricamente por el índice de absorción (índice AS, "absorption stiffness"). El índice AS indica en  $\text{cm}^3$  la cantidad de una mezcla de agua y acetona (9:1), que es necesaria para formar una única bola en un matraz de fondo redondo a partir de 5 g de negro de humo. Negros de humo con índices AS inferiores a 15 no satisfacen los requisitos de un fabricante de baterías.

Dado que la influencia de propiedades individuales del negro de humo sobre la capacidad de la batería para funcionar no es conocida suficientemente desde el punto de vista cuantitativo, la idoneidad de un negro de humo sólo puede ser demostrada concluyentemente por el ensayo en batería. Con el fin de calificar el resultado del procedimiento del invento se construyen por lo tanto baterías secas y se descargan según las normas IEC (International Electrochemical Commission).

Es sabido utilizar, en masas de despolarizador, negros de humo que se obtienen por descomposición de acetileno a temperaturas por encima de  $2.300^{\circ}\text{C}$ . Tales negros de humo de acetileno son caros por causa del acetileno obtenido en procedimientos de preparación con intenso consumo de energía. Estos se encuentran en el comercio con índices AS de 15-35, teniendo tipos de negro de humo



con elevado índice AS una densidad aparente comparativamente baja de aproximadamente 60 g/l, lo cual especialmente al efectuarse la expedición por grandes distancias conduce a considerables costos de transporte. También, la estructura de los negros de humo de acetileno, responsable del índice AS, puede ser degradada ya por una sollicitación mecánica bastante pequeña, de manera que se obtienen masas de despolarizador que no pueden ser comprimidas, o han de emplearse cantidades incomparablemente grandes de negro de humo. La resistencia eléctrica específica de los negros de humo de acetileno es de  $2-3 \cdot 10^{-2}$  ohm . cm bajo una presión de compresión de 1.500 atmósferas.

De modo sorprendente, se ha puesto ahora de manifiesto que negros de humo, que se forman en una atmósfera con contenido de oxígeno a temperaturas esencialmente por debajo de 2.300°C y son sometidos a un tratamiento posterior, en el cual la temperatura también se encuentra esencialmente por debajo de 2.300°C, son equivalentes a negros de humo de acetileno en lo que se refiere a su conductividad eléctrica específica y a su posibilidad de utilización para masas de despolarizador.

El presente invento para la preparación de un negro de humo conductor para masas de despolarizador de baterías secas parte de negros de humo, que se forman en la conversión térmica de hidrocarburos líquidos, preferiblemente de alto punto de ebullición, por ejemplo residuos de destilación de petróleo tales como aceite combustible pesado, en presencia de oxígeno o gases que contienen oxígeno y eventualmente de vapor de agua a 1.200 - 2000°C. Tales negros de humo son obtenidos en general por lavado con agua,



del gas que contiene negro de humo, resultando suspensiones acusadas con un contenido de 5 - 40 g del negro de humo por litro. El índice AS de tales negros de humo se encuentra por encima de 15.

Los negros de humo preparados de esta manera son naturalmente más baratos que negros de humo de acetileno, especialmente cuando se utiliza la mezcla de  $CO/H_2$  que se forma simultáneamente, pero todavía no satisfacen los requisitos del ensayo en batería IEC (véase ensayo en batería dado con ocasión del Ejemplo 1). De acuerdo con el invento, tales suspensiones de negro de humo son tratadas por lo tanto en una primera etapa con hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos, saturados, susceptibles de evaporarse, en cantidades de 0,5 - 10 g por cada gramo de negro de humo, habiéndose mostrado como ventajoso el mantenimiento de un valor de pH entre 7 y 10, ya que en el margen ácido, por ejemplo a pH 3, sólo se logra una separación incompleta de negro de humo incapaz de fluir libremente. El tratamiento con hidrocarburos se efectúa a 5 - 120°C, trabajándose, caso de que se escojan temperaturas por encima del punto de ebullición de agua o de hidrocarburo, a presiones que garanticen el mantenimiento de la fase líquida. De este modo el negro de humo y el hidrocarburo se separan de la cantidad principal del agua. Para la separación de negro de humo apenas son apropiados hidrocarburos aromáticos. Por ejemplo, en el caso de emplearse benceno se obtiene una masa pastosa difícil de ser sometida a tratamiento. Además de ello, la separación de negro de humo es incompleta. Para el tratamiento de la suspensión, dependiendo de la potencia mezcladora del agitador, se necesitan 1 a 20 minutos. El negro de humo es separado



en forma de material "seco" con un contenido de 20 a 30% en peso de hidrocarburo, el resto hidrocarburo y agua. Se ha manifestado como ventajoso emplear hidrocarburos que hierven entre 25 y 100°C, si se considera la recuperación de los mismos y han de evitarse durante su recuperación reacciones de los hidrocarburos con la superficie del negro de humo.

Según el procedimiento del invento, el negro de humo separado de este modo es sometido en una segunda etapa a un tratamiento a temperatura, evaporándose primero y siendo recuperados el hidrocarburo y el agua y siendo aumentada a continuación la temperatura a 1.100° - 2.200°C.

La capacidad para ser comprimida de una masa de despolarizador para baterías secas depende del comportamiento de absorción de humedad del negro de humo (índice AS) y del tiempo de mezclado en húmedo. En tal caso ha de entenderse como tiempo de mezclado en húmedo el tiempo necesario para el mezclado de la mezcla seca, consistente por ejemplo en dióxido de manganeso, cloruro de amonio, óxido de zinc y negro de humo, con el electrolito interno consistente por ejemplo en una solución acuosa de cloruro de zinc. No obstante, con el negro de humo obtenido según el procedimiento del invento, no se puede obtener de modo usual a partir del índice AS ninguna conclusión sobre un determinado comportamiento en la masa de despolarizador, es decir el negro de humo de acuerdo con el invento y un negro de humo de acetileno usual en el comercio con índices AS comparables manifiestan un diferente comportamiento en la masa de despolarizador.

Con el fin de dar una idea acerca de las diferencias



entre diversos negros de humo individuales se sometió a molienda negro de humo de acetileno usual en el comercio con un índice AS de 32 en un molino de bolas durante 15 minutos, después de lo cual se determinó el índice AS con un valor de 16. A diferencia de ello, un negro de humo según el presente invento no modificó en las mismas condiciones de molienda su índice AS original de 23.

Para explicar estos hechos se mencionará lo siguiente:

Los negros de humo utilizables en baterías secas tienen un tamaño medio de partículas de 25 - 60 nm. Tal como lo muestra la observación en microscopio electrónico, estas partículas primarias se reúnen en cadenas que están más o menos enmarañadas. Dependiendo del grado de enmarañamiento se establece diferencia entre negros de humo de alto grado de estructuración o de bajo grado de estructuración, pero hasta ahora no se ha logrado una caracterización ni siquiera aproximadamente cuantitativa de la estructura o del grado de enmarañamiento.

Con el índice AS se determina empíricamente el llenado de volumen vacío con líquido sin sollicitación mecánica. Para la transformación del negro de humo en masas de despolarizador es importante no obstante la estabilidad estructural, es decir la estabilidad del enmarañamiento frente a sollicitación mecánica, especialmente frente a presión de compresión.

Una posibilidad de medición ajustada a la práctica del comportamiento de un negro de humo en la masa de despolarizador bajo presión de compresión la ofrece la conocida determi



nación de la "humedad libre". Según ésta se comprimen con un peso constante de 8 kg sobre un papel para empapamiento de 5,4 cm<sup>2</sup> de superficie, que se encuentra sobre una placa de zinc, 4 g de mesa de despolarizador, que consta de 70 partes en peso de dióxido de manganeso para electrolito, 17 partes en peso de NH<sub>4</sub>Cl, 1 parte en peso de ZnO, 12 partes en peso de negro de humo y 24 partes en peso de solución al 20% en peso de ZnCl<sub>2</sub>. El peso y la placa de zinc forman cátodos o ánodos. Por medio de la presión de compresión se modifica en mayor o menor grado la estructura del negro de humo que contiene humedad, y se pone en libertad humedad. Cuanto más estable es la estructura del negro de humo, tanto menor es la cantidad de la humedad puesta en libertad o de la "humedad libre", bajo la presión de compresión. Dependiendo del contenido de humedad libre, el papel para empapamiento es humedecido a fondo y al aplicar la tensión se provoca una correspondiente intensidad de corriente. La caída máxima de tensión en milivoltios a través de una resistencia fija de 10 ohmios es la medida de la "humedad libre".

En la siguiente Tabla 1 se especifica la dependencia de la "humedad libre" con el tiempo de mezclado en húmedo de algunos negros de humo preparados según el invento y de negros de humo de acetileno usuales en el comercio con índices AS comparables. El carácter diferente de los negros de humos preparados según el invento se pone claramente de manifiesto.



Tabla 1

| Negro de humo   | Índice AS<br>(ml/5g) | Humedad libre en mV                       |            |
|---|----------------------|---|------------|
|   |                      | Tiempo de mezclado en húmedo<br>8 minutos | 14 minutos |
| 5 Negro de humo de acetileno<br>altamente consolidado | 20                   | 1 030                                     | 1 050      |
| Negro de humo de acetileno<br>consolidado             | 22                   | 1 005                                     | 1 020      |
| Negro de humo del Ejemplo 3                           | 21,5                 | 425                                       | 420        |
| 10 Negro de humo del Ejemplo 4                        | 20                   | 500                                       | 505        |
| Negro de humo del Ejemplo 5                           | 22                   | 495                                       | 495        |

En particular, el invento concierne ahora a un procedimiento para la preparación de un negro de humo conductor para masas de despolarizador de baterías secas, el cual está caracterizado porque se mezcla intensamente, a temperaturas de 5 - 120°C y presiones de 1 a 20 atmósferas en fase líquida durante 1 a 20 minutos, una suspensión acuosa de negro de humo con un índice AS mayor de 15, que se había obtenido por conversión térmica de hidrocarburos líquidos a la temperatura ambiente en presencia de oxígeno o de gases que contienen oxígeno y eventualmente de vapor de agua a 1.200 hasta 2.000°C y presiones de 1 a 80 atmósferas así como por subsiguiente lavado con agua del gas de reacción que contiene negro de humo, con hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos susceptibles de evaporarse, en una cantidad de 0,5 a 10 g de hidrocarburo por gramo de negro de humo, y porque el negro de humo se separa del



líquido, se libera de hidrocarburos y de agua por calentamiento, y a continuación se aumenta la temperatura a 1.100 hasta 2.200°C durante 2 hasta 30 minutos.

El procedimiento del invento puede ser caracterizado preferiblemente además por el hecho de que

5

a) la suspensión acuosa contiene 5 a 40 g de negro de humo por litro.

b) la suspensión acuosa de negro de humo es mezclada intensamente con hidrocarburos con una actividad de iones hidrógeno de pH 7-10.

10

c) los hidrocarburos añadidos a la mezcla hierven entre 25 y 100°C.

d) se libera el negro de humo de hidrocarburos y de agua por calentamiento a 200°C.

15

e) el negro de humo liberado de hidrocarburos y de agua se calienta a 1.400 hasta 1.800°C durante 5 a 15 minutos en presencia de nitrógeno, hidrógeno o monóxido de carbono.

f) el negro de humo liberado de hidrocarburos y de agua se calienta a temperaturas por encima de 1.200°C en presencia de cloro, cloruro de hidrógeno o de compuestos que desprenden halógeno.

20

En calidad de compuestos que desprenden halógeno, los cuales son utilizados con el fin de impedir la corrosión en lugar de cloro o de cloruro de hidrógeno, se han de resaltar especialmente, por ejemplo, tetracloruro de carbono, cloruro de vinilo y diclorodifluorometano.

25

El invento concierne además a un negro de humo con-



ductor para masas de despolarizador de baterías secas, el cual está caracterizado porque tiene un contenido de por lo menos 97% en peso de carbono, un índice de absorción (índice AS) de 15 a 35, una resistencia eléctrica específica de  $10^{-1}$  hasta  $10^{-3}$  ohm . cm a una presión de compresión de 1.500 atmósferas, una densidad aparente de 100-160 g/l, una superficie según BET de 100 - 1.000 m<sup>2</sup>/g y una "humedad libre", medida en milivoltios en una mezcla de ensayo de despolarizador, que asciende a 35 hasta 55% de la "humedad libre" de un negro de humo de acetileno consolidado con el mismo índice AS, consistiendo la mezcla de ensayo en 70 partes en peso de dióxido de manganeso, 17 partes en peso de cloruro de amonio, 1 parte en peso de óxido de zinc, 24 partes en peso de solución acuosa al 20% de cloruro de zinc como electrolito interno y 12 partes en peso del negro de humo a investigar, y porque para su preparación se había mezclado intensamente, a temperaturas de 5 a 120°C y presiones de 1 a 20 atmósferas en fase líquida durante 1 a 20 minutos, una suspensión acuosa de negro de humo con un índice AS mayor de 15, que se había obtenido por conversión térmica de hidrocarburos líquidos a la temperatura ambiente en presencia de oxígeno o de gases que contienen oxígeno y de vapor de agua a 1.200 hasta 2.000°C y presiones de 1 a 80 atmósferas así como por subsiguiente lavado con agua de los gases de reacción que contienen negro de humo, con hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos susceptibles de evaporarse, el negro de humo había sido separado del líquido, había sido liberado de hidrocarburos y de agua por calentamiento y a continuación la tempa



ratura había sido aumentada a 1.100 hasta 2.200°C durante 2 hasta 30 minutos.

La "humedad libre" se encuentra en la mezcla de ensayo mencionada preferiblemente entre 370 y 570 mV.

5 Los siguientes Ejemplos deben explicar el procedimiento para la preparación de un negro de humo conductor para masas de despolarizador de baterías secas. En este caso se emplea un negro de humo que se forma en la conversión térmica de aceite combustible pesado con oxígeno y vapor de agua a -  
10 1.400°C y 50 atmósferas de presión, y el subsiguiente lavado con agua de los gases de reacción que contienen negro de humo en forma de suspensión acuosa con un contenido de 15 g de negro de humo/litro.

EJEMPLO 1 (Ejemplo comparativo):

15 La suspensión acuosa de negro de humo fue concentrada por evaporación y se determinaron los siguientes índices característicos:

índice AS : 28;

resistencia eléctrica específica :  $2,5 \times 10^{-2}$  ohm . cm;

20 densidad aparente : 102 g/l;

superficie según BET : 600 m<sup>2</sup>/g;

contenido de carbono : 97,5% en peso;

ensayo en batería : véase Tabla 2.

EJEMPLO 2 (Ejemplo comparativo)

25 A partir de 200 litros de la suspensión acuosa de



negro de humo se separó negro de humo en un recipiente con -  
agitación mediante adición de 6 kg de bencina (margen de ebu-  
llición 30-90°C) a pH 9, una temperatura de 25°C, una presión  
de 1,2 atmósferas, y una duración de agitación de 10 minutos.  
5 El material a granel obtenido consistía en 20% en peso de ne-  
gro de humo, 40% en peso de bencina y 40% en peso de agua, y  
fue calentado a 200°C, con recuperación de la bencina. Se ob-  
tuvieron 3 kg de producto exento de agua y de bencina. Este  
producto fue calentado a 1.000°C bajo nitrógeno durante 60 mi-  
10 nutos. Indices característicos del negro de humo:

índice AS : 26;

resistencia eléctrica específica :  $2,4 \times 10^{-2}$  ohm . cm;

densidad aparente : 102 g/l;

superficie según BET :  $630 \text{ m}^2/\text{g}$ ;

15 contenido de carbono : 98% en peso;

ensayo en batería : véase Tabla 2.

### EJEMPLO 3:

Se trabajó tal como se muestra en el Ejemplo 2, pero  
se calentó el negro de humo exento de agua y de bencina, secado,  
20 durante 20 minutos bajo nitrógeno a 1.500°C.

Indices característicos del negro de humo:

índice AS: 21,5;

resistencia eléctrica específica:  $2,5 \times 10^{-2}$  ohm . cm;

densidad aparente: 120 g/l;

25 superficie según BET:  $250 \text{ m}^2/\text{g}$ ;

contenido de carbono: 98,6% en peso;



humedad libre (tiempo de mezclado en húmedo 8 minutos): 425 milivoltios;

ensayo en batería: véase Tabla 2.

EJEMPLO 4:

5 Se trabajó como se muestra en el Ejemplo 2, pero se trató el negro de humo exento de agua y de bencina, secado, durante 20 minutos a 1.800°C con cloruro de hidrógeno.

Índices característicos del negro de humo:

índices AS: 20;

resistencia eléctrica específica:  $4,1 \times 10^{-2}$  ohm . cm;

10 densidad aparente: 160 g/l;

superficie según BET: 160 m<sup>2</sup>/g;

contenido de carbono: 99,5% en peso;

humedad libre (tiempo de mezclado en húmedo 8 minutos): 500 milivoltios;

ensayo en batería: véase Tabla 2.

15 Se logró el mismo resultado si en lugar de cloruro de hidrógeno se utilizó nitrógeno, al que se había añadido 5% en volumen de diclorodifluorometano.

EJEMPLO 5:

20 200 l/hora de la suspensión de negro de humo y 9 l/hora (= 6 kg/hora) de bencina (margen de ebullición 30-90°C, contenido de compuestos aromáticos <1% en peso) fueron introducidos por bombeo continuamente por el fondo de un recipiente con agitación, en el cual, mediante agitación, se procura un intenso contacto entre la suspensión de negro de humo y el hidrocarburo. El tiempo de permanencia en el recipiente con agitación

25



5 fué de 15 minutos con un valor de pH de 9,1, una temperatura de 30°C y una presión de 1,1 atmósferas. El agua y el negro de humo separado fueron retirados en común por la parte superior del recipiente e introducidos en un recipiente separador, en el cual resultaron agua exenta de negro de humo, débilmente enturbiada, y material a granel "seco" con 25% en peso de negro de humo, 50% en peso de bencina y 25% en peso de agua. El material a granel pasó, a través de un recipiente intermedio, con dispositivo dosificador, dentro de un horno tubular rotatorio calentado por el exterior, en el cual a 200°C se evaporaron bencina y agua y fueron condensados en un sistema de refrigeración conectado con él. El negro de humo seco fue retirado y calentado en atmósfera de nitrógeno a 1.800°C en un horno calentado mediante calefacción por resistencia eléctrica. Se extrajeron 3 kg/hora de negro de humo a través de un dispositivo de extracción refrigerado.

10

15

Indices característicos del negro de humo:

índice AS: 22;

resistencia eléctrica específica:  $2,5 \times 10^{-2}$  ohm . cm;

20 densidad aparente: 135 g/l;

superficie según BET:  $170 \text{ m}^2/\text{g}$ ;

contenido de carbono: 98,5% en peso;

humedad libre: 495 milivoltios;

ensayo en batería: véase Tabla 2.

25 El ensayo en cuanto a técnica de batería de los negros de humo se efectuó en celdas de zinc/dióxido de manganeso con el tamaño R 20 (IEC), que se habían estructurado según



la técnica "revestida con papel".

La masa de despolarizador (masa catódica) consistía en una mezcla de 70 partes en peso de dióxido de manganeso, 18 partes en peso de cloruro de amonio, 1 parte en peso de óxido de zinc, 12 partes en peso de los negros de humo preparados - en los Ejemplos 1 a 5 y 27 partes en peso de un electrolito interno consistente en una solución acuosa al 23,5% en peso de cloruro de zinc con 0,2% en peso de  $HgCl_2$ .

En cada caso 6 celdas, después de un almacenamiento durante 5 días a 20°C (n) o después de un almacenamiento durante 5 días y subsiguiente almacenamiento durante 30 días a 45°C (T), fueron descargadas en las siguientes condiciones:

- a) Descarga de iluminación: 30 minutos/día a través de 5 ohmios hasta 0,75 voltios.
- b) Descarga de transistor: 4 horas/día a través de 40 ohmios hasta 0,9 voltios.
- c) Descarga de grabador de cinta: 2 horas/día a través de 5 ohmios hasta 1,1 voltios.

Baterías, que habían sido producidas a partir de negro de humo según el Ejemplo 1, manifestaron en el caso de almacenamiento en clima tropical (45°C) un número considerable de unidades desechadas por hinchamiento. La siguiente Tabla 2 muestra que sólo mediante utilización del negro de humo preparado según el invento pueden lograrse resultados que son comparables con los de negro de humo de acetileno.



Tabla 2

Descargas de celdas R 20

| Negro de humo según el Ejemplo | Almacena - miento | Descarga de iluminación en horas | Descarga de trensistor en horas | Descarga de grabador de cinta en horas |
|--------------------------------|-------------------|----------------------------------|---------------------------------|--|
| 1                              | n                 | 13,83                            | 163,75                          | 9,89                                   |
|                                | T                 | 14,00                            | 139,00                          | 6,92                                   |
| 2                              | n                 | 13,50                            | 182,00                          | 9,89                                   |
|                                | T                 | 13,45                            | 136,00                          | 7,50                                   |
| 3                              | n                 | 13,92                            | 204,00                          | 11,72                                  |
|                                | T                 | 12,33                            | 144,00                          | 10,00                                  |
| 4                              | n                 | 18,00                            | 200,00                          | 10,00                                  |
|                                | T                 | 15,50                            | 179,60                          | 9,67                                   |
| 5                              | n                 | 17,00                            | 204,00                          | 12,00                                  |
|                                | T                 | 9,75                             | 148,00                          | 9,75                                   |
| Negro de humo de acetileno     | n                 | 21,00                            | 211,50                          | 10,00                                  |
|                                | T                 | 17,00                            | 187,83                          | 9,18                                   |



N O T A

Se reivindica como nuevo y de propia invención.

5 1.- Procedimiento para la preparación de un negro de humo conductor para masas de despolarizador de baterías secas, caracterizado porque se mezcla intensamente, a temperaturas de 5 - 120°C y presiones de 1 a 20 atmósferas en fase líquida durante 1 a 20 minutos, una suspensión acuosa de negro de humo con un índice AS mayor de 15, que se había obtenido por conversión térmica de hidrocarburos líquidos a la temperatura ambiente en presencia de oxígeno o de gases que contienen oxígeno y eventualmente de vapor de agua a 1.200 hasta 2.000°C y presiones de 1 a 80 atmósferas, así como por subsiguiente lavado con agua del gas de reacción que contiene negro de humo, con hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos susceptibles de evaporarse en una cantidad de 0,5 a 10 g de hidrocarburo por gramo de negro de humo, y porque el negro de humo se separa del líquido, se libera de hidrocarburos y de agua por calentamiento, y a continuación se aumenta la temperatura a 1.100 hasta 2.200°C durante 2 hasta 30 minutos.

15 20 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque la suspensión acuosa contiene 5 a 40 g de negro de humo por litro.

25 3.- Procedimiento, según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado porque la suspensión acuosa de negro de humo es mezclada intensamente con hidrocarburos con una actividad de iones hidrógeno de pH 7 - 10.



4.- Procedimiento, según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado porque los hidrocarburos añadidos a la mezcla hierven entre 25 y 100°C.

5 5.- Procedimiento, según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado porque el negro de humo se libera de hidrocarburos y de agua por calentamiento a 200°C.

10 6.- Procedimiento, según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado porque el negro de humo liberado de hidrocarburos y de agua se calienta a 1.400 hasta 1.800°C durante 5 hasta 15 minutos en presencia de nitrógeno, hidrógeno o monóxido de carbono.

15 7.- Procedimiento, según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado porque el negro de humo liberado de hidrocarburos y de agua se calienta a temperaturas por encima de 1.200°C en presencia de cloro, cloruro de hidrógeno o de compuestos que desprenden halógeno.

8.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN NEGRO DE HUMO CONDUCTOR PARA MASAS DE DESPOLARIZADOR DE BATERIAS SECAS".

20 Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva, que consta de dieciocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 1 de Julio, 1976

CARLOS FERNANDEZ CANDELA