



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 356 231**

51 Int. Cl.:
C09C 1/50 (2006.01)
C08K 3/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **02002820 .5**
96 Fecha de presentación : **08.02.2002**
97 Número de publicación de la solicitud: **1233042**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **21.08.2002**

54 Título: **Negro de carbono, método para producir el mismo y utilización del mismo.**

30 Prioridad: **16.02.2001 DE 101 07 228**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
06.04.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
06.04.2011

73 Titular/es: **EVONIK DEGUSSA GmbH**
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE
EVONIK CARBON BLACK GmbH

72 Inventor/es: **Freund, Burkhard**

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 356 231 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Negro de carbono, método para producir el mismo y utilización del mismo.

La invención se refiere a un negro de carbono, un proceso para su producción, y su utilización.

5 Los procesos industrialmente más importantes de producción de negro de carbono están basados en la pirólisis oxidante de materias primas de negro de carbono que contienen carbono. Para ello, las materias primas de negro de carbono se queman incompletamente a temperaturas elevadas en presencia de oxígeno. A esta clase de procesos de producción de negro de carbono pertenecen por ejemplo el proceso del negro de horno, el proceso del negro de gas y el proceso de negro de llama. Como materias primas que contienen carbono se emplean predominantemente aceites de negro de carbono aromáticos polinucleares. La corriente de producto de la pirólisis oxidante está constituida por un gas residual que contiene hidrógeno y monóxido de carbono y negro de carbono suspendido finamente en el mismo, que se separa del gas residual en una instalación de filtros. El negro de carbono así obtenido se elabora luego para mejor manipulación en su mayor parte en procesos de granulación húmedos o secos como negro perlado. La humedad del negro de carbono resultante del proceso de producción se reduce luego por un secado final a valores inferiores a 1% en peso.

15 Los negros de carbono producidos industrialmente se emplean en una proporción superior al 90% como carga y como reforzante en la producción de mezclas de caucho. Un campo de aplicación importante son perfiles de juntas altamente cargados en la construcción de automóviles. Mezclas de caucho típicas de este tipo contienen 20 a 40% en peso de caucho sintético, preferiblemente EPDM, 20 a 50% en peso de negro de carbono, aceite mineral y otros adyuvantes, así como azufre o peróxidos como agentes de vulcanización.

20 Los negros de carbono influyen con sus propiedades específicas en la viscosidad de la mezcla, la velocidad de inyección y el hinchamiento por inyección, la dispersión de las cargas, la dureza, la deformación permanente por compresión y muchas otras propiedades de tales perfiles de juntas. Para las mezclas de perfiles de este tipo se requiere un hinchamiento por inyección reducido, una alta velocidad de inyección, y una buena dispersabilidad para valores de dureza predeterminados. Esto hace posible una producción de perfiles particularmente económica.

25 Una magnitud que influye de modo importante es la superficie específica, particularmente la superficie CTAB, que es una medida de la proporción de superficie del negro de carbono activa en el caucho. Con la superficie CTAB decreciente, aumentan la velocidad de inyección y la dispersabilidad.

30 Otros parámetros importantes del negro de carbono son la absorción de DBP como índice de medida de la textura de partida y la absorción 24M4-DBP como medida de la textura residual remanente del negro de carbono después del sometimiento a esfuerzos mecánicos. Los índices DBP altos conducen a una dispersabilidad satisfactoria y a un hinchamiento por inyección relativamente bajo.

Para las mezclas de perfiles son apropiados negros de carbono que exhiben superficies CTAB entre 10 y 50 m²/g y valores de absorción de DBP entre 80 y 180 ml/100 g.

35 Por EP 0609433 se conocen negros de carbono de horno con número de yodo reducido y valores DBP altos.

Un inconveniente de los negros de carbono, a pesar de sus superficies específicas reducidas y su textura elevada, es la deficiente dispersabilidad en el caso de formulaciones cada vez más críticas, que están basadas en tipos de EPDM parcialmente cristalinos, y tiempos de mezcla cada vez más cortos condicionados por la economía.

40 La finalidad de la presente invención es poner a disposición un negro de carbono, que es dispersable en mezclas de perfiles de caucho con grados de carga altos más rápidamente y mejor que los negros de carbono convencionales, y determina simultáneamente una extrusión rápida y un hinchamiento por inyección reducido.

45 Objeto de la invención es un negro de carbono con una superficie CTAB de 10 a 35 m²/g, preferiblemente 10 a 30 m²/g, y una absorción DBP de 40 a 180 ml/100 g, preferiblemente 70 a 160 ml/100 g, que se caracteriza porque el valor ΔD_{50} de la distribución de tamaños de los agregados es mayor que 340 nm, preferiblemente mayor que 400 nm, y de modo particularmente preferiblemente mayor que 300 nm. Todos los valores de la distribución de tamaños de los agregados se refieren a la distribución ponderal.

50 El valor M (cociente de D_w y D_{moda}) de la distribución de tamaños de los agregados puede ser mayor que 2, preferiblemente mayor que 2,15, y de modo particularmente preferible mayor que 2,3. La desviación estándar de la distribución de tamaños de los agregados puede ser mayor que 300 nm. La relación $D_{75\%}/25\%$ de la distribución de tamaños de los agregados puede ser mayor que 2,4. La relación $\Delta DBP/DBP$ puede ser mayor que 0,24, preferiblemente mayor que 0,35, y de modo particularmente preferible mayor que 0,45. La relación

$$\frac{\Delta DBP \cdot 100}{DBP^2}$$

puede ser mayor que $0,29 \text{ (ml/100 g)}^{-1}$, preferiblemente mayor que $0,30 \text{ (ml/100 g)}^{-1}$. Los negros de carbono pueden ser negros de horno.

5 Un objeto adicional de la invención es un proceso para la producción del negro de carbono correspondiente a la invención en un reactor de negro de horno, que a lo largo del eje del reactor contiene una zona de combustión, una zona de reacción y una zona de interrupción, por obtención de una corriente de gas residual caliente en la zona de combustión por combustión completa de un combustible en un gas que contiene oxígeno y conducción del gas residual desde la zona de combustión pasando por la zona de reacción a la zona de interrupción, incorporación por mezcla de una materia prima de negro de carbono en el gas residual caliente en la zona de reacción y parada de la formación del negro de carbono en la zona de interrupción por rociado con agua, que se caracteriza porque una materia prima de negro de carbono líquida y una gaseosa se inyectan en el punto estrecho. Las materias primas de negro de carbono pueden inyectarse por medio de lanzas radiales. Pueden utilizarse 2-64, preferiblemente 8-32, y de modo particularmente preferible 12-16 lanzas radiales. La relación de lanzas radiales de aceite a gas puede estar comprendida entre 4:1 y 1:4, preferiblemente 1:1. Las lanzas de aceite y gas pueden estar dispuestas de modo alternante. La profundidad de penetración de las lanzas radiales de aceite y gas puede ser diferente en este contexto.

15 La materia prima de negro de carbono líquida puede atomizarse por presión, vapor, aire comprimido, o atomizarse en la materia prima de negro de carbono gaseosa.

Con preferencia, tanto la materia prima gaseosa como la materia prima líquida pueden introducirse simultáneamente en el punto estrecho.

20 Por ello se encuentran en el negro de carbono componentes que se forman a partir del gas y otros formados a partir del líquido.

25 Sorprendentemente, el empleo de cantidades relativamente pequeñas de gas como materia prima en el punto estrecho provoca una disminución clara de la superficie específica de negro de carbono. Superficies específicas menores que $20 \text{ m}^2/\text{g}$ son por consiguiente en el caso de cantidades de aceite moderadas relativamente fáciles de producir y exentas de materias extrañas de acuerdo con la invención. Adicionalmente, el gas natural puede, debido a otra cinética de pirólisis comparado con el aceite de negro de carbono, provocar una distribución de tamaños de los agregados particularmente amplia.

30 Como índice para la identificación del exceso de aire se utiliza a menudo el denominado factor K. En el caso del factor K se trata de la relación de la cantidad de aire necesaria para una combustión estequiométrica del combustible a la cantidad de aire añadida de hecho en la combustión. Un factor K de 1 significa por tanto una combustión estequiométrica. En el caso de exceso de aire el factor K es menor que 1. En este contexto, como en el caso de los negros de carbono conocidos, pueden aplicarse factores K comprendidos entre 0,2 y 0,9. Preferiblemente, puede trabajarse con factores K entre 0,2 y 0,5.

35 Como materia prima líquida de negro de carbono se pueden emplear hidrocarburos líquidos alifáticos o aromáticos, saturados o insaturados, o mezclas de los mismos, destilados del alquitrán de hulla o aceites residuales, que se forman en el craqueo catalítico de fracciones de petróleo o en la producción de olefinas por craqueo de nafta o gasóleo.

Como materia prima gaseosa para negro de carbono se pueden emplear hidrocarburos gaseosos alifáticos, saturados o insaturados, mezclas de los mismos o gas natural.

40 El proceso descrito no está limitado por una geometría de reactor determinada. Por el contrario, puede adaptarse a tipos de reactor y tamaños de reactor diferentes.

45 Como atomizador de la materia prima de negro de carbono pueden emplearse tanto atomizadores de presión puros (atomizadores de un solo material) como atomizadores de dos materiales con mezcladura interna o externa, pudiendo utilizarse como medio de atomización la materia prima de negro de carbono gaseosa. La combinación anteriormente descrita de una materia prima de negro de carbono líquida con una gaseosa puede realizarse también por ejemplo por utilización de la materia prima gaseosa de negro de carbono como medio de atomización para la materia prima de negro de carbono líquida.

50 Para la atomización de la materia líquida de negro de carbono pueden emplearse atomizadores de dos materiales. Mientras que en el caso de los atomizadores de un solo material una modificación del caudal puede conducir también a una modificación del tamaño de las gotitas, el tamaño de las gotitas en el caso de los atomizadores de dos materiales puede verse afectado sensiblemente con independencia del caudal.

55 En el caso de utilización simultánea de aceite de negro de carbono y materias primas de negro de carbono gaseosas, como por ejemplo metano, como materia prima, los hidrocarburos gaseosos pueden inyectarse por separado del aceite de negro de carbono mediante una serie apropiada de lanzas de gas en la corriente del gas residual caliente.

El negro de carbono correspondiente a la invención puede utilizarse como negro de carbono reforzante en mezclas de caucho, particularmente para perfiles de extrusión.

5 Un objeto adicional de la invención son mezclas de caucho, que se caracterizan porque contienen caucho, el negro de carbono correspondiente a la invención, opcionalmente sílice precipitada, organosilano y/u otros agentes adyuvantes de caucho.

Para la producción de las mezclas de caucho correspondientes a la invención son apropiados, además de caucho natural cauchos sintéticos. Cauchos sintéticos preferidos se describen por ejemplo en W. Hofmann, Kautschuktechnologie, Genter Verlag, Stuttgart, 1980. Los mismos comprenden, entre otras cosas:

polibutadieno (BR)

10 poliisopreno (IR)

(SBR) copolímeros estireno/butadieno con contenidos de estireno de 1 a 60, preferiblemente 5 a 50% en peso

copolímeros isobutileno/isopreno (IIR)

15 copolímeros butadieno/acrilonitrilo con contenidos de acrilonitrilo de 5 a 60, preferiblemente 10 a 50% en peso (NBR)

copolímeros etileno/propileno/dieno (EPDM)

así como mezclas de estos cauchos.

20 Las mezclas de caucho correspondientes a la invención pueden contener productos adyuvantes de caucho adicionales como, entre otros, aceleradores o retardantes de la reacción, agentes de protección contra el envejecimiento, estabilizadores, adyuvantes de transformación, plastificantes, ceras, óxidos metálicos, y activadores, como trietanolamina, polietilenglicol y hexanotriol, que son conocidos en la industria del caucho.

Los adyuvantes de caucho se emplean en las cantidades habituales, que dependen entre otras cosas de la finalidad de aplicación. Cantidades habituales son por ejemplo cantidades de 0,1 a 50% en peso referidas a caucho.

25 Como reticulador pueden servir azufre, donantes de azufre orgánicos o formadores de radicales. Las mezclas de caucho correspondientes a la invención pueden contener adicionalmente aceleradores de la vulcanización.

Ejemplos de aceleradores de la vulcanización apropiados son mercaptobenzotiazoles, sulfenamidas, guanidinas, tiouramilos, ditiocarbamatos, tioureas y tiocarbonatos.

30 Los aceleradores de la vulcanización y reticuladores pueden emplearse en cantidades de 0,1 a 10% en peso, preferiblemente 0,1 a 5% en peso, referidas a caucho.

35 La mezcladura de los cauchos con la carga, opcionalmente los adyuvantes de caucho y los organosilanos puede realizarse en grupos mezcladores habituales, como cilindros, mezcladores internos y mezcladores-extrusores. Las mezclas de caucho de esta clase se producen habitualmente en mezcladores internos, en los cuales se mezclan primeramente en una o varias etapas de mezcla termomecánicas sucesivas los cauchos, el negro de carbono correspondiente a la invención, opcionalmente la sílice y los organosilanos y los adyuvantes de caucho a 100 hasta 170°C. En este caso, el orden de adición y el punto de adición de los componentes individuales de mezcla pueden repercutir decisivamente en las propiedades de la mezcla obtenida. La mezcla de caucho así obtenida se trata luego habitualmente en un mezclador interno o en un cilindro a 40-110°C con los productos químicos de reticulación y se transforma en la denominada mezcla bruta para los pasos de proceso subsiguientes, como por ejemplo conformación y vulcanización.

40

La vulcanización de las mezclas de caucho correspondientes a la invención puede realizarse a temperaturas de 80 a 200°C, preferiblemente 130 a 180°C, eventualmente a presión de 10 a 200 bar.

45 Las mezclas de caucho correspondientes a la invención son apropiadas para la producción de cuerpos conformados, por ejemplo para la producción de cámaras de neumáticos, bandas de rodadura de neumáticos, camisas de cables, mangueras, correas de transmisión, cintas transportadoras, revestimientos de cilindros, neumáticos, suelas de zapatos, anillos de juntas, perfiles y elementos de amortiguación.

El negro de carbono correspondiente a la invención tiene las ventajas de una dispersión mejorada, hinchamiento por inyección reducido y economía mejorada por los altos grados de carga.

50 Los negros de carbono correspondientes a la invención se caracterizan en las mezclas de caucho de baja viscosidad por un comportamiento de dispersión particularmente favorable.

Ejemplos

Se producen una serie de negros de carbono correspondientes a la invención en el reactor de negro de carbono representado en la Figura 1.

5 La Figura 1 muestra un corte longitudinal a través del reactor de horno. El reactor de negro de carbono posee una cámara de combustión, en la cual se obtiene el gas de proceso caliente para la pirólisis del aceite de negro de carbono por combustión de gas natural con aporte de un exceso de oxígeno del aire.

10 El aporte del aire de combustión y del combustible se realiza a través de las aberturas 1 en la pared frontal de la cámara de combustión. La cámara de combustión avanza en forma cónica hacia el punto estrecho. La materia prima de negro de carbono se inyecta mediante lanzas radiales 2 en el punto estrecho. Después de cruzar el punto estrecho, la mezcla de reacción se expande en la cámara de reacción.

En la zona de interrupción se pulveriza agua por medio de la lanza de agua de enfriamiento brusco 3.

Las medidas de los reactores utilizados pueden deducirse de la exposición siguiente:

	I	II
Diámetro máximo de la cámara de combustión:	930 mm	1143 mm
Longitud de la cámara de combustión hasta el punto estrecho:	2127 mm	1985 mm
Longitud de la parte cónica de la cámara de combustión:	1307 mm	1180 mm
Diámetro del punto estrecho:	114 mm	260 mm
Longitud del punto estrecho:	80 mm	320 mm
Diámetro de la cámara de reacción:	875 mm	1400 mm
Posición máxima de la(s) lanza(s) de agua de enfriamiento brusco ¹⁾	9705 mm	14750 mm

¹⁾ medida desde la entrada en el punto estrecho (+: después de la entrada; -: antes de la entrada)

15 Para la producción de los negros de carbono correspondientes a la invención se emplean como combustible gas natural y un aceite de negro de carbono con un contenido de carbono de 91,3% en peso y un contenido de hidrógeno de 7,87% en peso.

20 Los parámetros del reactor para la producción de los negros de carbono correspondientes a la invención se indican en la Tabla 1. Se producen seis negros de carbono diferentes (negros R1 a R6). Las condiciones de producción se diferencian particularmente en lo que respecta a la cantidad del aceite de negro de carbono y gas natural inyectados en el punto estrecho.

Los negros de carbono producidos se someten a perlado por vía húmeda antes de la caracterización e incorporación en las mezclas de caucho por los procesos habituales.

Tabla 1:

Reactor	I				II		
	Unidad	R1	R2	R3	R4	R5	R6
Parámetros del reactor							
Aire de combustión	Nm ³ /h	1800	1800	1800	1800	6800	5300
Temperatura del aire de combustión	°C	492	490	496	520	640	520
Combustible (gas natural)	Nm ³ /h	67	67	67	67	108	155
Aceite de negro de carbono	Kg/h	730	830	675	780	3950	3150
Temperatura del aceite de negro de carbono	°C	148	116	118	121	170	170
Gas natural en el punto estrecho	Nm ³ /h	10	10	10	10	140	160
Aditivo (K ₂ CO ₃)	g/h	-	-	15	-	-	-
Posición de enfriamiento brusco ¹⁾	mm	9705	8290	9705	8290	14750	14750
¹⁾ Medida desde la entrada en el punto estrecho							

Las características físicas analíticas de los negros de carbono producidos se determinan según las normas siguientes y se exponen en la Tabla 2:

Superficie CTAB:	ASTM D-3765
Número de yodo:	ASTM D-1510
STSA:	ASTM D-4820/5816
Absorción DBP:	ASTM D-2414
Absorción 24M4-DBP:	ASTM D-3493

El valor Δ DBP se calcula por sustracción del valor de absorción 24M4-DBP del valor de absorción DBP.

- 5 Para la medida de las curvas de distribución de tamaños de los agregados se utiliza una centrífuga de disco BI-DCP con diodo de luz roja de la firma Brookhaven. Este aparato ha sido desarrollado específicamente para la determinación de las curvas de distribución de tamaños de los agregados de sólidos finamente divididos a partir de medidas de extinción, y está provisto de un programa automático de medida y evaluación para la determinación de la distribución de tamaños de los agregados.
- 10 Para la realización de las medidas se prepara primeramente una solución en dispersión de 200 ml de etanol, 5 gotas de solución de amoníaco y 0,5 g de Triton X-100 y se completa hasta 1000 ml con agua desmineralizada. Se prepara adicionalmente un líquido de centrifugación a partir de 0,5 g de Triton X-100, 5 gotas de solución de amoníaco y se completa con agua desmineralizada hasta 1000 ml.
- 15 Se mezclan después 20 mg de negro de carbono con 20 ml de solución de dispersión y se suspende en un baño de enfriamiento durante un período de 4,5 minutos con 100 vatios de potencia de ultrasonidos (pulsación 80%) en la solución.
- 20 Antes del comienzo de las medidas propiamente dichas, se hace funcionar la centrífuga durante 30 minutos a una velocidad de giro de 11.000 min⁻¹. En el disco giratorio se inyecta 1 ml de etanol y se extiende luego cuidadosamente como capa de fondo con 15 ml de líquido de centrifugación. Después de aproximadamente 1 minuto, se pulverizan 250 μ l de la suspensión de negro de carbono y se pone en marcha el programa de medida del aparato, cubriéndose el líquido de centrifugación en la centrífuga con 50 μ l de dodecano. De cada una de las muestras a medir se realiza una determinación por duplicado.

La evaluación de la curva de datos brutos se realiza con el programa de cálculo del aparato teniendo en cuenta la corrección por luz parásita y con ajuste automático de la línea base.

5 El valor $\Delta D50$ es la amplitud de la curva de distribución de tamaños de los agregados para la mitad de la altura del pico. El valor Δ_w es el valor medio ponderal de la distribución de tamaños de los agregados. El valor D_{moda} es el tamaño de los agregados de frecuencia máxima (máximo de pico de la curva de distribución de tamaños de los agregados). El valor M es el cociente de D_w y D_{moda} . La relación D75%/25% se calcula a partir del cociente del diámetro de partícula para el cual el 75% de las partículas son menores y el 25% de las partículas son mayores y el diámetro de las partículas para el 25% de las partículas son menores y el 75% son mayores, referido a la distribución de tamaños de los agregados ponderal de la suma.

10 Tabla 2:

		I				II	
Negro de carbono		R1	R2	R3	R4	R5	R6
CTAB	m ² /g	20	17	19	25	18	18
Número de yodo	mg/g	18	16	16	24	14	14
STSA	m ² /g	19	16	18	24	16	16
DBP	ml/100g	141	118	79	149	131	138
CDBP	ml/100g	76	76	60	79	73	75
ΔDBP	ml/100g	65	42	19	70	68	73
$\Delta DBP/DBP$		0,46	0,36	0,24	0,47	0,52	0,53
$\frac{\Delta DBP \times 100}{DBP^2}$	(ml/100g) ⁻¹	0,33	0,30	0,30	0,32	0,40	0,38
D_w	nm	523	555	558	429	511	497
D_{moda}	nm	153	161	317	195	223	213
Valor M		3,42	3,45	2,2	2,94	2,29	2,33
$\Delta D50$	nm	576	621	512	437	398	350
S	nm	307	326	287	267	304	317
D 75%/25%		2,54	2,57	2,58	2,48	2,45	2,49

Ejemplo

15 La formulación utilizada para las mezclas de caucho se indica en la Tabla 3 siguiente. En este contexto, la unidad phr significa partes en peso referidas a 100 partes del caucho bruto empleado. El proceso general para la producción de mezclas de caucho y sus vulcanizados se describe en el libro siguiente: "Rubber Technology Handbook", W. Hofmann, Hanser Verlag 1994.

El negro de referencia 1 tiene un número de yodo de 21,7 mg/g, CTAB de 24,3 m²/g, DBP de 115,9 ml/100 g, CDBP de 78,0 ml/100 g y un valor $\Delta D50$ de 296 nm.

Tabla 3

Sustancia	C1 (phr)	C2 (phr)
1ª etapa		
Buna EP G 5455	150	150
Negro de carbono de referencia 1	130	-
Negro de carbono R1	-	130
ZnO	5	5
Ácido esteárico	2	2
Lipoxol 4000 (PEG)	5	5
Aceite parafínico	50	50
2ª etapa		
Etapa de lote 1		
MBT	1	1
TBzTD	1,2	1,2
Renocure TP/S	2	2
Azufre	1,5	1,5

En el caso del polímero EP G 5455 de Bayer AG se trata de un polímero EPDM.

El negro de referencia 1 es EB 160, un negro de horno producido convencionalmente, de Degussa AG.

Lipoxol 4000 (PEG) de Hüls AG es un activador de polietilenglicol.

5 Aceite parafínico de Sun Oil Company (Bélgica) N.V. es un aceite plastificante.

MBT (Vulkazit Mercapto C) de Bayer AG es un acelerante de la vulcanización.

TBzTD (PerKacit TBzTD) de Akzo Chemie GmbH es un segundo acelerante de la vulcanización.

Renocure TP/S de Rhein Chemie Rheinau GmbH es un acelerante de la vulcanización. Las mezclas de caucho se producen en un mezclador interno de acuerdo con las prescripciones de mezcla expuestas en la Tabla 4.

10

Tabla 4

Etapa 1	
Ajustes	
Equipo mezclador	Werner & Pfeiderer GK 1,5 E
Velocidad de rotación	60 min ⁻¹
Presión del macho	5,5 bar
Volumen vacío	1,58 L
Grado de llenado	0,56
Temp. de circulación	70°C
Procedimiento de mezcla	
0 a 1 min	Buna EP G 5455, Negro de carbono, ZnO, ácido esteárico, aceite parafínico
1 min	limpiar, Lipoxol 4000
1 a 5 min	Mezcladura
5 min	Subida
Temp. de lote	110-130 °C
Almacenamiento	24 h a la temperatura ambiente

Etapa 2	
Ajustes	
Equipo mezclador	Werner & Pfeiderer GK 1,5 E
Velocidad de rotación	50 min ⁻¹
Presión del macho	5,5 bar
Volumen vacío	1,58 L
Grado de llenado	0,54
Temp. de circulación	70°C

Procedimiento de mezcla	
0 a 2 min	Etapa de lote 1, MBT, TBzTD, Azufre, Rhenocure TP/S
2 min	Subida
Temp. del lote	90-105°C

En la Tabla 5 se recogen los métodos para los ensayos de caucho.

Tabla 5

Ensayos físicos	Norma/Condiciones
ML 1+4, 100°C	DIN 53523/3, ISO 667
Ensayo de tracción de anillo, 23°C	DIN 53504, ISO 37
Resistencia a la tracción (MPa)	
Esfuerzo de tensión (MPa)	
Alargamiento de rotura (%)	
Dureza Shore-A, 23°C (SH)	DIN 53 505
Rebote de bola, 23°C (%)	ASTM D 5308
Dispersión Phillips ()	ISO/DIS 11345
Dispersión rugosidad/topografía	de acuerdo con DE-PS 19917975

5 En el Ejemplo se compara la mezcla de referencia C1 con la mezcla C2, que contiene el negro de carbono R1 correspondiente a la invención.

La Tabla 6 muestra los resultados de los ensayos de las pruebas técnicas de los cauchos. Las mezclas se vulcanizan durante 12 minutos a 170°C.

Tabla 6

		C1	C2
ML (1+4)	(MU)	48	49
Dureza Shore-A	(SH)	56	56
Resistencia a la tracción	(MPa)	8,7	8,2
Esfuerzo de tensión 100 %	(MPa)	2,3	2,1
Esfuerzo de tensión 300 %	(MPa)	7,3	6,7
Alargamiento de rotura	(%)	380	390

		C1	C2
Rebote de bola	(%)	59,3	60,1
Dispersión Phillips	()	6	8
Dispersión rugosidad/topografía			
Ra	[μm]	0,764	0,234
Pc	[1/cm]	30	1
Número de picos 2-5 μm	[-]	224	16
Número de picos 5- 10 μm	[-]	71	5
Número de picos 10 - 15 μm	[-]	10	0
Número de picos > 15 μm	[-]	5	0
Superficie de pico	[%]	9	0,8

Con ayuda de los datos de la Tabla 6 se reconoce claramente que la dispersión de la mezcla C2 con el negro de carbono correspondiente a la invención es claramente mejor, comparada con la referencia C1.

REIVINDICACIONES

1. Negro de carbono con una superficie CTAB de 10 a 35 m²/g y una absorción DBP de 40 a 180 ml/100 g, caracterizado porque el valor ΔD_{50} de la distribución de tamaños de los agregados es mayor que 340 nm y el valor M de la distribución de tamaños de los agregados es mayor que 2.
- 5 2. Negro de carbono según la reivindicación 1, caracterizado porque la desviación estándar de la distribución de tamaños de los agregados es mayor que 300 nm.
3. Negro de carbono según la reivindicación 1, caracterizado porque la relación D75%/25% de la distribución de tamaños de los agregados es mayor que 2,4.
4. Negro de carbono según la reivindicación 1, caracterizado porque,
10 la relación $\Delta DBP/DBP$ es mayor que 0,35.
5. Negro de carbono según la reivindicación 1, caracterizado porque
la relación $\frac{\Delta DBP \cdot 100}{DBP^2}$
15 es mayor que 0,29 (ml/100 g)⁻¹.
6. Proceso para la producción de negro de carbono según la reivindicación 1 en un reactor de negro de horno, que a lo largo del eje del reactor contiene una zona de combustión, una zona de reacción y una zona de interrupción, por obtención de una corriente de gas residual caliente en la zona de combustión por combustión completa de un combustible en un gas que contiene oxígeno y conducción del gas residual desde la zona de combustión pasando por la zona de reacción a la zona de interrupción, incorporación por mezcla de una materia prima de negro de carbono en el gas residual caliente en la zona de reacción y parada de la formación del negro de carbono en la zona de interrupción por rociado con agua, que se caracteriza porque una materia prima de negro de carbono líquida y una gaseosa se inyectan en el punto estrecho por medio de lanzas radiales, y las profundidades de penetración de las lanzas radiales de aceite y gas son diferentes.
20
7. Utilización del negro de carbono según la reivindicación 1 como negro de carbono reforzante en mezclas de caucho.
25
8. Utilización del negro de carbono según la reivindicación 1 como negro de carbono reforzante en perfiles de extrusión.
9. Mezclas de caucho, caracterizadas porque contienen caucho, el negro de carbono según la reivindicación 1, opcionalmente sílice precipitada, organosilano y/u otros agentes adyuvantes de caucho.
30

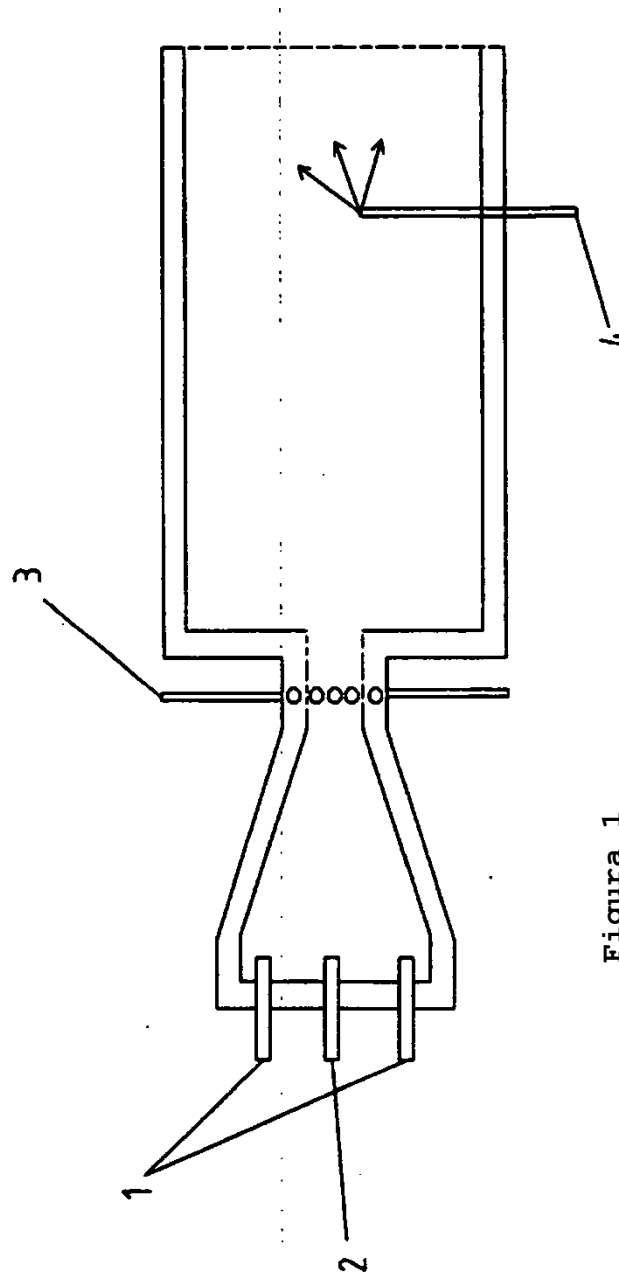


Figura 1