

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 385 990**

51 Int. Cl.:

C09C 1/48 (2006.01)

C08K 3/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05748323 .2**

96 Fecha de presentación: **13.05.2005**

97 Número de publicación de la solicitud: **1753828**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **21.02.2007**

54 Título: **Materia carbonácea con distribución del tamaño de agregados anchos y dispersabilidad mejorada**

30 Prioridad:
13.05.2004 US 845368

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
06.08.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
06.08.2012

73 Titular/es:
**COLUMBIAN CHEMICALS COMPANY
1800 WEST OAK COMMONS COURT
MARIETTA, GA 30062-2253, US**

72 Inventor/es:
**WANG, Weidong;
HERD, Charles, R. y
AYALA, Jorge, A.**

74 Agente/Representante:
Tomas Gil, Tesifonte Enrique

ES 2 385 990 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

Materia carbonácea con distribución del tamaño de agregados anchos y dispersabilidad mejorada

5 Antecedentes de la invención

10 [0001] Negro de carbón es un carbón granuloso elemental creado por ingeniería que se encuentra en innumerables artículos usados a diario. Es un ingrediente esencial en, por ejemplo, neumáticos y otros productos de caucho mecánicos, mejora su resistencia, durabilidad y rendimiento total. También se usa como un pigmento en, por ejemplo, tintas de impresión, pinturas y plásticos.

15 [0002] Negros de carbón para aplicaciones de caucho son típicamente identificados por un número de cuatro caracteres "N" o "S", por ejemplo, NXXX o SXXX. La categoría (calidad) se determina por ASTM D1765. El primer carácter de la categoría da alguna indicación de la influencia del negro de carbón en el índice de polimerización de una formulación de caucho típica que contiene el negro. El segundo carácter da información sobre el área de superficie media del negro de carbón. Negros con el mismo segundo carácter se reagrupan en una serie que termina en "00", por ejemplo, serie N200. Los dos últimos caracteres se asignan de forma arbitraria. Número de absorción de yodo (yodo n°) (ASTM D1510, ISO 1304) ha sido la indicación primaria de área de superficie para definir calidades diferentes. Área de superficie de nitrógeno (NSA, ASTM D6556) y área de superficie de espesor estadística (STSA, ASTM D6556) se usan ahora más frecuentemente para área de superficie. Absorción de N-dibutil ftalato (DBPA) (ASTM D2414, ISO 4656/1) (ahora número de absorción de aceite, OAN, ASTM D2414) ha sido el indicador de estructura primaria en las calidades de negro de carbón distintivas diferentes.

25 [0003] Las características físicas (morfología) de negro de carbón, tales como tamaño de partícula y estructura, afectan a varias características de tratamiento y varias propiedades de rendimiento de productos finales, por ejemplo, neumáticos, tales como desgaste de la banda de rodadura del neumático, resistencia a la rodadura, acumulación de calor y resistencia al desgarro. Por consiguiente, negros de carbón de calidades diferentes se usan en diferentes formulaciones poliméricas dependiendo de los requisitos de servicio específicos de los neumáticos. Varias calidades de negro de carbón son también usadas en varias partes de un neumático, por ejemplo, negros de series N100, N200 y N300 son frecuentemente usados en bandas de rodadura, mientras negros de series N300, N500, N600 y N700 se encuentran frecuentemente en laterales y carcasas.

35 [0004] Características morfológicas de negro de carbón incluyen, por ejemplo, tamaño/finura de partícula, área de superficie, tamaño/estructura de agregado, distribución del tamaño de agregados y forma de agregado.

40 [0005] Tamaño de partícula es una medición de diámetro de las partículas primarias de negro de carbón. Estas partículas aproximadamente esféricas de negro de carbón tienen un diámetro medio en los intervalos de nanómetros. El tamaño de partícula se puede medir directamente vía microscopía electrónica o por medición de área de superficie indirecta. El tamaño de partícula medio es un factor importante que determina resistencia de color relativa de un negro de carbón y dispersabilidad. A igual estructura, tamaño de partícula más pequeña imparte color más fuerte y dificultad aumentada de dispersión. Finura es una medida del tamaño de partícula.

45 [0006] Área de superficie de negro de carbón es una función de tamaño de partícula y porosidad. El área de superficie se mide por técnicas de adsorción de fase gaseosa y líquida y depende de la cantidad de adsorbente requerido para formar un monoestrato de superficie. Área de superficie de nitrógeno (NSA, ASTM D6556) y área de superficie de espesor estadística (STSA, ASTM D6556) se miden mejor que número de adsorción de yodo (yodo n° ASTM D1510) de la área de superficie real, ya que están menos influidos por la composición química de la superficie de negro de carbón. Estas pruebas usan nitrógeno líquido y se basan en el método Brunauer, Emmett y Teller (BET) original, pero usan una medición multipunto para excluir la adsorción en los microporos. En una solicitud final, área de superficie refleja el área accesible para moléculas de caucho por peso unitario de negro de carbón. Área de superficie alta se une con un nivel alto de refuerzo, pero a costa de dispersión más difícil, tratamiento e histéresis aumentada.

55 [0007] Partículas de negro de carbón se unen para formar agrupaciones más grandes, agregados, que son las unidades dispersables de negro de carbón. Tamaño de agregado se controla en el reactor. Medición de estructura de agregados se puede obtener de microscopía electrónica o absorción de aceite. Calidades con agregados relativamente grandes son calidades de estructura alta, que son más voluminosos, tienen espacio más vacío y absorciones de aceite altas en áreas de superficie dadas. La estructura de negro de carbón se determina por la forma y tamaño de los agregados de negro de carbón. Negro de carbón de estructura alta aumenta la viscosidad del compuesto de caucho, módulo y conductividad. Estructura alta también reduce dilatación, capacidad de carga y mejora dispersabilidad. Negros de estructura inferior dan mayor alargamiento y carga de negro de carbón aumentada reduce el alargamiento. Si todas las otras características de un negro de carbón se mantienen constantes, distribución del tamaño de agregados estrecha aumenta dificultad de dispersión de negro de carbón y baja la resiliencia.

65 [0008] Distribución del tamaño de agregados (ASD) es una medida de la distribución del tamaño de agregados de negro de carbón y ha sido reconocida como un factor importante en la capacidad de refuerzo de caucho. Donnet, *et al.*, "Carbon Black Science and Technology," 2nd ed., Marcel Dekker, Inc. New York (1993), pp. 289-347; Jones, "ASTM

Committee D24: Keeping the Rubber Industry in the Black," Standardization News (Aug. 1992; updated Melsom, January 1998) <http://www.astm.org/COMMIT/CUSTOM1/D24.htm>. Negro de carbón ASD ancho muestra una tendencia para reducir la resistencia a la rodadura de banda de rodadura. You, et al., "A New Characterization method of Tread Carbon Black by Statistical Regression Treatment," DC Chemical Co. Ltd, (Korea) http://www.dcchem.co.kr/english/product/p_petr/image/carbon%20black_att2.pdf. Una distribución del tamaño de agregados ancha proporcionará una incorporación de negro de carbón más rápida y dispersabilidad de negro de carbón mejorada en una matriz polimérica (por ejemplo, caucho).

[0009] Química de superficie es una medida de especies quimisorbidas en la superficie de negro de carbón. Estos grupos funcionales orgánicos pueden mejorar rendimiento de negros en determinadas aplicaciones.

[0010] Características de tratamiento del negro y las características físicas del producto final, tales como caucho polimerizado, son frecuentemente medidos (además de la características del negro de carbón propias) para comparar los efectos relativos de varios negros de carbón para una formulación de prueba polimérica dada. Características de tratamiento incluyen, por ejemplo, energía de mezcla y tiempo de incorporación de negro. Características de producto final incluyen, por ejemplo, índice de dispersión, desgarró, resistencia a la tracción, viscosidad de Mooney, módulo, abrasión DIM, fatiga y rebote.

[0011] Tiempo de incorporación de negro (BIT) es el tiempo requerido para incorporar negro de carbón en una formulación polimérica particular. Cuando el negro de carbón se mezcla con caucho, el primer paso es penetración del caucho en el espacio vacío, reemplazar el aire retenido y eliminación del negro suelto. Este paso se llama incorporación del negro de carbón. El tiempo requerido para llenar todos los vacíos con caucho es referido como tiempo de incorporación de negro. Un tiempo de incorporación de negro corto puede reducir tiempo de mezcla real y aumentar de rendimiento de equipamiento de mezcla.

[0012] Índice de dispersión (DI) es una medición de la dispersión del negro de carbón en un caucho polimérico de formulación/polimerizado. Después de incorporación de negro de carbón, los agregados son separados entre sí y dispersados en todo el caucho. El estado de dispersión del negro de carbón es normalmente medido por índice de dispersión de negro de carbón. Un nivel pobre de dispersión de negro de carbón puede causar fallo prematuro de un producto de caucho final y propiedades definitivas menos favorables, tales como resistencia a la fatiga, resistencia al desgarró y desgaste de banda de rodadura.

[0013] Negros de carbón de la serie N200 de la presente calidad comercia, tales como N234 y N299, pueden proporcionar propiedades buenas en productos finales, tales como tensión, fatiga y propiedades dinámicas en una composición de caucho, si son debidamente dispersados en la matriz de caucho. No obstante, el nivel de dispersión de estos negros de carbón de calidad más fina convencional pueden diferir dependiendo de la formulación de caucho y parámetros de mezcla empleados. El rendimiento de una composición de caucho con una buena dispersión de negro de carbón es superior a la misma composición de caucho con el mismo negro de carbón dispersado pobremente. Negros de calidades más gruesas tales como N300 (y numeraciones más altas) son dispersados más fácilmente, pero sus características de refuerzo de producto final no son como si fueran los negros más finos, si ambos son dispersados de manera adecuada.

[0014] Así, un acto de balance entre la calidad de negro de carbón, formulación de caucho (incluyendo, por ejemplo, dispersantes añadidos) y condiciones/tiempo de mezcla (p. ej., tiempo superior y energía de mezcla para dispersión superior) se requiere del mezclador de caucho. Desde el punto de vista del rendimiento de producto final, previsibilidad y costes operativos (p. ej., entrada de energía y rendimiento), es muy deseable para poder diseñar negros de carbón proporcionar simultáneamente toda la dispersión deseada y características de rendimiento. Se conoce de Beaucage, G et al.: "Morphology of Polyethylene-Carbon Black Composites", *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics*, vol. 37, no. 11, 1999, pp. 1105-1119 para proporcionar agregados de negro de carbón con un índice de heterogeneidad (HI) de $2,0 \pm 0,1$. Es también conocido por EP 0 384 080 para proporcionar un negro de carbón con un HI de 1,5 a 2,0.

Resumen de la invención

[0015] Se describe aquí una materia carbonácea, por ejemplo, negro de carbón, con una distribución del tamaño de agregados anchos y dispersabilidad inmensamente mejorada.

[0016] La presente invención se refiere a un negro de carbón nuevo diseñado para mejorar las calidades de formulaciones de caucho de banda de rodadura, incluyendo dispersión mejorada. El negro de carbón mejorado está en la serie N200 (N200 abarca 100- 120 m²/g NSA), y cuando en caucho, combina las ventajas de dispersión de negros más gruesos con las ventajas de rendimiento de los negros más finos, tales como los negros N200. El negro de carbón de la presente invención es particularmente adecuado para mejorar los calidades de, por ejemplo, banda de rodadura para neumáticos para camiones.

[0017] Un negro de carbón de la presente invención tiene u $\Delta D50/D_{modo}$ superior a aproximadamente 0,9, como medido por sedimentación usando un centrifugador de disco (DCP). Un negro de carbón de la presente invención tiene un índice de heterogeneidad de agregados (HI) superior a aproximadamente 2,3, como medido por análisis de imagen

de microscopía/automatizada de transmisión electrón (QTM). Un material de negro de carbón de la presente invención tiene un $\Delta D50$ vía DCP superior a aproximadamente 0,07.

5 [0018] El QTM-HI del presente negro de carbón es único para negros de carbón de series N100-200, como es el $\Delta D50$. El negro de carbón es un negro de carbón N200 con un número de absorción de aceite (OAN) inferior a aproximadamente 135 y un HI superior a aproximadamente 2,3. Este negro de carbón es también un negro de carbón N200 con un número de absorción de aceite (OAN) inferior aproximadamente 135 y un $\Delta D50$ superior a aproximadamente 0,07.

10 [0019] La presente invención también se refiere a una composición polimérica comprendiendo un negro de carbón de la presente invención.

[0020] Otro aspecto de la invención se refiere a neumáticos y/o componentes de neumático comprendiendo un negro de carbón de la presente invención.

15 [0021] Ventajas adicionales serán en parte expuestas en la descripción que sigue y, en parte, será obvio de la descripción, o se puede aprender por práctica de los aspectos descritos abajo. Las ventajas descritas abajo será realizadas y logradas mediante los elementos y combinaciones particularmente señalados en las reivindicaciones anexas. Debe entenderse que la descripción general precedente y la siguiente descripción detallada son ejemplares y aclaratorias solo y no son restrictivas.

Breve descripción de los dibujos

25 [0022] Los dibujos anexas, que se incorporan y constituyen una parte de esta especificación, ilustran diferentes aspectos descritos abajo.

[0023] La Figura 1 muestra un TEM de un negro de carbón N234 convencional disperso en la formulación de caucho polimerizada del ejemplo 5.

30 [0024] La Figura 2 muestra un TEM de un negro de carbón de la invención actual dispersa en la formulación de caucho polimerizada del ejemplo 5.

[0025] La Figura 3 muestra un ejemplo de rastro de par motor mezclador para el tiempo de método de incorporación de negro (BIT) usado en el ejemplo 5.

35 Descripción detallada de la forma de realización preferida

[0026] Antes de que los presentes compuestos, composiciones, artículos, dispositivos, y/o métodos sean expuestos y descritos, debe entenderse que los aspectos descritos abajo no se limitan a métodos sintéticos específicos, métodos específicos tales pueden, por supuesto, variar. Debe entenderse también que la terminología usada aquí es con motivo de describir aspectos particulares solo y no está destinada a ser limitante.

[0027] En esta especificación y en las reivindicaciones que siguen, se hará referencia a un número de términos que deben ser definidos para tener los siguientes significados:

45 [0028] Debe tenerse en cuenta que, como se usa en la especificación y las reivindicaciones anexas, las formas singulares "un", "una" y "el" incluyen referentes plurales a menos que el contexto claramente lo indique de otra manera. Así, por ejemplo, referencia a "un elastómero" incluye mezclas de elastómeros, referencia a "un caucho" incluye mezclas de dos o más cauchos y similares.

50 [0029] "Opcional" o "opcionalmente" significa que el evento posteriormente descrito o circunstancia puede o no puede ocurrir, y que la descripción incluye ejemplos donde el evento o circunstancia ocurre y ejemplos en los que no. Por ejemplo, la frase "opcionalmente adición de agentes vulcanizantes" significa que los agentes vulcanizantes pueden o no pueden ser añadidos y que la descripción incluye ambas composiciones sin agentes vulcanizantes y composiciones comprendiendo agentes vulcanizantes.

[0030] Intervalos pueden ser expresados aquí a partir de "aproximadamente" un valor particular y/o a "aproximadamente" otro valor particular. Cuando tal intervalo es expresado, otro aspecto incluye de un valor particular y/o al otro valor particular. De forma similar, cuando los valores se expresan como aproximaciones, usando el antecedente "aproximadamente", se entenderá que el valor particular forma otro aspecto. Se entenderá además que las objetivos de cada uno de los intervalos son significativos ambos en relación a otro criterio de evaluación e independientemente de otro criterio de evaluación.

65 [0031] Referencias en la especificación y reivindicaciones finales a partes en peso, de un elemento particular o componente en una composición o artículo, denota la relación de peso entre el elemento o componente y cualquier otro elemento o componente en la composición o artículo para la que una parte en peso es expresado. Así, en una

composición con 2 partes en peso de componente X y 5 partes en peso de componente Y, X e Y están presentes en una proporción en peso de 2:5, y están presentes en tal proporción independientemente si componentes adicionales se contienen en la composición.

5 [0032] La presente materia carbonácea fue inventada a partir de un deseo de conseguir un negro de carbón con una distribución del tamaño de agregados anchos, distribución del tamaño de las partículas estrecha, actividad de superficie alta, perlas blandas para promover dispersión mejorada y dispersabilidad mejorada en el caucho contra negros N200 convencionales, tales como N234.

10 [0033] Hasta ahora siempre ha habido generalmente una compensación entre ventajas de dispersión de los negros más gruesos y las características de refuerzo superiores de los negros más finos.

A. Composiciones

15 Negro de carbón

[0034] La nueva materia carbonácea de la presente invención puede ser un negro de carbón. El negro de carbón de la presente invención se describe aquí.

20 Morfología

[0035] La morfología de negro de carbón incluye características tales como tamaño de partícula, área de superficie, tamaño/estructura de agregado y distribución del tamaño de agregados. Las unidades primarias de negro de carbón son agregados, que se forman cuando las partículas chocan y se funden juntas en la zona de combustión del reactor. Diferentes de aquellos agregados pueden ser sujetados juntos por fuerzas débiles para formar aglomerados. Estos aglomerados se descompondrán durante mezcla en el caucho, así los agregados son la unidad más pequeña definitiva dispensable de negro de carbón.

30 [0036] Valores coloidales y de morfología para dos formas de realización representativas de la materia carbonácea, por ejemplo, negro de carbón, de la presente invención se dan en los ejemplos 2-4 de debajo.

[0037] Como se muestra en los ejemplos, el negro de carbón de la presente invención fue hecho y luego medido para varias propiedades morfológicas.

35 Fue también comparado directamente con varios ASTM comerciales (N121; N234, N299) y negros de carbón de especialidad (estructura muy alta N100 y N300). Estructura, área de superficie, resistencia de tinta y distribución del tamaño de agregados fueron medidos, según los siguientes métodos:

	Número de absorción de aceite, OAN (ml/100 g)	ASTM D2414
	Número de absorción de aceite comprimido, COAN (ml/100 g)	ASTM D3493
40	Índice de yodo, yodo n° (mg/g)	ASTM D1510
	Área de superficie de nitrógeno, NSA (m ² /g)	ASTM D6556
	Área de superficie de espesor estadística, STSA (m ² /g)	ASTM D6556
	Resistencia de tinta (%ITRB)	ASTM D3265
	Distribución del tamaño de agregados QTM	ASTM D3849
45	Distribución del tamaño de agregados DCP	ISO/DIS 15825

[0038] La estructura y finura de la presente materia carbonácea está en el intervalo de ASTM de negro de carbón convencional de calidades N200, como se puede observar en los números representativos en los ejemplos 2-3 de debajo. La estructura y mediciones de área de superficie fueron realizadas según procedimientos ASTM estándar. Los números mostrados en la tabla 1 claramente indican que este negro de carbón es un negro de serie N200 con una estructura moderadamente alta. El NSA de las formas de realización de negro de carbón inventivas entra correctamente intermedio a los negros N121/N234 y N299. El COAN y OAN de las formas de realización de negro de carbón son aproximadamente aquellos del negro N121. Negros de carbón de serie N200 de la presente calidad comercial, tales como N234 y N299, pueden proporcionar propiedades buenas, tales como de tensión, fatiga y propiedades dinámicas en una composición de caucho, si son debidamente dispersados en la matriz de caucho. No obstante, la dispersabilidad de estos negros de carbón convencionales de calidad más fina es relativamente difícil. Este es una diferencia del negro de carbón de la presente invención que dispersa muy bien y mantiene o excede las propiedades de buen funcionamiento de los negros de calidad N200 convencionales, como se describirá además debajo.

60 [0039] La presente materia carbonácea es un negro de carbón de serie ASTM N200 con distribución del tamaño de agregados (ASD) más anchos en relación a productos corrientes convencionales dentro de esta serie. Una distribución del tamaño de agregados anchos puede contribuir a una incorporación de negro de carbón rápida y dispersabilidad de negro de carbón mejorado en una matriz polimérica (por ejemplo, caucho). Como se utiliza aquí, dispersabilidad mejorada se entiende para correlacionar a un nivel más alto de dispersión para una cantidad dada de tiempo/energía de mezcla impartida. Estos objetivos de invención significativamente mejoran dispersión de negro de carbón de modo que

los rendimientos de composiciones de caucho con el negro de carbón excederán a aquellos de negros comerciales convencionales.

5 [0040] Análisis de microscopía electrónica de transmisión (QTM) (ASTM D3849) fue usada para analizar propiedades de distribución del tamaño de agregados, tabla 2. Una forma de realización del material de negro de carbón de la presente invención tiene un índice de heterogeneidad de agregados (HI) vía QTM superior a aproximadamente 2,3. El HI puede ser superior a aproximadamente 2,3, 2,35, o 2,4, específicamente, el QTM-HI puede ser aproximadamente 2,4.

10 [0041] Fotosedimentometría centrifugadora de disco (DCP, ISO/DIS 15825) fue también usada para analizar propiedades de distribución del tamaño de agregados, tabla 3. Las formas de realización de material de negro de carbón de la presente invención tienen un $\Delta D50$ vía DCP superior a aproximadamente 0,07. El $\Delta D50$ puede ser superior a aproximadamente 0,075 o 0,08. El material de negro de carbón tiene un $\Delta D50/D_{modo}$ vía DCP superior a aproximadamente 0,9. El $\Delta D50/D_{modo}$ puede ser superior a aproximadamente 0,95.

15 [0042] El QTM-HI de las presentes formas de realización de negro de carbón es único para negros de carbón de serie N100-200, como es el $\Delta D50$. El negro de carbón de la presente invención es un negro de carbón N200 con un número de absorción de aceite (OAN) inferior a aproximadamente 135 y un HI superior a aproximadamente 2,3. El negro de carbón de la invención es también un negro de carbón N200 con un OAN inferior a aproximadamente 135 y un $\Delta D50$ superior a aproximadamente 0,07.

20 Tratamiento y características del producto final

25 [0043] Como se muestra en los ejemplos, el negro de carbón de la presente invención fue hecho, incorporado en una formulación de prueba polimérica y medido por varios tratamientos y propiedades de producto final. El negro de carbón de la presente invención fue también comparado cabeza a cabeza en las mediciones con un negro de carbón N234 convencional. Ejemplos 5-7 muestran los resultados de dos formas de realización de este negro de carbón. Tiempo de incorporación de negro, índice de dispersión, fracción de área no dispersada, resistencia a la tracción, desgarre, rebote, y abrasión DIN fueron medidos, según los siguientes métodos:

30	Tiempo de incorporación de negro, BIT (s)	Método descrito en el ejemplo 5
	Índice de dispersión, DI	ASTM D2663
	Fracción de área no dispersada (%)	Método IFM
	Resistencia a la tracción (MPa)	ASTM D412
	Desgarre (kN/M)	ASTM D624
35	Rebote (%)	ASTM D1054
	Abrasión DIN (mm ³)	DIN 53 516

40 [0044] Una materia carbonácea de la presente invención, negro de carbón, muestra dispersión superior como medida por surfanalyzer (DI) y por microscopía interferométrica (IFM)(fracción de área no dispersada) y se alivia dispersión (BIT).

45 [0045] Dispersión de negro de carbón es típicamente importante para su rendimiento. Negro de carbón esta dispersado óptimamente cuando está separado en agregados específicos. Dispersión implica desaglomeración. Desaglomeración separa los aglomerados en agregados. La cantidad de energía necesitada en el paso de dispersión afecta a los costes de mezcla implicados en formar la composición polimérica. Dispersabilidad puede también afectar al coste total y rendimiento, ya que tiempo de mezcla más largo retrasa proceso abajo a menos que mezcladores de coste de capital adicional alto se instalen en la línea. Adición de dispersantes para ayudar en la dispersión también aumenta costes.

50 [0046] Generalmente, mientras uno trata de aumentar resistencia a la tracción, módulo, resistencia a la abrasión y resistencia a la fatiga de una formulación polimérica (caucho) con negro de carbón, el negro de carbón debe ser más fino. No obstante, el negro de carbón más fino es más difícil de dispersar. En cambio, usando el negro de carbón de la presente invención, tiempos de mezcla más rápidos y mejor dispersión se consiguen mientras se mantienen o incrementan propiedad de contracción de solidificación y de abrasión.

55 [0047] Tiempo de incorporación de negro (BIT) fue medido según el método descrito en el ejemplo 5 usando una formulación de mezcla de polímero de caucho/butadieno natural estándar. BIT mostró que las formas de realización del negro de carbón de la presente invención en los tiempos de formulación de prueba (como mostrado en el ejemplo 5) dieron tiempos de incorporación más rápidos que el negro N234 convencional. Las formas de realización particulares evaluadas mostraron ahorros de tiempo de aproximadamente 18-20%. Esto se puede traducir en significantes ahorros económicos en el tratamiento y rendimiento aumentado para un mezclador particular, por ejemplo, en una planta de neumático.

60 [0048] Índice de dispersión (DI) fue determinado por un surfanalyzer. ASTM, d2663-95a parte c; estándar ASTM D2663-95a, "Standard Test Methods for Carbon Black-Dispersion in Rubber," Annu Book ASTM Stand., 09.01, 447 (2003); P.C. Vegvari, ROBBER CHEM. TECHNOL., 51(4), 817 (1978). El índice de dispersión de las formas de realización del presente negro de carbón en la formulación de prueba fue significativamente superior al DI del negro N234

convencional. Esto muestra una composición de caucho más homogénea que se traduce en mejor rendimiento de neumático y menos material fuera de especificaciones para ser re-procesado o desperdiciado.

5 [0049] En cuanto a dispersión del lado de negro de carbón no dispersado, microscopía interferométrica (IFM) (Smith, A.P., et al., "Carbon Black Dispersion Measurement in Rubber Vulcanizates via Interferometric Microscopy," Paper No. 16, Proceedings of the 164th Fall Technical Meeting of the Rubber Division, American Chemical Society, Cleveland, OH, Oct., 14-17, 2003) mostró una fracción de área no dispersada de las formas de realización del negro de carbón de la presente invención en la formulación de prueba significativamente menos que la fracción del negro N234 convencional. Esto muestra nuevamente una composición más homogénea que se traduce en mejor rendimiento de neumático y
10 menos material fuera de especificaciones.

[0050] El negro de carbón de la presente invención tiene ventajas grieta por contracción al solidificarse y de abrasión DIN sobre negros convencionales de la serie N200, en particular N234.

15 [0051] Propiedades de rendimiento en caucho de una formulación de prueba polimérica fueron también evaluadas según procedimientos estándar. Esta prueba mostró ambos un cuño C mejorado y grieta por contracción al solidificarse para las composiciones comprendiendo el negro de carbón de la presente invención. Mejora en la grieta por contracción al solidificarse es muy difícil de conseguir con negros de carbón convencionales. Esta propiedad es importante para cómo un neumático se desempeñará bajo condiciones de uso, ya que los neumáticos se calientan mientras ruedan. El
20 desgarrar en caliente (Cuño de desgarrar C @100°C, ASTM D624) de la formulación de prueba (mostrado en el ejemplo 6) usando negro de carbón de la presente invención fue mejorada sobre la composición de negro de carbón N234 convencional.

[0052] Estas formulaciones de prueba fueron también evaluadas para pérdida de abrasión. Abrasión (abrasión DIN, DIN 53 516) de la formulación de prueba con formas de realización del negro de carbón de la presente invención fue inferior a la de una formulación de negro de carbón N234 convencional. Abrasión es una medición de desgaste de una banda de rodadura.

Producción del negro de carbón

30 [0053] Un ejemplo de producción del negro de carbón de la presente invención se da debajo en el ejemplo 1 y se discute en la sección de Métodos de fabricación.

Composiciones poliméricas

35 [0054] La invención incluye una composición que comprende un polímero (por ejemplo, elastómero) y un negro de carbón de la presente invención.

40 [0055] Opcionalmente, la composición polimérica puede comprender componentes adicionales. Por ejemplo, la composición puede comprender agentes vulcanizantes, aceites, antioxidantes, productos de relleno, o una mezcla estos. La elección de componentes adicionales y cantidad de cada uno se puede determinar por uno de habilidad en la técnica basado en aquellos adecuados para una aplicación deseada.

45 [0056] Neumáticos son frecuentemente compuestos por sistemas de polímero reforzados de negro de carbón que se basan en caucho natural (NR) o mezclas de NR y polímeros sintéticos (p. ej., caucho de butadieno (BR)). Entre los polímeros, por ejemplo, cauchos, adecuados para uso con la presente invención son cualquier caucho natural, caucho sintético, y mezclas de naturales y sintéticos. Estos incluyen, por ejemplo, NR, BR, caucho de estireno-butadieno (SBR), caucho de estireno-butadieno de emulsión (ESBR), caucho de estireno-butadieno de polimerización de solución (SSBR), caucho de monómero de etileno propileno dieno (EPDM), caucho de butilo, caucho de halobutilo, o una mezcla
50 estos. La elección y cantidad de polímero se puede determinar por uno de habilidad en la técnica basado en aquellos adecuados para una aplicación deseada.

[0057] La cantidad del negro de carbón de la presente invención se puede determinar por uno de habilidad común, por ejemplo, de aproximadamente 40 a aproximadamente 120 partes por cien caucho (fr). Uno de habilidad en la técnica
55 puede determinar una cantidad adecuada del negro de carbón para usar en una aplicación particular al igual que una proporción adecuada relativamente a los otros componentes.

[0058] Una composición de la presente invención se mejora sobre composiciones comprendiendo negro de carbón convencional. El negro de carbón mejorado de la presente invención imparte sobre características de tratamiento mejorado de composiciones de caucho (por ejemplo, dispersión) y, cuando polimerizado, imparte características de rendimiento mejoradas, tales como grieta por contracción al solidificarse y abrasión.

Banda de rodadura

65 [0059] La invención incluye neumáticos y/o componentes de neumático hechos de una composición polimérica de la presente invención que comprende un negro de carbón de la presente invención. Bandas de rodadura de neumático de

camión son particularmente adecuados para la producción de las composiciones poliméricas mejoradas comprendiendo el negro de carbón de la presente invención.

[0060] Neumáticos y componentes de neumático puede ser hechos por procesos convencionales conocidos por uno de habilidad en la técnica, por ejemplo, un neumático puede ser hecho por formación de componentes de neumático, montaje de componentes de neumático, y polimerización de los componentes montados en un molde bajo condiciones adecuadas para formar un neumático. Uno de habilidad en la técnica puede determinar pasos apropiados y componentes de neumático para hacer un neumático para una aplicación deseada. Neumáticos de la presente invención muestran características de rendimiento mejoradas, tales como grieta por contracción al solidificarse y abrasión.

B. Métodos

Métodos de fabricación

[0061] Negro de carbón se produce por la oxidación parcial o descomposición térmica de gases de hidrocarburo o líquidos. Un intervalo ancho de tipos de negro de carbón puede hacerse por manipulación controlada de las condiciones del reactor. La reacción de formación de negro de carbón en el horno se puede controlar por enfriamiento rápido, tal como por vapor o pulverización de agua. Las partículas de negro de carbón producidas se puede llevar a través del reactor, enfriarse, y continuamente recogerse, tal como vía filtros.

[0062] El material de negro de carbón de la presente invención puede hacerse usando técnicas generalmente conocidas en la técnica de negro de carbón. Un método particular fabricar el negro de carbón se describe abajo en el ejemplo 1. Variaciones en este método se pueden determinar por uno de habilidad en la técnica.

[0063] Los negros de carbón de la presente invención se pueden producir en un reactor de banda de rodadura de negro de carbón con una sección de combustión y una sección de reacción. Un reactor de ejemplo adecuado para uso en la producción de los negros es descrito generalmente en las patentes US nº 4,927,607 y 5,256,388, las descripciones siendo por la presente incorporadas por referencia en sus totalidades. Otros reactores de negro de carbón pueden ser usados. Uno de habilidad en la técnica puede determinar un reactor apropiado para una aplicación particular. Las secciones del reactor no necesitan ser diferentes secciones físicas, pero pueden, en cambio ser áreas en el reactor que realizan las funciones correctas. Toda o parte de una materia prima de hidrocarburo se puede inyectar en la corriente de combustión caliente de la sección de combustión. La materia prima puede ser inyectada axial o radial a las paredes del reactor. La ubicación de la inyección(s) de materia prima es generalmente localizada arriba o en la sección de obstrucción o el reactor. Esta mezcla pasa a la zona de reacción. Una sección de temple sigue lo que ralentiza y/o se detiene la reacción. La ubicación del temple está generalmente debajo de la salida de la sección de obstrucción. La reacción se detiene cuando el negro de carbón de la presente invención ha sido formado.

[0064] Después de ser apagado, el negro de carbón y gases pueden ser además enfriados y separados. Esencialmente, cualquier enfriamiento convencional y métodos de separación pueden ser usados. La separación es frecuentemente conseguida usando un filtro de bolsa. El negro de carbón puede ser además preparado para uso, almacenamiento, o transporte. Por ejemplo, negro de carbón es frecuentemente aglomerado usando, por ejemplo, moldeado en mojado. Tratamiento abajo no es importante para los negros de carbón de la presente invención. Uno de habilidad en la técnica puede determinar tratamiento apropiado abajo para una aplicación particular.

[0065] Materia prima, alimentos de combustión y materiales de enfriamiento rápido se conocen en la técnica de negro de carbón y un ejemplo es dado debajo en el ejemplo 1. La elección de estos alimentos no es crítico para los negros de carbón de la presente invención. Uno de habilidad en la técnica puede determinar alimento apropiado para una aplicación particular. Las cantidades de materia prima, alimentos de combustión y materiales de enfriamiento rápido puede también ser determinados por uno de habilidad en la técnica que se adecua para una aplicación particular.

[0066] Métodos de fabricación de la composición polimérica comprendiendo el negro de carbón de la invención puede utilizar técnicas generalmente conocidas en la técnica de composición del polímero, por ejemplo, caucho. Variaciones en estos métodos se puede determinar por aquellos expertos en la técnica. Los ejemplos 5-6 muestran ejemplos de composiciones que comprenden el negro de carbón de la presente invención. El negro de carbón se puede añadir al polímero y la combinación puede mezclarse hasta que el negro de carbón esta dispersado en el grado deseado. Pasos adicionales y componentes se pueden añadir como determinado por uno de habilidad en la técnica.

[0067] Métodos de fabricación de neumáticos y/o componentes de neumático de la composición polimérica comprendiendo el negro de carbón de la invención pueden utilizar técnicas generalmente conocidas en la técnica de fabricación de neumático. Variaciones en estos métodos se pueden determinar por aquellos expertos en la técnica. Neumáticos pueden hacerse por procesos convencionales conocidos por uno de habilidad en la técnica, por ejemplo, formación de componentes de neumático, montaje de componentes de neumático y polimerización de los componentes montados en un molde bajo condiciones adecuadas para formar un neumático. Uno de habilidad en la técnica puede determinar pasos apropiados y componentes de neumático para hacer un neumático para una aplicación deseada.

C. Aplicaciones

[0068] El material de negro de carbón de la presente invención es muy útil en composiciones poliméricas, particularmente aquellos usados en aplicaciones de neumático. Formulaciones y recetas mezcladoras son generalmente conocidas y serían ajustadas por consiguiente basadas en las características mejoradas del negro de carbón. Composiciones poliméricas hechas del negro de carbón de la presente invención han mejorado propiedades de tratamiento en relación a negros de carbón N200 convencionales.

[0069] Bandas de rodadura de neumático, especialmente de camión y bandas de rodadura de neumático para turismos, hechos del negro de carbón y composiciones poliméricas comprendiendo el negro de carbón de la presente invención han mejorado propiedades en relación a aquellos componentes propios comprendiendo negros de carbón N200 convencionales.

EJEMPLOS

[0070] Los siguientes ejemplos se establecen para proporcionar a aquellos de habilidad en la técnica una descripción completa y descripción de cómo los compuestos, composiciones, artículos, dispositivos, y/o métodos reivindicados y descritos aquí han sido hechos y evaluados, y se destinan a ser puramente ilustrativos y no se destinan a limitar el alcance de lo que los inventores consideran como su invención. Esfuerzos se han hecho para asegurar exactitud con respecto a números (p. ej., cantidades, temperatura, etc.) pero algunos errores y desviaciones deberían ser contabilizados. A menos que se indique de otra manera, partes son partes en peso, temperatura es en °C o a temperatura ambiente, y presión es o está cerca de atmosférica. Solo experimentación razonable y rutinaria será requerida para optimizar tales condiciones del proceso.

Ejemplo 1**Producción de negro de carbón de la presente invención**

[0071] El negro de carbón de la presente invención fue hecho en un reactor de banda de rodadura de negro de carbón estándar. El reactor fue un reactor Columbian Axial Tread 10"(CAT) (como se enseña generalmente en las patentes US nº 4,927,607 y 5,256,388) con un obstrucción cuadrada 10".

[0072] El reactor fue accionado a una carga de aire de 12100 Nm³/hr con combustible de gas natural a razón de 733 Nm³/hr y una temperatura del aire de entrada de 738°C. Aceite de materia prima fue precalentado a 200°C y fue inyectado radialmente vía 4 sistemas de pulverización (Wheatonm, IL) pulverizadores G12W situados 24 pulgadas arriba de la salida de obstrucción y operando a una presión de 150 psi. La reacción de formación de negro de carbón fue apagado vía agua inyectada a unas pulgadas de posición 40 debajo de la salida de obstrucción. Estructura de producto fue controlada usando carbonato potásico a aproximadamente 80 g/hr inyectado con la materia prima. El producto resultante fue moldeado en mojado usando aglutinante de sulfonato de lignina sódica, seco y recogido para embalaje.

Ejemplo 2**Comparación de propiedades coloidales**

[0073] Las propiedades coloidales de 3 negros de calidad ASTM convencionales comerciales (N234, N121 y N299 por Columbian Chemicals Company, Marietta, GA) y 4 otros negros de calidad de especialidad (CD2056, CD2079, CD2005 y CD2038, Columbian Chemicals Company, Marietta, GA) fueron comparados con el negro de carbón de la presente invención. Los negros de calidad de especialidad fueron incluidos para mostrar el efecto de alta estructura en la morfología. Basado en tamaño y estructura, los negros CD2079 y CD2056 se categorizan como negros N300. Basado en tamaño y estructura, los negros CD2005 y CD2038 se categorizan como negros N100 de estructura muy alta (VHS).

Tabla 1. Propiedades coloidales comparativas

Negro de carbón	OAN (ml/100 g) ASTM D2414	COAN(ml/100 g) ASTM D3493	Yodo n° (mg/g) ASTM D1510	NSA (m ² /g) ASTM D6556	STSA (m ² /g) ASTM D6556	Resistencia a la tinta (%ITRB) ASTM D3265
N299	124	105	108	103	98	113
N234	126	98.4	121	121	115	125
N121	132	111	121	122	115	113
Sample 1	133	112	110	112	108	115
Sample 2	127	110	109	114	108	115

ES 2 385 990 T3

CD2056	135	112	92	89	87	107
CD2079	150	117	95	88	87	104
Negro de carbón	OAN (ml/100 g) ASTM D2414	COAN (ml/100 g) ASTM D3493	Yodo n° (mg/g) ASTM D1510	NSA (m ² /g) ASTM D6556	STSA (m ² /g) ASTM D6556	Resistencia a la tinta (%ITRB) ASTM D3265
CD2005	175	133	120	120	116	112
CD2038	173	132	142	134	124	117
<p>OAN = número de absorción de aceite COAN = número de absorción de aceite comprimido NSA = área de superficie de nitrógeno STSA = área de superficie de espesor estadística ITRB = negro de referencia de tinta de industria</p>						

[0074] El NSA del negro de carbón de la invención es intermedio a aquel del N121/234 y N299 y, así, entra en la serie N200. La estructura es aproximadamente la misma como aquella del negro N121.

5 Ejemplo 3

Propiedades de distribución del tamaño de agregados y comparación de OAN

10 [0075] Una comparación directa de los negros del ejemplo 2 fue realizada usando transmisión de electrón de transmisión de análisis de imagen de microscopía/automatizado (QTM) (ASTM D3849).

Tabla 2. Propiedades de distribución del tamaño de agregados QTM

Muestra	M (nm)	SD (nm)	WM (nm)	HI	V'/V	OAN (ml/100 g)
CD2079	91,4	65,3	232	2,54	3,19	148
CD2056	76,7	54,9	207	2,70	2,67	137
CD2005	76,9	62,5	226	2,94	3,59	178
Muestra	M (nm)	SD (nm)	WM (nm)	HI	V'/V	OAN (ml/100 g)
CD2038	71,5	53,1	191	2,67	3,34	181
N234	61,6	40,2	139	2,25	2,51	126
Sample	68,9	48,9	168	2,44	2,66	127
N121	83,6	52,9	170	2,04	2,55	130
N299	85,1	50,5	173	2,03	2,11	120
<p>M = tamaño medio de agregado SD = desviación típica de tamaño de agregado medio WM = tamaño de agregado de peso medio HI = índice de heterogeneidad V'/V = factor de absorción de agregado medio (se refiere a OAN)</p>						

15 [0076] Esto muestra que el HI fue muy alto en comparación con los negros de las series N100 y N200. Calidades más anchas y calidades de estructura muy altas pueden tener HI más alto.

Ejemplo 4

Comparación DCP

20 [0077] Una comparación directa de los negros del Ejemplo 2 fue realizada usando fotosedimentometría centrifugadora de disco (DCP) (ISO/DIS 15825).

Tabla 3. Propiedades de distribución del tamaño de agregados DCP

Muestra	Intervalo	Promedio de peso (μm)	Modo	$\Delta\text{D}50$ (μm)	$\Delta\text{D}50/\text{Dmodo}$
N234	0,033~0,805	0,079	0,07	0,059	0,847
N121		0,094	0,081	0,069	0,85
Muestra	Intervalo	Promedio de peso (μm)	Modo	$\Delta\text{D}50$ (μm)	$\Delta\text{D}50/\text{Dmodo}$
N299		0,105	0,087	0,067	0,77
Muestra 1	0,033~0,446	0,102	0,087	0,083	0,957
Muestra 2	0,034~0,471	0,102	0,084	0,089	1,056
CD2005		0,110	0,100	0,081	0,814
CD2038		0,102	0,092	0,079	0,855
CD2056		0,107	0,099	0,088	0,892
CD2079		0,122	0,110	0,095	0,865
$\Delta\text{D}50$ = anchura completa a media altura de la curva diferencial					
$\Delta\text{D}50/\text{Dmodo}$ = proporción de $\Delta\text{D}50$ y modo					

[0078] La distribución de agregados más anchos según se midió por $\Delta\text{D}50/\text{Dmodo}$ se encontró con el negro de carbón de la presente invención independientemente de estructura o tamaño de partícula.

5

Ejemplo 5

Comparación de dispersión

10 [0079] El negro de carbón de la presente invención fue evaluado contra un control N234 para tiempo de incorporación y dispersión en una mezcla de caucho natural (NR)/butadieno caucho (BR). La mezcla se hizo usando un mini-mezclador Brabender R2000.

15 [0080] El Método de prueba BIT fue de la siguiente manera:

15

1. Encender la calefacción para el mezclador y permitir al mezclador calentarse y estabilizarse a 60°C , preferiblemente durante toda la noche.

2. Pesar y distribuir las muestras par ser evaluadas en la receta en la tabla 4, incluyendo un lote de calentamiento. Para mejores resultados, mezclas de duplicados deberían ser usadas, mezcladas en orden aleatorio.

20

El lote inicial es limpiar y calentar la cámara de mezcla sola y el compuesto y salida de par motor mezcladora deberían ser descartados.

3. Repetir los estadios siguientes para mezclar todas las muestras, incluyendo el lote de calentamiento:

25

- a. Añadir caucho 0 s
- b. Pistón arriba, añadir negro y agentes vulcanizantes 30 s
- c. Pistón abajo 60 s
- d. Descarga 180 s
- e. Limpiar mezclador y permitir enfriar a 60°C

4. Registro de par motor mezcladora mientras mezcla.

Ver, por ejemplo, la Figura 3, por ejemplo, rastro de par motor.

30

5. A partir del rastro de par motor medido, encontrar el tiempo al que el par motor mínimo ocurre (ver, por ejemplo, Figura 3). A los efectos de estas pruebas, un polinomio se ajustó a través de los conjuntos de datos duplicados y el tiempo para la matemática mínima se calculó.

6. Calcular el BIT, definido como el tiempo de pistón abajo (60 s) al tiempo del inicio mínimo.

35

[0081] Prueba de tiempo de incorporación de negro (BIT) se hizo usando una mezcla estándar NR/BR con negro de carbón y agentes vulcanizantes (para permitir polimerización de muestras para prueba de dispersión).

Tabla 4. Formulación de prueba

Lote-phr maestro (partes por cien de caucho)			
	phr	Mini-mezclador	
Caucho natural	60	Temperatura	60

		inicial	
Caucho de butadieno	40	Velocidad del rotor	60
Negro de carbón	55	Factor de relleno	70%
Azufre	1.5		
MBS	1.50		
MBS = oxidietileno benzotiazol-2-sulfenamida			

Tabla 5. Resultados de incorporación

Parámetro	N234 Estándar	Muestra 1	Muestra 2
BIT (s)	66,2	54,3	53,3

5

[0082] Las mediciones se dan como tiempo en segundos para par motor mínimo (BIT). Los datos indican que el negro de la presente invención consigue incorporación más rápida contra la calidad estándar N234.

10

[0083] El negro de carbón de la presente invención se encontró que tiene un tiempo de incorporación más rápido y una dispersión mejorada en relación al control N234. El negro de carbón de la presente invención tuvo un valor máximo de incorporación secundario significativamente más grande en comparación con el control N234.

Tabla 6. Resultados de dispersión

Parámetro	N234 Estándar	Muestra 1	Muestra 2
DI, Índice de dispersión	61,5	88,3	86,5
Fracción de área no dispersada, %	26,2	14,5	14,7

15

[0084] DI fue determinado por un surfanalyzer ASTM, D2663-95a parte c; estándar ASTM D2663-95a, "Standard Test Methods for Carbon Black-Dispersion in Rubber," Annu. Book ASTM Stand., 09.01, 447 (2003); P.C. Vegvari, Rubber Chem. Technol., 51(4), 817 (1978).

20

[0085] Fracción de área no dispersada fue determinada por microscopía interferométrica (IFM) Smith, A.P., et al., "Carbon Black Dispersion Measurement in Rubber Vulcanizates via Interferometric Microscopy," Paper No. 16, Proceedings of the 164th Fall Technical Meeting of the Rubber Division, American Chemical Society, Cleveland, OH, Oct., 14-17, 2003.

25

[0086] Los resultados muestran una mejora sustancial en el nivel de dispersión para el negro de carbón de la presente invención contra el estándar N234.

Ejemplo 6

30

Comparación de propiedades de rendimiento en caucho

[0087] Las propiedades de rendimiento en caucho de las formulaciones que usan el negro de carbón de la presente invención y el convencional N234 fueron evaluadas y comparadas. Las propiedades evaluadas incluyeron resistencia a la tracción, módulo, alargamiento, dureza, histéresis (HBU/Zwick) y grieta por contracción al solidificarse.

35

Tabla 7. Formulación de prueba

Mezcla maestra	
	phr (partes por cien de caucho)
Caucho natural	60
Caucho de polibutadieno	40
Negro de carbón	55

ES 2 385 990 T3

Óxido de zinc	4
Ácido esteárico	2
6 PPD	2
TMQ	1
Cera	1
Acabado	165
TBBS	1.1
Azufre	1.8
6PPD = N-(1,3-dimetilbutil)-N'-fenil-p-fenilenediamina TMQ = politrimetil dihidroquinolina TBBS = terc-butil-2-benzotiazolsulfenamida Proceso de mezcla 77 rpm, 40 psi, 100°F	

Tiempo de pistón arriba/pistón abajo (s)	Paso
/0	Caucho añadido
30/45	Químicos, % de negro añadido
70/85	½ negro añadido
110/130	Barrido
170	Descarga
Trituración @90°C, 0,060" trituración Banda, añadir polimerizados Mezcla de cruce, cuatro veces Refinería de lado, tres veces Chapa fuera	

Tabla 8. Propiedades polimerizadas en caucho

Propiedad	N234	Muestra 1	Muestra 2
100% M, MPa ASTM D412	3,3	3,7	3,5
200% M, MPa ASTM D412	8,2	9,8	9,0
300% M, MPa ASTM D412	14,7	17,0	15,8
Tensile, MPa ASTM D412	27,3	28,1	28,4
Alargamiento, % ASTM D412	500	480	500
Borde A ASTM D2240	69,9	70,7	69,3
Cuño de desgarre C,	67,5	77,4	70,9

ASTM D624			
Cuño de desgarre C a 100°C ASTM D624	50,2	55	54
Rebote Zwick, % ASTM D1054	53,6	56,2	56,2
HBU, C ASTM D623	59,7	60	59,8

5 [0088] Normalmente, negros que son más gruesos o tienen estructura más alta tienen un desgarre en disminución. No obstante, el presente negro de carbón con partículas más gruesas y estructura más alta que N234 dieron resistencia al desgarre más alta que N234. Se cree que este desgarre aumentado es un resultado de mejor dispersión de negro de carbón.

Ejemplo 7

Comparación de prueba de abrasión

10 [0089] La abrasión DIN (DIN 53 516) de las formulaciones del ejemplo 6 que usan el negro de carbón de la presente invención y el N234 fueron evaluadas y comparadas. Un número de abrasión inferior aquí corresponde a mejores características de desgaste.

15 Tabla 9. Resultados de abrasión DIN

	Abrasión DIN (mm ³)	Desviación típica
N234	65,9	0,72
Muestra 1	61,1	2,05
Muestra 2	63,6	2,09

20 [0090] En toda esta solicitud, se hace referencia a varias publicaciones. Las descripciones de estas publicaciones en sus totalidades son por la presente referenciadas para describir más completamente los compuestos, composiciones y métodos descritos aquí.

25 [0091] Varias modificaciones y variaciones pueden hacerse a los compuestos, composiciones y métodos descritos aquí. Otros aspectos de los compuestos, composiciones y métodos descritos aquí será aparentes a partir de consideración de la especificación y práctica de los compuestos, composiciones y métodos descritos aquí. Se pretende que la especificación y ejemplos se consideren como ejemplares.

REIVINDICACIONES

1. Negro de carbón con $\Delta D50/D_{modo}$ superior a 0,9 y un índice de heterogeneidad (HI) vía QTM superior a 2,3.
- 5 2. Negro de carbón según la reivindicación 1, donde la finura está en el intervalo de 100 a 120m²/g de área de superficie de nitrógeno (NSA).
3. Negro de carbón según la reivindicación 1, donde el $\Delta D50$ vía DCP es superior a 0,07 μm .
- 10 4. Composición elastomérica incorporando el negro de carbón según la reivindicación 1.
5. Composición elastomérica según la reivindicación 4, donde la composición elastomérica es polimerizada después de la incorporación de la materia carbonácea.
- 15 6. Negro de carbón con un área de superficie de nitrógeno (NSA) de 100 a 120m²/g, un HI vía QTM superior a 2,3 y un número de absorción de aceite (OAN) inferior a 135.
7. Composición polimérica comprendiendo un polímero y un negro de carbón con $\Delta D50/D_{modo}$ superior a 0,9 y un HI vía QTM superior a 2,3.
- 20 8. Composición polimérica según la reivindicación 7, donde el polímero comprende caucho.

FIGURA 1

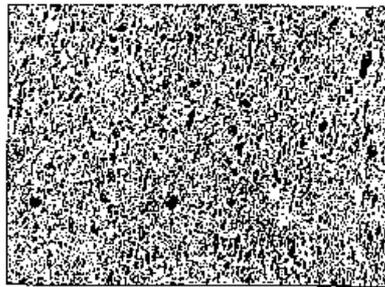


FIGURA 2

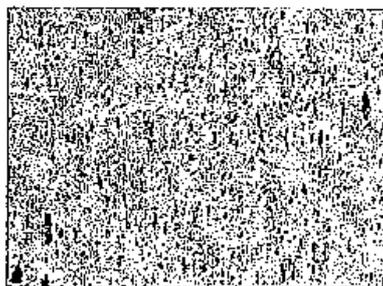


FIGURA 3

