

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 397 373**

51 Int. Cl.:

**C09C 1/52**

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.07.2007 E 07112149 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.10.2012 EP 1887051**

54 Título: **Negro de carbono, procedimiento para la fabricación de negro de carbono y dispositivo para la realización del procedimiento**

30 Prioridad:

**07.08.2006 DE 102006037079**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**06.03.2013**

73 Titular/es:

**ORION ENGINEERED CARBONS GMBH (100.0%)  
Hahnstrasse 49  
60528 Frankfurt am Main, DE**

72 Inventor/es:

**QUITMANN, CATHARINA;  
KARL, ALFONS;  
KATZER, MATTHIAS;  
KRAUSS, KAI y  
STANYSCHÖFSKY, MICHAEL**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

**ES 2 397 373 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, procedimiento para la fabricación de negro de carbono y dispositivo para la realización del procedimiento

5 La invención se refiere a un negro de carbono, a un procedimiento para la fabricación de negro de carbono así como a un dispositivo para la realización del procedimiento.

Por el documento DE 2404536 se conoce un procedimiento para la fabricación de negros de gas con bajo contenido en extractos, en el que se usa como gas de sustentación para el vapor de aceite de negro de carbono mezclas ricas en hidrógeno y se acumula el negro de carbono separado en el cilindro de enfriamiento. Estos negros de gas tienen un contenido en extractos inferior al 0,100 % en peso.

10 Además se conocen negros de carbono que no se han tratado, ni se han separado por el documento WO 2005/033217 con un valor de pH menor o igual a 6,0, un residuo seco menor o igual al 0,1 % y un residuo de criba de 5  $\mu\text{m}$  menor o igual a 200 ppm. Estos negros de carbono se preparan mediante las etapas de procedimiento extraer el calor de la llama mediante conducción de calor y/o radiación térmica, formar una capa límite de gas delgada y acelerar o prolongar el flujo formado por la llama y la capa límite.

15 La desventaja de los negros de carbono conocidos es la mala aportación de tono de color en aplicaciones de laca.

El objetivo de la invención es facilitar un negro de carbono que presente una alta aportación de tono de color positiva en aplicaciones de laca. Otro objetivo de la invención es facilitar un procedimiento que extraiga a ser posible mucho calor de la llama sin que se acumule el negro de carbono así formado sobre la superficie fría.

20 El objeto de la invención es un negro de carbono que se caracteriza porque la distribución del tamaño de agregado tiene una proporción  $(d_{90}-d_{10})/d_{50}$  inferior o igual a 1,1, preferentemente inferior a 0,8, de manera especialmente preferente inferior a 0,65.

El negro de carbono según la invención puede tener un contenido de óxidos de superficie superior a 50 mmol/kg, preferentemente superior a 100 mmol/kg, de manera especialmente preferente superior a 120 mmol/kg.

25 El negro de carbono según la invención puede tener una distribución del tamaño de agregado con una proporción de semianchura (FWHM) con respecto a  $D_{\text{mode}}$  inferior o igual a 0,6, preferentemente inferior a 0,58, de manera especialmente preferente inferior a 0,56.

El negro de carbono según la invención puede ser un negro de gas.

El valor de pH de los negros de carbono según la invención puede ser  $< 7,0$ , preferentemente  $< 6,0$ , de manera especialmente preferente  $< 5,0$ .

30 El negro de carbono según la invención puede tener un valor de STSA de 20-300  $\text{m}^2/\text{g}$ , preferentemente de 50-220  $\text{m}^2/\text{g}$ , de manera especialmente preferente de 70-200  $\text{m}^2/\text{g}$ .

El negro de carbono según la invención puede tener un contenido de componentes volátiles del 2,0-20,0 %, preferentemente del 3,0-12 %, de manera especialmente preferente del 4,0-9,0 %.

35 El negro de carbono según la invención puede tener un tono de color del 90-180 %, preferentemente del 105-160 %, de manera especialmente preferente del 120-150 %.

Otro objeto de la invención es un procedimiento para la fabricación del negro de carbono según la invención, que se caracteriza porque se mezcla una mezcla de gas, que contiene un gas de sustentación y una sustancia bruta de negro de carbono, eventualmente con aire caliente, se conduce la mezcla de gas a un tubo quemador, la mezcla de gas se quema en los orificios del tubo quemador y las llamas junto con el aire ambiente extraído por succión libremente desde el exterior se extraen por succión a través de una hendidura que se estrecha, refrigerada y se enfrían, en el que la hendidura que se estrecha, refrigerada tiene una proporción de alturas (h) con respecto a anchuras (b) de 1-100, preferentemente 5-50, de manera especialmente preferente 10-40, en el que la anchura se refiere al borde superior de la hendidura, la anchura (b) es de 0,5 mm a 10 mm, preferentemente de 1 mm a 5 mm, y la velocidad de flujo en el punto más estrecho de la hendidura es de 10 - 200 m/s, preferentemente de 15 - 150 m/s,

40

45 de manera especialmente preferente de 20 - 100 m/s.

La velocidad de flujo puede calcularse a partir del cociente de cantidad de gas de procedimiento con respecto a superficie de la hendidura. La cantidad de gas de procedimiento es el volumen extraído por succión a través del ventilador. La superficie de la hendidura se obtiene a partir del producto de la anchura de la hendidura b y el borde superior  $A^1 A^2$  de la hendidura que se estrecha, refrigerada.

50 Como refrigerante para la hendidura que se estrecha puede usarse agua, aire, vapor y aceite portador del calor.

En un evaporador de película delgada habitual en el comercio puede calentarse y evaporarse la sustancia bruta de

negro de carbono. El vapor de sustancia bruta de negro de carbono se alimenta por un flujo de gas de sustentación a un tubo quemador. Inmediatamente antes del tubo quemador (por ejemplo descrito en el documento DE-PS 671739) puede añadirse mezclando a la mezcla de gas aire caliente con temperaturas de hasta 400 °C y puede alimentarse a las llamas. El negro de carbono generado puede separarse en instalaciones de filtro habituales en el comercio.

Como sustancia bruta de negro de carbono pueden usarse gases que contienen carbono o líquidos que contienen carbono que pueden evaporarse. Como sustancia bruta de negro de carbono puede usarse hidrocarburos, por ejemplo acetileno, metano, etileno, etano, propano, butano o pentano, o aceite de negro de carbono. El aceite de negro de carbono puede ser de origen petroquímico o carboquímico. Como sustancia bruta de negro de carbono puede usarse una mezcla de hidrocarburos y/o aceites de negro de carbono.

La sustancia bruta de negro de carbono gaseosa o evaporada puede tener una temperatura de hasta 400 °C, preferentemente 250 - 400 °C, de manera especialmente preferente 250 – 350 °C.

Como gas de sustentación pueden usarse gases combustibles, preferentemente mezclas de gas con una proporción de hidrógeno >50 % en volumen, de manera especialmente preferente >60 % en volumen.

La temperatura del gas de sustentación y la temperatura del aire caliente puede corresponder al menos a la temperatura de la sustancia bruta de negro de carbono gaseosa o evaporada para impedir condensaciones.

La figura 1 muestra la estructura esquemática del aparato en la que significan:

$A^1A^2, A^1A^2$  borde superior de la hendidura que se estrecha, refrigerada,

$B^1B^2, B^1B^2$  borde inferior de la hendidura que se estrecha, refrigerada,

$A^1A^1, A^2A^2$  punto más estrecho de la hendidura que se estrecha, refrigerada,

b anchura de la hendidura de refrigeración =  $A^1A^1$  ó  $A^2A^2$ ,

$B^1B^1, B^2B^2$  punto más ancho, de la hendidura que se estrecha, refrigerada,

h altura de la hendidura que se estrecha, refrigerada en la zona superior,

h' altura de las paredes laterales que discurren de manera oblicua, eventualmente refrigeradas,

$C^1B^1B^2C^2$  pared lateral que discurre de manera oblicua, eventualmente refrigerada

$C^1B^1B^2C^2$  pared lateral que discurre de manera oblicua, eventualmente refrigerada

$D^1D^1$  anchura del aparato dispuesto verticalmente,

E tubo quemador que puede ajustarse en altura.

E,  $A^1A^1$  distancia del quemador

El ángulo  $\alpha$  puede ser de 70° a 89°, preferentemente de 80° a 89°, de manera especialmente preferente de 83° a 88°.

La altura h' puede ser de 0 mm a 250 mm, preferentemente de 100 mm a 250 mm, de manera especialmente preferente de 140 mm a 180 mm.

La anchura del aparato dispuesto verticalmente ( $C^1C^1 = D^1D^1$ ) puede ascender a de 100 mm a 500 mm, preferentemente de 150 mm a 210 mm.

La campana de extracción de gases puede estar acoplada directamente con la hendidura y puede estar conectada con un ventilador de extracción.

El aparato puede estar fabricado de acero inoxidable para evitar las impurezas típicas (material abrasivo). Con el procedimiento según la invención puede prescindirse de un cilindro de refrigeración giratorio. Las llamas del tubo quemador pueden extraerse por succión a través de una hendidura refrigerada con agua, que se estrecha y pueden enfriarse.

Tal como se muestra en la vista seccional del aparato según la invención (figura 1), puede extenderse la hendidura por toda la longitud del aparato y puede discurrir paralelamente al tubo quemador, es decir puede estar dispuesta de manera preferentemente centrada por encima del tubo quemador. Las paredes laterales del aparato dispuesto verticalmente pueden discurrir inicialmente de manera paralela una con respecto a otra ( $C^1D^1D^2C^2$  o  $C^1D^1D^2C^2$ ), a continuación pueden discurrir de manera oblicua una sobre otra ( $C^1B^1B^2C^2$  o  $C^1B^1B^2C^2$ ) y desembocan en la hendidura refrigerada, que se extiende ( $A^1B^1B^2A^2$  o  $A^1B^1B^2A^2$ ).

La distancia del quemador hacia la hendidura que se estrecha, refrigerada puede ajustarse de manera variable. Esta posibilidad de ajuste puede preverse para poder realizar el ajuste de una altura del quemador óptima.

5 En la zona (h') del aparato que discurre de manera cónica, las paredes laterales pueden estar refrigeradas con agua. Sin embargo, puede servir esto en la zona (h') también únicamente para la protección del material frente a la temperatura de la llama, ya que en primer lugar en la zona superior (h), la correspondientemente denominada hendidura de refrigeración, debe realizarse el enfriamiento de la mezcla de reacción.

La construcción de la hendidura de refrigeración puede estar configurada de modo que mediante la generación de una capa límite laminar en la hendidura de refrigeración puede impedirse la acumulación de negro de carbono.

10 Al aceite de negro de carbono pueden añadirse aditivos. Los aditivos pueden ser una disolución de sal en agua, alcohol, aceite o sus mezclas. Los aditivos pueden transformarse en un aerosol. Preferentemente puede usarse como sal carbonato de potasio.

15 Otro objeto de la invención es un dispositivo para la realización del procedimiento según la invención con un quemador y una superficie refrigerante contra la que está dirigida la llama, que se caracteriza porque la hendidura que se estrecha, refrigerada tiene una proporción de alturas (h) con respecto a anchuras (b) de 1-100, preferentemente 5-50, de manera especialmente preferente 10-40, en el que la anchura se refiere al borde superior de la hendidura, la anchura (b) es de 0,5 mm a 10 mm, preferentemente de 1 mm a 5 mm y la velocidad de flujo en el punto más estrecho de la hendidura es de 10 - 200 m/s, preferentemente de 15 - 150 m/s, de manera especialmente preferente de 20 - 100 m/s.

20 Los negros de carbono según la invención pueden usarse como carga, carga de refuerzo, estabilizador UV, negro de carbono conductor o pigmento. Los negros de carbono según la invención pueden usarse en caucho, plástico, tintas de impresión, tintas para impresión por chorro de tinta, tóners, lacas, pinturas, papel, asfalto, hormigón y otros materiales de construcción. Los negros de carbono según la invención pueden usarse como agentes de reducción en metalurgia.

25 Los negros de carbono según la invención tienen la ventaja de que pueden prepararse negros de carbono con distribución del tamaño de agregado estrecha y la aportación de tono de color absoluta (dM) en aplicaciones de laca es muy alta.

El procedimiento según la invención tiene la ventaja de que el negro de carbono no se deposita en las superficies refrigeradas y por consiguiente puede separarse fuera del dispositivo.

30 Otra ventaja es que en el aparato según la invención ya no se encuentran piezas giratorias, lo que reduce los costes de inversión y mantenimiento, y ya no se realiza una separación del negro de carbono del cilindro y negro de carbono del filtro, por consiguiente se realiza una homogeneización del producto generado. Mediante la eliminación del transporte mecánico puede obtenerse además una reducción de las impurezas en el producto.

#### Ejemplos

35 El aparato según la invención usado en los ejemplos según la figura 1 tiene una distancia de las paredes laterales de 177 mm ( $D^1D^1$ ) y una altura de 600 mm ( $D^1C^1$ ). Por encima de la altura de 600 mm discurren las paredes laterales de manera oblicua una sobre otra y desembocan en la hendidura que se estrecha, refrigerada. En los siguientes ejemplos, la longitud  $A^1A^2$  de esta hendidura asciende a 2000 mm y la altura (h) a 50 mm. La altura (h') de la hendidura en los siguientes ejemplos asciende a 159 mm. El ángulo  $\alpha$  es 87°.

#### Procedimientos de determinación

##### 40 Valor de pH

La determinación del valor de pH se realiza según la norma DIN EN ISO 787-9 20.

##### Proporciones de compuestos volátiles

La determinación de las proporciones de compuestos volátiles se realiza a 950 °C según la norma DIN 53552.

##### Superficie BET

45 La determinación de la superficie BET se realiza según la norma ASTM D-6556-00.

##### Superficie STSA

La determinación de la superficie STSA se realiza según la norma ASTM reglamento D-6556-00.

##### Tono de color

La determinación de la intensidad del tono de color se realiza según la norma ASTM reglamento D-3265.

**Distribución del tamaño de agregado**

5 Para la medición de las curvas de distribución del tamaño de agregado se usa una centrifuga de discos BI-DCP con diodos de luz roja de la empresa Brookhaven. Este aparato se desarrolla especialmente para la determinación de curvas de distribución del tamaño de agregado de sustancias sólidas finamente divididas de mediciones de extinción y está dotado de un programa automático de medición y evaluación para la determinación de la distribución del tamaño de agregado.

10 Para la realización de las mediciones se prepara inicialmente una disolución de dispersión a partir de 200 ml de etanol, 5 gotas de disolución de amoniaco y 0,5 g de Triton X-100 y enrasado con agua desmineralizada hasta 1000 ml. Adicionalmente se prepara un líquido de espín a partir de 0,5 g de Triton X-100, 5 gotas de disolución de amoniaco y enrasado con agua desmineralizada hasta 1000 ml.

A continuación se mezclan 20 mg de negro de carbono con 20 ml de disolución de dispersión y se suspenden en un baño frío durante la duración de 4,5 minutos con 100 W de potencia de ultrasonidos (80 % de pulso) en la disolución.

15 Antes del inicio de las verdaderas mediciones se acciona la centrifuga durante 30 minutos con un número de revoluciones de 11000 min<sup>-1</sup>. En el disco giratorio se inyecta 1 ml de etanol y después se coloca una capa de fondo cuidadosamente con 15 ml de líquido de espín. Tras aproximadamente un minuto se inyectan 250 µl de la suspensión de negro de carbono, se inicia el programa de medición del aparato y se cubre el líquido de espín en la centrifuga con 50 µl de dodecano. Por cada muestra que va a medirse se realiza una determinación por duplicado.

La evaluación de la curva de datos brutos se realiza entonces con el programa de cálculo del aparato considerando la corrección de la luz dispersa y con adaptación automática de la línea de base.

20 El valor de ΔD<sub>50</sub> (FWHM) es la anchura de la curva de distribución del tamaño de agregado en la mitad de al altura pico. El valor D<sub>mode</sub> (valor modal) es el tamaño de agregado con la mayor frecuencia (pico máximo de la curva de distribución del tamaño de agregado). Los valores d<sub>10</sub>, d<sub>50</sub> y d<sub>90</sub> son los tamaños de agregado que se determinan a partir de la curva acumulativa en una proporción en volumen del 10 %, 50 % o del 90 %.

**Óxidos de superficie**

25 Para la caracterización y para la determinación cuantitativa de óxidos de superficie en la superficie de negro de carbono, es decir en este caso grupos funcionales que contienen oxígeno tales como grupos carboxilo, lactol y fenol.

La pesada de negro de carbono se me dirige al número de óxidos de superficie que han de esperarse. Como punto de referencia para la pesada puede recurrirse al contenido del negro de carbono en componentes volátiles (tabla 1).

Tabla 1:

Contenido de componentes volátiles en % en peso	Pesada de negro de carbono m <sub>E</sub> en g	Contenido de componentes volátiles en % en peso	Pesada de negro de carbono m <sub>E</sub> en g
1	5	16-17	1
2	4,5	18-19	0,9
3-6	4	20-23	0,8
7-9	3	24	0,7
10-11	2	25	0,6
12-15	1,5	26	0,5

30 La cantidad de negro de carbono indicada en la tabla 1 secada a 105 °C se pesa hasta 0,1 mg de manera exacta en un tubo de centrifuga y se mezcla con 25 ml (volumen V<sub>1</sub>) de una disolución de hidróxido sódico 0,05 m. La luz en el tubo de centrifuga a través de la muestra se aparta mediante nitrógeno, se cierra herméticamente el tubo de muestra, se coloca en un dispositivo de sujeción y se mezcla durante la noche en una máquina giratoria.

35 Tras finalizar el proceso de mezclado se vierte el contenido en otro tubo de centrifuga y se centrifuga al menos durante 1 min.

De la disolución sobrenadante se pipetea 10 ml (volumen V<sub>2</sub>) y se transfieren a un vaso de precipitados, se mezclan con 20 ml de una disolución de ácido sulfúrico 0,025 m y se llevan a ebullición brevemente para expulsar el carbonato.

A continuación se vuelven a titular las muestras con disolución de hidróxido de sodio 0,05 m hasta pH 6,5 (electrodo de pH). El consumo de la disolución de hidróxido de sodio corresponde a  $V_3$ .

De manera correspondiente debe prepararse una muestra blanco. Para la determinación del valor blanco se obtiene  $BW_3$  de manera análoga al consumo de NaOH.

- 5 Basándose en la pesada de negro de carbono  $m_E$ , los volúmenes  $V_{1,3}$  y  $BW_3$  se calcula el contenido en óxidos de superficie  $G$  en mmol/kg según la siguiente ecuación

$$G = \frac{V_1 \cdot (V_3 - BW_3)}{V_2 \cdot m_e} \cdot 0,05 \left[ \frac{mol}{l} \right] \cdot 1000$$

En esta fórmula significa:

- 10  $m_E$  pesada de negro de carbono en g,  
 $V_1$  volumen en ml de las disoluciones de reactivos (= 25 ml), que se añaden al negro de carbono,  
 $V_2$  volumen en ml de la disolución de muestra pipeteada (=10 ml),  
 $V_3$  consumo en ml de disolución de hidróxido de sodio para la titulación,  
 $BW_3$  consumo en ml de disolución de hidróxido de sodio para la titulación del valor blanco.

**Índice de negro relativo My y aportación de tono de color absoluta dM**

- 15 Descripción / realización

1. Preparación de los reactivos

Fórmula de diluyente

Componentes	en g	en % en peso
Xileno	1125	68,20
Etoxipropanol	225	13,63
Butanol	150	9,09
Baysilon OL 17, al 10 % en xileno	75	4,54
Butilglicol	75	4,54
<b>Total</b>	<b>1.650</b>	<b>100,00</b>

Fórmula de Baysilon

Componentes	en g	en % en peso
Baysilon OL 17	10	10
Xileno	90	90
<b>Total</b>	<b>100</b>	<b>100</b>

20

Componente A

Componentes	en g	en % en peso
Alkydal F 310, al 60 %	770	77
diluyente	230	23
<b>Total</b>	<b>1.000</b>	<b>100</b>

## Componente B

Componentes	en g	en % en peso
Maprenal MF800, al 55 %	770	77
Diluyente	230	23
<b>Total</b>	<b>1.000</b>	<b>100</b>

Los componentes de las 4 fórmulas se mezclan y se conservan en un recipiente adecuado.

## 2. Preparación de la laca negra

## 5 Fórmula de la laca negra para la determinación del índice de negro My:

Componentes	en g	en % en peso
Componente de laca transparente convencional A	27,3	65,3
Componente de laca transparente convencional B	12,7	30,4
Negro de carbono de pigmento	1,8	4,3
<b>Total</b>	<b>41,8</b>	<b>100</b>

Inicialmente se pesan los componentes de laca A y B en un vaso de precipitados PTFE, entonces se tara el negro de carbono de pigmento secado a 105 °C y se añaden 275 g de esferas de acero ( $\varnothing = 3$  mm) como cuerpos de molienda. Finalmente se dispersa la muestra en una mezcladora Skandex durante 30 minutos.

- 10 Tras el proceso de dispersión se sacan 1 - 2 ml de laca negra para obtener un trazo fino y se aplican en una tira de 5 cm de longitud y aproximadamente 1 cm de ancho sobre la placa portadora. Ha de prestarse atención de que en la tira de laca no se encuentre ninguna burbuja de aire. El rodillo para barnizar se coloca sobre la tira de laca y se extiende uniformemente sobre la placa. Se genera un trazo fino que tiene aproximadamente una longitud de 10 cm y una anchura de 6 cm. El trazo fino de laca debe airearse (en la retirada) al menos 10 minutos.
- 15 A continuación se quema la muestra en una secadora durante 30 minutos a 130 °C. Las muestras pueden medirse inmediatamente tras el enfriamiento o después. Las mediciones pueden realizarse con el aparato de medición: Pausch Q-Color 35, Software: WinQC+. La medición se realiza a través del tubo.

## 3. Cálculos

## 3.1 Fórmulas y constantes

## 20 3.1.1 Índice de negro independiente del tono de color My e índice de negro dependiente del tono de color Mc

A partir del valor del color normal Y de la medición (tipo de luz D65/10) se calcula inicialmente el índice de negro independiente del tono de color My (ecuación 1):

$$(1) \quad M_y = 100 \cdot \log\left(\frac{100}{Y}\right)$$

A continuación se calcula el índice de negro dependiente del tono de color (ecuación 2):

$$(2) \quad M_c = 100 \cdot \left( \log\left(\frac{X_n}{X}\right) - \log\left(\frac{Z_n}{Z}\right) + \log\left(\frac{Y_n}{Y}\right) \right)$$

25

$X_n / Z_n / Y_n$  (norma DIN 6174) = valores de color normal del origen del coordenadas, con respecto al tipo de luz y el observador (norma DIN 5033 / parte 7, tipo de luz D65/10°)

## ES 2 397 373 T3

$$X_n = 94,81 \quad Z_n = 107,34 \quad Y_n = 100,0$$

X / Y / Z = valores de color normal que se calculan a partir de las mediciones de los cuerpos de muestra.

### 3.1.2 Aportación de tono de color absoluta dM

A partir de los índices de negro Mc y My se calcula la aportación de tono de color absoluta dM (ecuación 3):

$$(3) \quad dM = Mc - My$$

5

#### **Ejemplo 1-10:**

Los ajustes para la preparación de los ejemplos para los negros de carbono según la invención y del ejemplo comparativo 6 están expuestos en la tabla 2. Se usa un dispositivo según la figura 1.

10 En los ejemplos según la invención y en el ejemplo comparativo 6 ascienden la temperatura de aire caliente a 310 °C y el contenido en hidrógeno del gas de sustentación al 92-99 % en volumen.

La distancia del quemador indicada en la tabla 2 describe la distancia del borde superior del tubo quemador, o sea el punto en el que sale la mezcla de vapor de aceite y gas de sustentación, hacia el borde superior de la hendidura de refrigeración refrigerada, que se extiende.

15 En la siguiente tabla 3 están representados los datos analíticos de los negros de carbono según la invención así como de un negro de carbono comparativo. Como negro de carbono comparativo (ejemplo 7 ) se usa el ejemplo 3 del documento WO 2005/033217.



Tabla 2:

Ejemplo	Dimensiones de hendidura altura:anchura	Anchura de hendidura b mm	Distancia del quemador [mm]	Aire caliente [Nm <sup>3</sup> /h]	Cantidad de gas de sustentación [Nm <sup>3</sup> /h]	Cantidad de vapor de aceite [kg/h]	Cantidad de gas de procedimiento [Nm <sup>3</sup> /h]	Velocidad de flujo [m/s]
1	12,5	4	171	9	3	3	650	22,6
2	25	2	181	14	4	3,2	650	45,1
3	25	2	171	14	3	3,2	650	45,1
4	25	2	181	18	4	3,2	650	45,1
5	33	1,5	181	17	4	3,2	650	60,2
6	12,5	4	171	9	4	3	250	8,7
(ejemplo comparativo)								

Tabla 3:

Ejemplo	BET [m <sup>2</sup> /g]	STSA [m <sup>2</sup> /g]	Componentes volátiles (950 °C) [%]	Valor de pH	Tono de color [%]	Óxidos de superficie [mmol/kg]	My de laca	dM de laca	(d <sub>90</sub> - d <sub>10</sub> ) /d <sub>50</sub>	FWHM /D <sub>mode</sub>
1	93,1	76,1	4,8	3	120,5	130	251	4,2	0,57	0,55
2	142,9	118,7	4,3	3,6	141,3	170	284	15	0,58	0,55
3	169,5	132,2	4,5	3,4	142,6	200	293	18,5	0,60	0,54
4	274	190,9	8,76	3,07	146,6	320	282	2,3	0,64	0,60
5	274,8	192,3	7,75	3,1	141,3	290	284	4,4	0,64	0,58
6 (ejemplo comparativo)	ensayo interrumpido debido al depósito de negro de carbono en la hendidura que se estrecha, refrigerada									
7 (ejemplo comparativo)	316,6	244,2	4,62	3,9		220	291	-0,8	1,35	0,63

## ES 2 397 373 T3

Los resultados muestran que los negros de carbono según la invención (ejemplos 1-5) tienen distribución del tamaño de agregado con una proporción  $(d_{90}-d_{10})/d_{50}$  inferior o igual a 1,1. La ventaja de los negros de carbono según la invención se muestra en un valor de dM de  $> 0,5$  y un tono de color azul superior que resulta de ello.

**REIVINDICACIONES**

1. Negro de carbono, **caracterizado porque** la distribución del tamaño de agregado tiene una proporción ( $d_{90}$ - $d_{10}$ )/ $d_{50}$  inferior o igual a 1,1.
- 5 2. Negro de carbono según la reivindicación 1, **caracterizado porque** la distribución del tamaño de agregado tiene una proporción de la semianchura (FWHM) con respecto a  $D_{mode}$  inferior o igual a 0,6.
3. Negro de carbono según la reivindicación 1 y 2, **caracterizado porque** el contenido de óxidos de superficie es superior a 50 mmol/kg.
- 10 4. Procedimiento para la fabricación de negro de carbono según la reivindicación 1, **caracterizado porque** una mezcla de gas que contiene un gas de sustentación y una sustancia bruta de negro de carbono se mezcla dado el caso con aire caliente, la mezcla de gas se conduce a un tubo quemador, la mezcla de gas se quema en los orificios del tubo quemador y las llamas junto con el aire ambiente extraído por succión libremente desde el exterior se extraen por succión a través de una hendidura que se estrecha refrigerada y se enfrían, en el que la hendidura que se estrecha refrigerada tiene una proporción de alturas (h) con respecto a anchuras (b) de 1-100, en el que la anchura se refiere al borde superior de la hendidura, la anchura (b) es de 0,5 mm a 10 mm y la velocidad de flujo en el punto más estrecho de la hendidura es de 10 - 200 m/s.
- 15 5. Dispositivo para la realización del procedimiento según la reivindicación 4 con un quemador y una superficie refrigerante contra la que está dirigida la llama, **caracterizado porque** la hendidura que se estrecha refrigerada tiene una proporción de alturas (h) con respecto a anchuras (b) de 1-100, en el que la anchura se refiere al borde superior de la hendidura, la anchura (b) es de 0,5 mm a 10 mm y la velocidad de flujo en el punto más estrecho de la hendidura es de 10 - 200 m/s.
- 20 6. Uso de los negros de carbono según la reivindicación 1 como carga, carga de refuerzo, estabilizador UV, negro de carbono conductor, pigmento o agente de reducción.
7. Uso de los negros de carbono según la reivindicación 1 en caucho, plástico, tintas de impresión, tintas, tintas para impresión por chorro de tinta, tóner, lacas, pinturas, papel, asfalto, hormigón y otros materiales de construcción.

25

