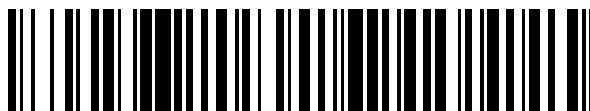


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 573 293**

51 Int. Cl.:

C09C 1/56 (2006.01)

B01J 8/24 (2006.01)

B01J 8/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.11.2008** **E 08858763 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.03.2016** **EP 2220173**

54 Título: **Procedimiento para el postratamiento de negro de carbón**

30 Prioridad:

12.12.2007 DE 102007060307

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

07.06.2016

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

STENGER, FRANK;
BERGEMANN, KLAUS y
NAGEL, MANFRED

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 573 293 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

Procedimiento para el postratamiento de negro de carbón

5 La invención se refiere a un procedimiento para el postratamiento de negro de carbón.

Los negros de carbón industriales pueden utilizarse en neumáticos para vehículos, artículos de goma técnicos, lacas, tóneres, tintas de impresión, plásticos, tintas y en muchos otros campos. En particular, en el empleo de negro de carbón como pigmento se mejoran determinadas características mediante un postratamiento del negro de carbón.

Un postratamiento del negro de carbón puede comprender, por ejemplo, una oxidación (JP 2000248196), un recubrimiento de superficies con grupos químicos (JP 09067528, DE 10242875, EP 655516 B1, JP 09124312), un secado (CN 1858531), una extracción (DE 3118907, JP 2000-290529), una activación por temperatura o gases reactivos (TW 394749 B, WO 2005/028978), un proceso CVD (Adv. Mater. 12(3) (2000), 16 - 20), un mezclado con otros polvos, un triturado (DE 200700373) y similares.

El postratamiento de negro de carbón puede realizarse en los más diversos aparatos y según los más diversos métodos. Por ejemplo, el postratamiento puede realizarse mediante reacción del negro de carbón con un líquido (EP 982379, JP 2000248118), un sólido (EP 1134261 A2) o un gas (JP 05078110 A). El postratamiento puede estar integrado en el proceso de producción, proporcionando sustancias reactivas a los filtros, los trayectos de transporte (JP 2000248196) o el peletizado (US 4075160). El postratamiento también puede realizarse en aparatos separados.

Un método para el postratamiento de negro de carbón es la utilización de capas turbulentas (GB 895990). La capa turbulenta permite, por ejemplo, un contacto muy intenso del negro de carbón con componentes en forma de gas, además puede enfriarse o calentarse, se entremezcla de manera intensa y puede llevarse a cabo de manera tanto discontinua como continua.

La generación de capas turbulentas con negro de carbón se limita a negros de carbón que, debido a sus propiedades especiales, como por ejemplo densidad aparente, superficie, estructura o tamaño de partícula principal, pueden ponerse en suspensión (fluidizarse) fácilmente.

Muchos negro de horno, y negros de horno de partícula especialmente grande, no forman capas turbulentas estables. Con frecuencia forman por ejemplo canales, por los que fluye el gas portador. Por lo tanto, para negros de horno se utilizan con frecuencia otras tecnologías para el postratamiento (JP 07-258578, JP 2001-040240), entre otras mediante reacción en un reactor con triturado antepuesto (JP 2004-075985).

Por el documento EP 1347018 se conoce un procedimiento para la producción de negro de carbón tratado posteriormente, en el que el negro de carbón se fluidiza en una capa turbulenta con la adición de agente de fluidización y se pone en contacto con un agente de postratamiento.

Además, por el documento DE 3041188 se conoce agitar un lecho de negro de carbón mientras se trata el negro de carbón con gases.

45 Se conoce además mejorar la puesta en suspensión de partículas mediante vibración (JP 03124772) o campos externos (WO 2005022667).

Se conoce mejorar la fluidización mediante adición de gases con peso molecular especialmente bajo (WO 00/009254).

Además, se conoce que pueden superarse parcialmente problemas de fluidización por medio de pulsación del flujo de gases (Wang, Chemical Engineering Science 60 (2005) 5177 - 5181).

Asimismo, por el documento WO 2005/028978 se conoce una capa turbulenta en la que se conduce un flujo de gas horizontalmente al interior de la capa turbulenta, para fluidizar suficientemente partículas finas.

Además se conoce que mediante la incorporación y la puesta en funcionamiento de boquillas de alta velocidad horizontales (con respecto al flujo de fluidización), pueden destruirse aglomerados en una capa turbulenta y triturarse partículas (Mc- Millan, Powder Technology, 175 (2007), 133 - 141).

Se conoce revestir o hacer reaccionar nanopartículas en estado fluidizado, cuando la fluidización de las nanopartículas fue posible de antemano mediante campos externos con tamaños de agregado en el intervalo de 50 - 1000 nm (WO 05/022667).

Por el documento EP0176707 se conoce un procedimiento para el tratamiento en varias fases de sólidos de partícula fina, en el que los gases de tratamiento individuales se alimentan a diversas zonas del recorrido de tratamiento.

5 Resulta desventajoso en los procedimientos conocidos la posibilidad frecuentemente limitada del postratamiento de negro de carbón debido a una fluidización insuficiente, la contaminación del negro de carbón al emplear un agente de fluidización adicional, el esfuerzo técnico, sobre todo por lo que respecta a instalaciones estancas a gases con el empleo de agitadores y generadores de vibración, la aplicabilidad limitada de campos externos sobre partículas no cargadas eléctricamente o no magnéticas, en parte la formación de granulados no deseados u otras compactaciones con agitadores.

Es un objetivo de la invención poner a disposición un procedimiento de postratamiento con el que negros de carbón, también aquéllos que normalmente no forman una capa turbulenta estable, puedan ponerse en capas turbulentas estables, sin agitador, agente de fluidización y/o campos externos, y puedan tratarse posteriormente en las mismas.

15 Es un objetivo de la invención un procedimiento para el postratamiento de negros de carbón, que está caracterizado por que se hace fluir un gas portador contra el negro de carbón en un aparato de capa turbulenta en la zona inferior del aparato, se introduce un flujo de gas adicional en el aparato de capa turbulenta y se trata posteriormente el negro de carbón en la capa turbulenta que se produce, introduciéndose el flujo de gas adicional con un ángulo de 91° a 20 180° con respecto a la dirección del flujo de gas principal de la capa turbulenta y no utilizándose ningún agente de fluidización.

En el postratamiento de negros de carbón en una capa turbulenta se hace fluir un flujo de gas portador contra el negro de carbón en la zona inferior del aparato. Las capas turbulentas pueden estar compuestas por partículas que se ponen en un estado fluido mediante un flujo de gas, haciendo fluir gases contra las mismas y poniéndolas en suspensión. Preferiblemente, las fuerzas de elevación del gas y los pesos de las partículas pueden mantenerse casi en equilibrio, de modo que la capa turbulenta tiene un borde superior definido. Sin embargo, las capas turbulentas también pueden hacerse funcionar de tal modo que partículas lanzadas hacia arriba se separan en un filtro, ciclón u otro separador adecuado y se devuelven al lecho turbulento. Las capas turbulentas también pueden hacerse funcionar como lecho fluidizado.

Para el postratamiento puede conducirse un componente reactivo al interior de la capa turbulenta.

El componente reactivo puede mezclarse con el gas portador o también conducirse por separado.

35 La alimentación del flujo de gas portador puede realizarse en la zona inferior del aparato a través de un fondo correspondientemente permeable a los gases, por ejemplo de metal sinterizado, malla de plástico, fondos con tornillos o fondos de Conidur, a través de boquillas o a través de aberturas de entrada de flujo tangenciales.

40 Como gas portador puede utilizarse por ejemplo aire, nitrógeno, argón o gases de escape de procesos de combustión.

El gas portador puede tener una temperatura de -20 a 500 °C, preferiblemente de 10 a 400 °C.

45 Según la invención, el flujo de gas adicional puede tener la misma o diferente composición a la del gas portador.

El flujo de gas adicional puede ser un componente reactivo en forma de gas, un gas inerte o mezclas de los mismos. Como gas inerte puede utilizarse nitrógeno, dióxido de carbono o argón. Como componente reactivo en forma de gas puede utilizarse por ejemplo hidrógeno, oxígeno, halógeno, óxido nítrico, silano, ácido fórmico, óxido de azufre y líquidos vaporizados. El componente reactivo en forma de gas puede servir al mismo tiempo para el postratamiento del negro de carbón.

55 El flujo de gas adicional puede introducirse preferiblemente con un ángulo de 120° a 180°, de manera especialmente preferente de 160° a 180°, de manera muy especialmente preferente de 180°, con respecto a la dirección del flujo de gas principal de la capa turbulenta. La dirección del flujo de gas principal de la capa turbulenta está dirigida desde la zona de entrada del gas portador hacia la zona de salida. La figura 1 muestra un posible ejemplo de la realización de un aparato de capa turbulenta y en la misma se aclara la dirección del flujo de gas principal.

El flujo de gas adicional puede tener una temperatura de -20 a 500 °C, preferiblemente de 10 a 400 °C.

60 El flujo de gas adicional puede ser de un 5 a un 60 % en volumen, preferiblemente un 25 – 35 % en volumen, del flujo de gas total en el lecho turbulento.

65 El flujo de gas adicional introducido puede estar pulsado. La pulsación puede producirse en forma semisinusoidal, rectangular o triangular. La duración del pulso puede ascender a de 0,1 s a 1 h, preferiblemente de 1 s a 15 min, de manera especialmente preferente de 10 s a 1 min. El tiempo entre pulsos puede ascender a de 0,1 s a 1 h,

preferiblemente de 1 s a 15 min, de manera especialmente preferente de 10 s a 1 min.

El flujo de gas adicional puede introducirse de manera céntrica o excéntrica.

- 5 El flujo de gas adicional puede introducirse mediante boquillas. Como boquillas para el flujo de gas adicional pueden utilizarse boquillas con ángulos de apertura entre 0° y 140°, preferiblemente entre 0° y 90°. Los diámetros utilizados de las aberturas de boquilla pueden variar entre 0,05 mm y 5 mm, preferiblemente entre 0,07 mm y 1 mm, y de manera especialmente preferente entre 0,1 mm y 0,75 mm.
- 10 Como boquillas pueden utilizarse boquillas de uno o varios componentes.

Como boquillas pueden utilizarse boquillas de cono macizo, de cono hueco, de chorro plano y de chorro liso.

Las boquillas pueden penetrar con distintas profundidades en el lecho de negro de carbón. La distancia de las boquillas por encima del fondo por el que entra el flujo de gas portador puede variar entre 2 y 1500 mm. La distancia de las boquillas por encima del fondo por el que entra el flujo de gas portador puede ascender a entre el 5 % y el 120 % del diámetro del reactor.
- 15 El flujo de gas adicional introducido puede distribuirse entre varios puntos de salida.
- 20 El flujo de gas adicional puede dirigirse preferiblemente en contra de la dirección del flujo de gas principal de la capa turbulenta. Tanto el gas portador como, sobre todo, el flujo de gas adicional pueden también orientarse de tal modo que den lugar a, por ejemplo, una torsión, un flujo de retorno o un flujo cortante.
- 25 A través de la cantidad del flujo de gas adicional puede ajustarse, para negros de carbón difíciles de fluidizar, la formación del lecho turbulento completo. Una interrupción del flujo de gas adicional puede provocar una caída del lecho turbulento.
- 30 Como negro de carbón pueden utilizarse negro de horno, negro de gas, negro de canal, negro de lámpara, negro térmico, negro de acetileno, negro de plasma, negro de inversión, conocidos por el documento DE 195 21 565, negro de carbón con contenido de Si, conocido por los documentos WO 98/45361 o DE 19613796, o negro de carbón con contenido de metal, conocido por el documento WO 98/42778, negro de arco eléctrico y negros de carbón que son productos secundarios de procesos de producción químicos. El negro de carbón puede modificarse mediante reacciones situadas previamente.
- 35 Pueden utilizarse negros de carbón que se emplean como cargas de refuerzo en mezclas de caucho.

Pueden utilizarse negros de carbón para tintes.
- 40 Otros negros de carbón pueden ser: negro de carbón de alta conductividad, negro de carbón para la estabilización de UV, negro de carbón como carga en otros sistemas distintos del caucho, como por ejemplo en bitumen, plástico, negro de carbón como agente de reducción, en metalurgia.
- 45 Preferiblemente puede utilizarse como negro de carbón un negro de horno o de gas, de manera en cierta medida preferente para la invención, un negro de horno.

El negro de carbón puede tener un valor DBP (ASTM D 2414) entre 30 y 425 ml/100 g, de manera preferente entre 35 y 250 ml/100 g, de manera especialmente preferente entre 40 y 150 ml/100 g, de manera muy especialmente preferente entre 45 y 110 ml/100 g.
- 50 El negro de carbón puede tener una superficie BET (ASTM D 4820) entre 20 y 1200 m²/g, de manera preferente entre 22 y 600 m²/g, de manera especialmente preferente entre 29 y 300 m²/g, de manera muy especialmente preferente entre 30 y 150 m²/g. El negro de carbón puede presentar un tamaño de agregado promedio de 20 nm a 2000 nm, preferiblemente de 22 nm a 620 nm, de manera especialmente preferente de 40 nm a 300 nm.
- 55 Los tamaños de agregado se determinan como consecuencia de una medición de la distribución de tamaños de agregado. La distribución de tamaños de agregado se determina según la norma ISO 15825, primera edición, 2004-11-01, aplicando las siguientes modificaciones:
- 60 Adición en el párrafo 4.6.3 de la norma ISO 15825: la moda se refiere a la curva de distribución de masas (*mass distribution curve*).
- 65 Adición en el párrafo 5.1 de la norma ISO 15825: Se emplea el aparato BI-DCP Particle Sizer y el correspondiente software de evaluación dcpw32, versión 3.81, que pueden obtenerse de la empresa Brookhaven Instruments Corporation, 750 Blue Point Rd., Holtsville, NY, 11742.
Adición al párrafo 5.2 de la norma ISO 15825: Se emplea el aparato de control de ultrasonidos GM2200, el

convertidor de sonido UW2200, así como el sonotrodo DH13G. Tanto el aparato de control de ultrasonidos como el convertidor de sonido y el sonotrodo pueden obtenerse de la empresa Bandelin electronic GmbH & Co. KG, Heinrichstraße 3-4, D-12207 Berlín. A este respecto, en el aparato de control de ultrasonidos se ajustan los siguientes valores: *power* (potencia) % = 50, *cycle* (ciclo) = 8. Esto corresponde a una potencia nominal ajustada de 100 vatios y un pulso ajustado del 80 %.

Adición al párrafo 5.2.1 de la norma ISO 15825: La duración de los ultrasonidos se establece en 4,5 minutos.

A diferencia de la definición indicada en el párrafo 6.3 de la norma ISO 15825, "Surfactant" se define tal como sigue: "Surfactant" es un tensioactivo aniónico de tipo Nonidet P 40 Substitute de la empresa Fluka, que puede obtenerse de Sigma-Aldrich Chemie GmbH, Industriestrasse 25, CH-9471 Buchs SG, Suiza.

A diferencia de la definición de líquido de espines indicada en el párrafo 6.5 de la norma ISO 15825, el líquido de espines se define tal como sigue: Para la preparación del líquido de espines se introducen 0,25 g del tensioactivo Nonidet P 40 Substitute de Fluka (párrafo 6.3) con agua desmineralizada (párrafo 6.1) hasta llegar a 1000 ml. A continuación se ajusta el valor de pH de la solución con una solución de NaOH a 0,1 mol/l hasta 9-10. Tras su preparación, el líquido de espines debe usarse como máximo 1 semana.

A diferencia de la definición de líquido de dispersión indicada en el párrafo 6.6 de la norma ISO 15825, el líquido de dispersión se define tal como sigue: Para la preparación del líquido de dispersión se introducen 200 ml de etanol (párrafo 6.2) y 0,5 g de tensioactivo Nonidet P 40 Substitute de Fluka (párrafo 6.3) con agua desmineralizada (párrafo 6.1) hasta llegar a 1000 ml. A continuación se ajusta el valor de pH de la solución con una solución de NaOH a 0,1 mol/l hasta 9-10. Tras su preparación, el líquido de dispersión de usarse como máximo 1 semana.

Para negros de carbón especialmente difíciles de dispersar se utilizan, a diferencia de la recomendación anterior, 2,5 g de tensioactivo.

Adición al párrafo 9 de la norma ISO 15825: El valor para la densidad de negro de carbón que ha de inscribirse asciende a 1,86 g/cm³. La temperatura para la temperatura que ha de inscribirse se determina según el párrafo 10.11. Para el tipo de líquido de espines se selecciona la opción "aqueous" (acuoso). Con ello se obtiene para la densidad del líquido de espines un valor de 0,997 (g/cc), y para la viscosidad del líquido de espines un valor de 0,917 (cP). La corrección de la dispersión luminosa se realiza con las opciones seleccionables en el software dcplw 32: archivo= carbon.prm; Mie-Correction.

Adición al párrafo 10.1 de la norma ISO 15825: La velocidad de la centrífuga se establece en 11000 r/min. Adición al párrafo 10.2 de la norma ISO 15825: En lugar de 0,2 cm³ de etanol (párrafo 6.2) se inyectan 0,85 cm³ de etanol (párrafo 6.2).

Adición al párrafo 10.3 de la norma ISO 15825: Se inyectan exactamente 15 cm³ de líquido de espines (párrafo 6.5). A continuación se inyectan 0,15 cm³ de etanol (párrafo 6.2).

La instrucción del párrafo 10.4 de la norma ISO 15825 se elimina en su totalidad.

Adición al párrafo 10.7 de la norma ISO 15825: Inmediatamente tras el inicio del registro de datos se superponen 0,1 cm³ de dodecano sobre el líquido de espines en la centrífuga (párrafo 6.4).

Adición al párrafo 10.10 de la norma ISO 15825: Para el caso en el que la curva de medición no vuelve a alcanzar la línea base en el plazo de una hora, la medición se lleva a cabo hasta que la curva de medición vuelve a alcanzar la línea base. Sin embargo, si la curva de medición discurre muy pegada a la línea base en paralelo a la línea base, la medición se termina tras 10 minutos con un recorrido paralelo de la curva de medición y la línea base.

Adición al párrafo 10.11 de la norma ISO 15825: En lugar del método descrito en la instrucción para la determinación de la temperatura de medición, la temperatura de medición T, que ha de inscribirse en el programa informático, se determina tal como sigue:

$$T = 2/3 (T_e - T_a) + T_a,$$

designando T_a la temperatura de la cámara de medición antes de la medición y T_e la temperatura de la cámara de medición después de la medición. La diferencia de temperatura no debería superar los 4 °C.

El negro de carbón puede compactarse previamente. La densidad aparente (DIN 53600) del negro de carbón puede variar a este respecto entre 0,03 y 1 kg/l, de manera preferente entre 0,05 y 0,5 kg/l.

El negro de carbón puede granularse. El negro de carbón granulado puede granularse en mojado, en seco, en aceite y/o en cera.

5 Como líquido de granulación pueden utilizarse agua, silano o hidrocarburos, por ejemplo bencina o ciclohexano, con o sin adición de aglutinantes, por ejemplo melaza, azúcar, sulfonato de lignina así como otras numerosas sustancias solas o en combinación entre sí.

10 El granulado puede situarse en el intervalo de tamaño de partícula (ASTM D 1511) entre 0,1 μm y 5 mm, preferiblemente entre 50 μm y 5 mm.

Como negro de carbón también pueden utilizarse mezclas de negro de carbón.

El procedimiento según la invención puede realizarse sin fuente de vibración.

15 El procedimiento según la invención puede realizarse sin agitador.

El agente de postratamiento puede ser un agente de oxidación, un agente de secado o un agente de extracción.

20 Como agente de oxidación puede utilizarse aire, oxígeno, ozono, óxido nítrico, peróxido de hidrógeno y otros gases o vapores oxidantes.

Como agente de extracción puede usarse aire, gases inertes, por ejemplo nitrógeno, vapor de agua o mezclas aire/vapor de agua. El agente de extracción puede eliminar del negro de carbón compuestos adsorbidos.

25 El agente de postratamiento puede ser un gas reactivo, como por ejemplo amoníaco, trióxido de azufre, fosfano, cloro o ácido cianhídrico.

El postratamiento puede ser un secado.

30 El secado puede realizarse mediante gases secados previamente. Los gases secados previamente pueden calentarse. Los gases secados previamente pueden ser aire, nitrógeno, argón o gases de escape de la combustión, por ejemplo gas de cola quemado del proceso de negro de carbón.

35 Para el secado puede calentarse externamente el aparato utilizado.

El postratamiento puede ser una activación de la superficie por temperatura o una combinación de temperatura y por ejemplo vapor de agua.

40 El postratamiento puede representar una deposición química en fase de vapor (*chemical vapor deposition*) que tiene lugar en la capa turbulenta.

El agente de postratamiento puede introducirse en la capa turbulenta a través del flujo de gas portador, a través del flujo de gas adicional o a través de una combinación de ambos. El agente de postratamiento puede introducirse a través de una fuente de alimentación adicional.

45 El postratamiento puede realizarse a temperaturas de 0 °C a 1200 °C.

50 Si como agente de postratamiento se utiliza ozono, la temperatura puede ascender preferiblemente a de 10 °C a 100 °C.

Si como agente de postratamiento se utiliza NO_x, la temperatura puede ascender preferiblemente a 100-300 °C.

55 Si como agente de postratamiento se utiliza aire/vapor de agua, la temperatura puede ascender preferiblemente a de 300 °C a 600 °C. Si como agente de postratamiento se utiliza vapor de agua, la temperatura puede ascender preferiblemente a 800-1100 °C.

60 El tiempo de permanencia promedio del negro de carbón en el aparato de capa turbulenta puede ascender a de 1 minuto a 10 horas, preferiblemente de 1 a 5 horas. La cantidad de agente de postratamiento puede ascender a de 1 mg/g de negro de carbón a 10 g/g de negro de carbón.

El agente de postratamiento puede introducirse precalentado en la capa turbulenta.

La capa turbulenta puede hacerse funcionar de manera discontinua o continua.

65 El negro de carbón producido con el procedimiento según la invención puede someterse, a continuación, a evacuación por soplado con, por ejemplo, aire o nitrógeno, para eliminar el agente de postratamiento sobrante. La

evacuación por soplado puede realizarse en la capa turbulenta o fuera de ella. Los tiempos de evacuación por soplado pueden ascender a de 5 minutos a 10 h, preferiblemente de 30 minutos a 2 h. La temperatura de evacuación por soplado puede ascender a de 20° a 300 °C, preferiblemente de 50° a 200 °C.

Los negros de carbón tratados posteriormente, producidos mediante el procedimiento según la invención, pueden utilizarse como carga, carga de refuerzo, estabilizador UV, negro de carbón de alta conductividad o pigmento. Los negros de carbón tratados posteriormente, producidos mediante el procedimiento según la invención, pueden utilizarse en caucho, plástico, tintas de impresión, tintas, tintas para impresión por chorro de tinta, tóneres, lacas, tintes, papel, betún, hormigón y otros materiales de construcción. Los negros de carbón tratados posteriormente, producidos mediante el procedimiento según la invención, pueden utilizarse como agentes de reducción en metalurgia.

Los negros de carbón tratados posteriormente, producidos mediante el procedimiento según la invención, pueden utilizarse preferiblemente como negros de carbón para pigmentos.

La figura 2 muestra una posible construcción esquemática de un aparato de capa turbulenta.

El procedimiento según la invención tiene la ventaja de que los negros de carbón difíciles de fluidizar, por ejemplo negros de horno, sin adición de agentes de fluidización, agitadores, unidades de vibración, campos externos o similares en una capa turbulenta, pueden tratarse posteriormente de manera adecuada. Mediante el uso de un flujo de gas adicional puede obtenerse una capa turbulenta estable.

Ejemplos

Para los ejemplos se usan los negros de carbón indicados en la tabla 1. El negro de carbón A puede obtenerse con la denominación XPB 171, el negro de carbón B con la denominación Printex 60 y el negro de carbón C con la denominación Printex 55 de la empresa Evonik Degussa GmbH.

Tabla 1

Negro de carbón		Negro de carbón A	Negro de carbón B	Negro de carbón C
BET (ASTM D4820)	m ² /g	660	115	110
DBP (ASTM 2414)	ml/100 g	102	114	46
Componentes volátiles a 950 °C (DIN 53552)	% en peso	2	1	0,9
Valor de pH (DIN EN ISO 787-9)		7,5	10	9

Ejemplo 1 (Ejemplo comparativo)

Se introducen 600 g de negro de carbón B en un aparato de capa turbulenta con 15 cm de diámetro y 150 cm de altura. La carga tiene 23 cm de altura. Se hacen fluir 500 o 1000 l/h de aire contra el negro de carbón a través de un fondo de metal sinterizado. No se forma ninguna capa turbulenta estable y en lugar de ello se producen uno o varios canales en el lecho de negro de carbón, por los que fluye el aire y se proyectan partículas de negro de carbón a modo de volcán en un punto. No puede tener lugar un postratamiento homogéneo.

Ejemplo 2

Se introducen 600 g de negro de carbón B en un aparato de capa turbulenta con 15 cm de diámetro y 150 cm de altura. La carga tiene 23 cm de altura. El negro de carbón tiene una densidad aparente (DIN 53600) de 148 g/l. Se hacen fluir 500 l/h de aire contra el negro de carbón a través de un fondo de metal sinterizado. Además se introducen 500 l/h de aire por una boquilla que se encuentra, en la carga, en el medio (en contra de la dirección del flujo de gas principal) y a 11 cm por encima del fondo de metal sinterizado.

Se forma una capa turbulenta estable, en ocasiones ligeramente burbujeante, con delimitación claramente visible por arriba.

La carga de negro de carbón se expande de los 23 cm de altura originales hasta dar lugar a una capa turbulenta de 123 cm de altura.

La boquilla usada es de tipo Schlick 121.

El negro de carbón introducido tiene un contenido de componentes volátiles a 950 °C de un 1,1 %.

La capa turbulenta se calienta hasta 150 °C mediante un calentador eléctrico y se añaden al gas portador alimentado 30 l/h de NO₂. De este modo el negro de carbón se oxida. La oxidación continúa durante 70 minutos. Para eliminar el

NO² restante, el negro de carbón se somete a evacuación por soplado tras la oxidación durante una 1 h.

5 Durante el postratamiento, sobre todo en caso de temperaturas elevadas, los flujos de gas se reducen temporalmente, para que no se extraiga negro de carbón del aparato. A 180 °C sólo se necesitan todavía 250 l/h de gas portador y 150 l/h de flujo de gas adicional.

Tras la oxidación, el negro de carbón tiene una densidad aparente de 52 g/l y presenta un grado de oxidación de un 3,6 % de componentes volátiles a 950 °C.

10 Ejemplo 3 (Ejemplo comparativo)

Se introducen 650 g de un negro de carbón A en un aparato de capa turbulenta con 15 cm de diámetro y 150 cm de altura. La carga tiene 41 cm de altura. Se hacen fluir 450 o 900 l/h de aire contra el negro de carbón a través de un fondo de metal sinterizado. No se forma ninguna capa turbulenta estable y en lugar de ello se levanta polvo de manera irregular. No puede tener lugar un postratamiento homogéneo.

Ejemplo 4

20 Se introducen 650 g de un negro de carbón A en un aparato de capa turbulenta con 15 cm de diámetro y 150 cm de altura. La densidad aparente asciende a 90 g/l. La carga tiene 41 cm de altura. Se hacen fluir 450 l/h de aire contra el negro de carbón a través de un fondo de metal sinterizado. Además se introducen 450 l/h de aire por una boquilla que se encuentra, en la carga, en el medio (en contra de la dirección del flujo de gas principal) y a 11 cm por encima del fondo.

25 Se forma una capa turbulenta estable con superficie lisa.

La carga de negro de carbón se expande de los 41 cm de altura originales hasta dar lugar a un lecho turbulento de 130 cm de altura.

30 La boquilla usada es de tipo Schlick 121.

El negro de carbón introducido tiene un contenido de componentes volátiles a 950 °C de un 2 %.

35 En 0,45 m³/h del flujo de gas total se generan 50 g/m³ de ozono, que conduce a la oxidación del negro de carbón. Tras 6,5 h, el negro de carbón presenta un grado de oxidación del 7,5% de componentes volátiles a 950 °C.

A medida que aumenta la duración de la reacción, el negro de carbón se calienta y el flujo de adición puede reducirse temporalmente hasta 250 l/h.

40 Tras la oxidación, el negro de carbón tiene una densidad aparente de 45 g/l.

Al interrumpir el flujo de adición (al final del postratamiento), la fluidización del negro de carbón se desploma.

Ejemplo 5 (Ejemplo comparativo)

45 Se introducen 60 g de negro de carbón C en un aparato de capa turbulenta con 8 cm de diámetro y 70 cm de altura. La carga tiene 10 cm de altura. Se hacen fluir 600 o 900 l/h de aire contra el negro de carbón a través de un fondo de malla de plástico. No se forma ninguna capa turbulenta estable y en lugar de ello se producen uno o varios canales en el lecho de negro de carbón, por los que fluye el aire y se proyectan partículas de negro de carbón a modo de volcán en un punto.

Ejemplo 6

55 Se introducen 60 g de negro de carbón C en un aparato de capa turbulenta con 8 cm de diámetro y 70 cm de altura. La carga tiene 10 cm de altura. Se hacen fluir 600 l/h de aire secado contra el negro de carbón a través de un fondo de malla de plástico. Además se introducen 300 l/h de aire por una boquilla que se encuentra, en la carga, en el medio (en contra de la dirección del flujo de gas principal) y a 5 cm por encima del fondo de entrada de flujo. Se forma una capa turbulenta estable, en ocasiones ligeramente burbujeante, con una delimitación claramente visible por arriba. La carga de negro de carbón se expande desde los 10 cm de altura originales hasta dar lugar a un lecho turbulento de 34 cm de altura. La boquilla usada es de tipo Lechler 212 124.

El negro de carbón tiene inicialmente una humedad (ASTM D 1509) del 1,6 %. El aire mencionado anteriormente fluye a través del mismo durante 24 h y el aparato de capa turbulenta se calienta desde fuera.

65 Tras el secado, el negro de carbón tiene una humedad del 0,7 %.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para el postratamiento de negro de carbón, **caracterizado por que** se hace fluir un gas portador contra el negro de carbón en un aparato de capa turbulenta en la zona inferior del aparato, se introduce un flujo de gas adicional en el aparato de capa turbulenta y se trata posteriormente el negro de carbón en la capa turbulenta que se produce, introduciéndose el flujo de gas adicional con un ángulo de 91° a 180° con respecto a la dirección del flujo de gas principal de la capa turbulenta y no utilizándose ningún agente de fluidización.
2. Procedimiento para el postratamiento de negro de carbón según la reivindicación 1, **caracterizado por que** como negro de carbón se utiliza negro de horno, negro de gas, negro de canal, negro de lámpara, negro térmico, negro de acetileno, negro de plasma, negro de carbón que contiene Si, negro de carbón que contiene metal, negro de arco eléctrico o negro de inversión.
3. Procedimiento para el postratamiento de negro de carbón según la reivindicación 1, **caracterizado por que** no se utiliza ningún agitador ni ninguna vibración.
4. Procedimiento para el postratamiento de negro de carbón según la reivindicación 1, **caracterizado por que** como agente de postratamiento se utiliza un agente de oxidación, un agente de secado o un agente de extracción.
5. Procedimiento para el postratamiento de negro de carbón según la reivindicación 4, **caracterizado por que** como agente de oxidación se utilizan ozono o gases que contienen NO_x.
6. Procedimiento para el postratamiento de negro de carbón según la reivindicación 4, **caracterizado por que** como agente de extracción se utilizan aire o mezclas de aire/vapor de agua.
7. Procedimiento para el postratamiento de negro de carbón según la reivindicación 1, **caracterizado por que** se acciona la capa turbulenta de manera continua.
8. Procedimiento para el postratamiento de negro de carbón según la reivindicación 4, **caracterizado por que** el agente de postratamiento sobrante se evacua mediante soplado con aire o nitrógeno.

Figura 1

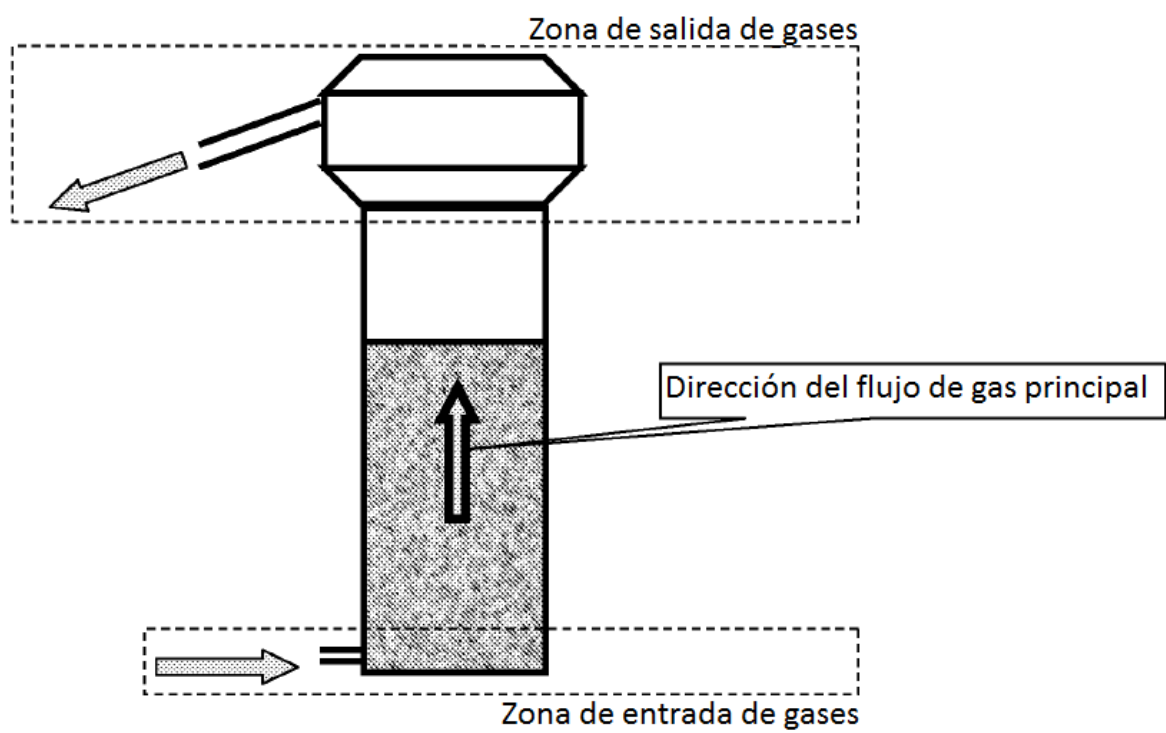


Figura 2

