

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 733 444**

51 Int. Cl.:

C09C 1/56 (2006.01)

C09C 1/48 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.03.2013 PCT/IN2013/000208**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.11.2013 WO13175488**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.03.2013 E 13753350 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.04.2019 EP 2831182**

54 Título: **Un procedimiento para obtener polvo de negro de carbón con contenido reducido de azufre**

30 Prioridad:

30.03.2012 IN 1018MU2012

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

29.11.2019

73 Titular/es:

**ADITYA BIRLA SCIENCE AND TECHNOLOGY
COMPANY PRIVATE LIMITED (100.0%)
Aditya Birla Centre, 2nd Floor, 'C' Wing, S.K.
Ahire Marg, Worli
Mumbai - 400 025, Maharashtra, IN**

72 Inventor/es:

**CHAVAN SANDEEP VASANT;
KINI HARSHAD RAVINDRA y
GUPTA SHOBHIT**

74 Agente/Representante:

CONTRERAS PÉREZ, Yahel

ES 2 733 444 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

Un procedimiento para obtener polvo de negro de carbón con contenido reducido de azufre

5 **Campo de la divulgación**

La presente divulgación se refiere a un procedimiento para preparar polvos de negro de carbón.

Más en particular, la divulgación se refiere a un procedimiento para obtener polvo de negro de carbón con bajo contenido de azufre.

Antecedentes

El negro de carbón es una forma de carbono finamente dividida, producida por la combustión incompleta de productos pesados del petróleo como el alquitrán FCC, el alquitrán de hulla, el alquitrán de craqueo de etileno y en pequeñas cantidades de aceite vegetal. Se compone esencialmente de carbono elemental en forma de partículas semiesféricas, coloidales, unidas entre sí y formando principalmente agregados de partículas. El negro de carbón es una forma de carbono amorfo que tiene una alta relación de área superficial a volumen. Los polvos de negro de carbón (NH) tienen una variedad de aplicaciones que van desde neumáticos hasta electrodos, pigmentos, cosméticos, plásticos, pinturas, etc. Sin embargo, el grado del polvo requerido en cada una de estas aplicaciones es diferente en términos de estructura y composición. Uno de los requisitos principales para las aplicaciones especializadas es la alta pureza de los polvos de negro de carbón en términos de contenido de azufre, así como la contaminación de otros iones metálicos. Uno de los problemas inherentes a la fabricación del negro de carbón es el contenido total de azufre en las materias primas, que no solo crea riesgos ambientales durante los procedimientos de combustión de los aceites, sino que también se transmite con los polvos finales del negro de carbón. La presencia de azufre en el producto final es perjudicial para la calidad, especialmente para aplicaciones especializadas.

La alimentación del negro de carbón o la materia prima del negro de carbón habitualmente contiene alrededor del 1-4 % de azufre. Aproximadamente el 40 % de este azufre se retiene en el producto final de negro de carbón durante los procedimientos de fabricación, lo que equivale a aproximadamente del 1,0 al 1,5 % de azufre. Esta alta impureza del azufre es perjudicial para aplicaciones particularmente como pigmentos, electrodos industriales, capas de base, recubrimientos conductores, etc. En la industria de plásticos aislantes, existe la necesidad de un negro de carbón con bajo contenido de azufre para mejorar la capacidad de aislamiento de la sustancia y hacer que su superficie sea más uniforme. Esencialmente, el contenido de azufre requerido es inferior al 0,75 % según los estándares de la industria.

La técnica anterior describe diversos métodos para la eliminación de azufre, tales como hidrodesulfuración, adsorción, extracción con disolventes, tratamiento bioenzimático, oxidación, etc. Sin embargo, estos procedimientos son aplicables a la eliminación de azufre de aceites petroquímicos y combustibles líquidos en general.

El procedimiento para la eliminación de azufre de los aceites de petróleo se basa en el tratamiento del aceite con un metal alcalino, especialmente el sodio metálico como agente desulfurante. En este procedimiento, el azufre se elimina principalmente como sulfuro metálico en lugar de la eliminación de toda la molécula que contiene azufre. El sodio metálico se usa generalmente como metal puro o como aleación, apoyado en especies inertes o disuelto en amoníaco. En algunos procedimientos, se utilizan otros compuestos basados en sodio, como NaHS, NaNH₂ para la desulfuración. Sin embargo, estos procedimientos de desulfuración basados en sodio llevan asociados limitaciones como el bajo rendimiento del aceite de alimentación desulfurado, la formación de grandes cantidades de lodo insoluble, el requerimiento de hidrógeno y los problemas de seguridad. La alta viscosidad inherente de los aceites pesados y los residuos de petróleo dificulta las operaciones de procesamiento y separación antes y después del procedimiento de desulfuración. Por lo tanto, hay una pérdida sustancial de aceite de alimentación durante el procedimiento, especialmente durante la filtración o separación. Además, muchos de los procedimientos basados en sodio metálico para el tratamiento de aceite utilizan hidrógeno a altas presiones en combinación con el sodio metálico para desulfuración.

El documento WO 02/48041 A1 describe un aparato y un método para recuperar el negro de carbón de los subproductos de pirólisis, y en particular un método para eliminar partículas de azufre del negro de carbón producido por un sistema de pirólisis de caucho de desecho. El azufre está en forma de partículas físicas y no está en combinación química con el negro de carbón. Se propone eliminar estas partículas de azufre mediante un procedimiento de extracción con disolvente, es decir, disolverlo de la alimentación de carbono utilizando un disolvente como tolueno, secarlo y eliminarlo como desecho de sólidos de azufre.

La patente JP 2012 012450 A describe el suministro de un componente de bajo olor que usa negro de carbón. Específicamente, se describe el tratamiento de una alimentación de negro de carbón a base de petróleo con una solución acuosa de hidróxido de sodio para reducir el contenido de azufre antes de preparar el negro de carbón.

La patente US 3.787.315 A describe reservas de aceite de petróleo de bajo contenido de azufre preparadas al poner en contacto una reserva de aceite que contiene azufre con un metal alcalino.

De forma similar, la patente US 4.003.824 A describe la desulfuración de alimentaciones de aceite de petróleo que contienen azufre con hidróxido de sodio en presencia de hidrógeno, a temperaturas elevadas.

Los procedimientos mencionados anteriormente en la bibliografía para reducir el contenido de azufre están dirigidos a los aceites crudos o para la graduación de aceite pesado. Sin embargo, ninguno de estos procedimientos se ha intentado para la desulfuración de materiales sólidos como los polvos de negro de carbón. Hasta ahora no se ha explorado la eliminación de azufre de los materiales en polvo sólido, como el negro de carbón, utilizando desulfuración a base de sodio.

Por lo tanto, existe la necesidad de desarrollar un procedimiento para reducir el azufre del polvo de negro de carbón utilizando una tecnología de desulfuración basada en sodio.

Objetos

Algunos de los objetos de la presente divulgación, que al menos satisfacen una de las realizaciones en el presente documento, son los siguientes: Es un objeto de la presente divulgación proporcionar un procedimiento viable para obtener polvo de negro de carbón con un contenido de azufre inferior al 0,07 %.

Otro objeto de la presente divulgación es proporcionar un procedimiento para obtener polvo de negro de carbón con un contenido de azufre inferior al 0,07 %, donde el procedimiento se lleva a cabo en ausencia de hidrógeno y condiciones de presión externa.

Sumario

De acuerdo con la presente divulgación, se proporciona un procedimiento como se define en las reivindicaciones para obtener polvo de negro de carbón con un contenido de azufre de menos del 0,07 %, dicho procedimiento comprendiendo:

reaccionar, a una temperatura y presión predeterminadas, polvo de negro de carbón que tiene un contenido de azufre en el intervalo del 1-2 % con un metal alcalino o sal del mismo, en un medio fluido, para formar una mezcla reaccionada que contiene un derivado de sulfuro alcalino y polvo de negro de carbón con un contenido de azufre de menos del 0,07 %; y

aislar el derivado de sulfuro alcalino de dicha mezcla para obtener polvo de negro de carbón con un contenido de azufre de menos del 0,07 %.

En una realización preferida de la presente divulgación, el metal alcalino o la sal del mismo se dispersa en el medio fluido, antes de reaccionar con el polvo de negro de carbón.

Habitualmente, la reacción se lleva a cabo bajo agitación continua.

Habitualmente, el metal alcalino es un metal de sodio.

Habitualmente, la sal alcalina es hidróxido de sodio.

El medio fluido comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en tolueno, xileno, hexano, heptano, gasolina, queroseno, petróleo crudo, petróleo residual, amoníaco, hidrógeno gas y nitrógeno gas.

Habitualmente, el medio fluido consiste en xileno.

Habitualmente, la presión predeterminada está en el intervalo de 170,3 kPa (10 psig) a 3548,7 kPa (500 psig), más preferiblemente de 197,9 kPa (14 psig) a 446,1 kPa (50 psig).

Habitualmente, la temperatura predeterminada está en el intervalo de 50 °C a 500 °C, más preferiblemente de 250 °C a 350 °C.

Habitualmente, el derivado de sulfuro alcalino se aísla de dicha mezcla tratando dicha mezcla con agua a una temperatura en el intervalo de 30 °C a 100 °C.

Descripción detallada

Las realizaciones en este documento y las diversas características y detalles ventajosos de las mismas se explican con referencia a las realizaciones no limitantes en la siguiente descripción. Las descripciones de componentes bien conocidos y las técnicas de procesamiento se omiten para no oscurecer innecesariamente las realizaciones de este

documento. Los ejemplos utilizados en este documento simplemente pretenden facilitar una comprensión de las formas en que se pueden poner en práctica las realizaciones en este documento y además permitir a los expertos en la materia poner en práctica las realizaciones en este documento. Por consiguiente, los ejemplos no deben interpretarse como limitantes del alcance de las realizaciones de este documento.

- 5 La descripción que sigue a continuación, de las realizaciones específicas revelará de manera completa la naturaleza general de las realizaciones en este documento, que otras personas pueden, mediante la aplicación de los conocimientos actuales, modificar y/o adaptar fácilmente para diversas aplicaciones, dichas realizaciones específicas sin apartarse del concepto genérico, y por lo tanto, dichas adaptaciones y modificaciones deben y están destinadas a estar comprendidas dentro del significado y rango de equivalentes de las realizaciones descritas. Debe
- 10 entenderse que la fraseología o terminología empleada en este documento sirve para fines de descripción y no de limitación. Por lo tanto, aunque las realizaciones en este documento se han descrito en términos de realizaciones preferidas, los expertos en la materia reconocerán que las realizaciones en este documento pueden ponerse en práctica con modificaciones dentro del espíritu y alcance de las realizaciones como se describe en este documento.
- 15 El término "medio fluido" como se describe en la presente divulgación define un medio, que es un líquido, gas o mezcla de ambos, para llevar a cabo el procedimiento como se describe en el presente documento.

La presente divulgación proporciona un procedimiento para reducir el azufre del polvo de negro de carbón, a fin de mejorar la calidad y aplicabilidad del polvo. El procedimiento implica poner en contacto polvo de negro de carbón con un contenido de azufre del 1 al 2 % con un metal alcalino o una sal del mismo, en un medio fluido, para formar una dispersión y calentar la dispersión a una temperatura en el intervalo de 250-350 °C. El azufre en el negro de carbón reacciona con el metal alcalino para formar una sal de sulfuro alcalino. La sal de sulfuro alcalino se puede eliminar del sistema por medio de la disolución de la sal en agua. El procedimiento se realiza en autoclave y bajo agitación vigorosa.

25 El procedimiento de la presente divulgación se puede usar para reducir el contenido de azufre en nanotubos de carbono, fibras de carbono, grafito, carbón activado y coque.

La presente divulgación describe el desarrollo de una tecnología basada en sodio metálico para la reducción de azufre del polvo de negro de carbón (por ejemplo: grado N234).

El fluido puede ser líquido, gas o una mezcla de líquido y gas. El líquido podría ser cualquier disolvente de base orgánica que tenga afinidad con el negro de carbón. Puede observarse que los polvos de negro de carbón son altamente hidrofóbicos y, por lo tanto, se pueden usar disolventes de baja polaridad como el xileno, el tolueno, el hexano, el heptano o aceites de petróleo mixtos como gasolina, queroseno, petróleo crudo, aceites residuales, amoníaco líquido, etc. El gas podría ser amoníaco, hidrógeno o nitrógeno gaseosos.

En la presente divulgación, el medio fluido consiste en al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en tolueno, xileno, hexano, heptano, gasolina, queroseno, petróleo crudo, petróleo residual, amoníaco, hidrógeno gas y nitrógeno gas.

En una realización de la presente divulgación, el procedimiento se lleva a cabo dispersando polvo de negro de carbón en un medio fluido, añadiendo metal alcalino en forma sólida al medio fluido, y haciendo reaccionar el polvo de negro de carbón con el metal alcalino en medio fluido a una temperatura en el intervalo de 100-400 °C, preferiblemente a una temperatura de 250-350 °C, más preferiblemente en el intervalo de 250-325 °C y bajo una presión en el intervalo de 170,3 a 3548,7 kPa (10 a 500 psig), preferiblemente de 170,3 a 308,2 kPa (10-30 psig), más preferiblemente en el intervalo de 197,9 a 239,2 kPa (14-20 psig).

En otra realización de la presente divulgación, el procedimiento se lleva a cabo dispersando el metal alcalino o la sal del mismo en un medio fluido para formar una dispersión, añadiendo polvo de negro de carbón a la dispersión y haciendo reaccionar polvo de negro de carbón con el metal alcalino disperso en el medio fluido a una temperatura en el intervalo de 100-400 °C, preferiblemente a una temperatura de 250-350 °C, más preferiblemente en el intervalo de 250-325 °C y bajo una presión en el intervalo de 170,3 a 3548,7 kPa (10 a 500 psig), preferiblemente de 170,3 a 308,2 kPa (10-30 psig), más preferiblemente en el intervalo de 197,9 a 239,2 kPa (14-20 psig).

En otra realización más de la presente divulgación, el procedimiento para la eliminación de azufre del polvo de negro de carbón se lleva a cabo haciendo reaccionar el polvo de negro de carbón con una sal alcalina tal como hidróxido de sodio. El procedimiento consiste en disolver el hidróxido de sodio en agua para formar una solución alcalina, añadir la solución a la dispersión del negro de carbón en un medio fluido y hacer reaccionar el polvo de negro de carbón con la solución de sal alcalina, en el medio fluido a una temperatura en el intervalo de 100 a 400 °C, preferiblemente a una temperatura de 250-350 °C, más preferiblemente en el intervalo de 250-325 °C y bajo una presión en el intervalo de 170,3 a 3548,7 kPa (10 a 500 psig), preferiblemente de 170,3 a 308,2 kPa (10-30 psig), más preferiblemente en el intervalo de 197,9 a 239,2 kPa (14-20 psig).

En otra realización más de la presente divulgación, el procedimiento implica hacer reaccionar polvo de negro de

carbón que tiene un contenido de azufre del 1 al 2 % con un metal alcalino o sal del mismo, en un medio fluido, a una temperatura en el intervalo de 250-300 °C, bajo una presión en el intervalo de 170,3 a 3548,7 kPa (10 a 500 psig), preferiblemente de 1480,3 a 2169,8 kPa (200-300 psig), en presencia de hidrógeno.

- 5 La divulgación se ilustra con más detalle con la ayuda de los siguientes ejemplos que no deben interpretarse para limitar la divulgación de ninguna manera.

Ejemplo 1

- 10 Se añadieron aproximadamente 10 g de polvo de negro de carbón a 400 ml de xileno en un reactor Parr de alta presión de 1 litro, para formar una dispersión. Se añadieron 0,5 g de sodio metálico en forma de pequeñas piezas a la dispersión. A continuación, el sistema se presurizó con 790,8 kPa (100 psig) de hidrógeno. El sistema se mantuvo bajo agitación constante (600-800 rpm) y se calentó a una temperatura de 300 °C durante 3 horas. Después de un tiempo de residencia de 3 horas, el sistema se enfrió, la mezcla reaccionada se filtró y se lavó con agua a una temperatura de 50 a 100 °C durante 3 horas, para eliminar el sulfuro de sodio (Na₂S) presente en la mezcla para producir polvo de negro de carbón desulfurizado. El polvo se secó y se analizó el contenido de azufre mediante análisis CHNS. El contenido inicial de azufre del polvo era de aproximadamente el 1,25 %. El contenido neto de azufre después del procedimiento era del 0,83 %, lo que indica una desulfuración de aproximadamente el 34 %.

20 Ejemplo 2

- Se añadieron aproximadamente 10 g de polvo de negro de carbón a 400 ml de xileno en un reactor Parr de alta presión de 1 litro para formar una dispersión. Se añadieron 2 g de piezas de sodio metálico a la dispersión. Después de la adición de sodio, el sistema se presurizó con 790,8 kPa (100 psig) de hidrógeno. El sistema se mantuvo bajo agitación constante (600-800 rpm) y se calentó a una temperatura de 300 °C durante 3 horas. Después de un tiempo de residencia de 3 horas, el sistema se enfrió, la mezcla reaccionada se filtró y se lavó con agua a una temperatura de 50 a 100 °C durante 3 horas, para eliminar el sulfuro de sodio (Na₂S) presente en la mezcla para producir polvo de negro de carbón desulfurizado. El polvo se secó y se analizó el contenido de azufre mediante análisis CHNS. El contenido inicial de azufre del polvo era de aproximadamente el 1,25 %. El contenido neto de azufre después del procedimiento era del 0,43 %. La desulfuración en el Ejemplo 2 fue de aproximadamente el 65 %, debido a las mayores cantidades de sodio utilizadas.

Ejemplo 3

- 35 Aproximadamente 2 g de sodio metálico se dispersaron primero en 400 ml de xileno. A continuación, se añadió polvo de negro de carbón (10 g) a la dispersión en el reactor de presión. A continuación, el sistema se purgó con hidrógeno a aproximadamente 1480,3 kPa (200 psig). El sistema se mantuvo bajo agitación constante (600-800 rpm) y se calentó a una temperatura de 300 °C durante 3 horas. Después de un tiempo de residencia de 3 horas, el sistema se enfrió, la mezcla reaccionada se filtró y se lavó con agua a una temperatura de 50 a 100 °C durante 3 horas, para eliminar el sulfuro de sodio (Na₂S) presente en la mezcla para dar polvo de negro de carbón purificado. El contenido neto de azufre en el polvo de negro de carbón purificado después del procedimiento era del 0,054 %. La desulfuración era del aproximadamente el 96 %, probablemente debido al uso de una dispersión de sodio-xileno y una mayor presión.

45 Ejemplo 4

- Aproximadamente 1 g de sodio metálico se dispersó primero en 400 ml de xileno. A continuación, se añadió polvo de negro de carbón (10 g) a la dispersión en el reactor de presión. La reacción se llevó a cabo a presión atmosférica. El sistema se mantuvo bajo agitación constante (600-800 rpm) y se calentó a una temperatura de 300 °C durante 1 hora. Después de un tiempo de residencia de 1 hora, el sistema se enfrió, la mezcla reaccionada se filtró y se lavó con agua a una temperatura de 50 a 100 °C durante 3 horas, para eliminar el sulfuro de sodio (Na₂S) presente en la mezcla para obtener polvo de negro de carbón purificado. El contenido neto de azufre después del procedimiento era del 0,045 %. Se observó que la desulfuración fue del 96 %. Esto indicaba que el procedimiento funciona bien incluso en ausencia de hidrógeno y cualquier condición de presión externa.

55 Ejemplo 5

- Aproximadamente 0,5 g de sodio metálico se dispersaron primero en 400 ml de xileno. A continuación, se añadió polvo de negro de carbón (10 g) a la dispersión en el reactor de presión. La reacción se llevó a cabo a presión atmosférica. El sistema se mantuvo bajo agitación constante (600-800 rpm) y se calentó a una temperatura de 300 °C durante 3 horas. Después de un tiempo de residencia de 3 horas, el sistema se enfrió, la mezcla reaccionada se filtró y se lavó con agua a una temperatura de 50 a 100 °C durante 3 horas, para eliminar el sulfuro de sodio (Na₂S) presente en la mezcla para dar polvo de negro de carbón purificado. El contenido neto de azufre después del procedimiento era del 0,16 %. Se observó que la desulfuración fue del 87 %.

65

Ejemplo 6

Se disolvieron aproximadamente 4 g de hidróxido de sodio en agua (200 ml), y a continuación la solución se añadió a polvo de negro de carbón dispersado en xileno (10 g en 400 ml) en el reactor de presión. La reacción se llevó a cabo a presión atmosférica. El sistema se mantuvo bajo agitación constante (600-800 rpm) y se calentó a una temperatura de 300 °C durante 2 horas. Después de un tiempo de residencia de 2 horas, el sistema se enfrió, la mezcla reaccionada se filtró y se lavó con agua a una temperatura de 50 a 100 °C durante 3 horas, para eliminar el sulfuro de sodio (Na₂S) presente en la mezcla para obtener polvo de negro de carbón purificado. Se observó que se consiguió una desulfuración de aproximadamente el 64 %.

10

Los detalles experimentales anteriores están tabulados en la tabla 1.

Tabla 1

Ejemplo	Cantidad de Na (g)	Temperatura (°C)	Tiempo	RPM	% de S	% de desulfuración	H ₂ kPa/psi
	0	0	0	0	1,25	-	0
1	0,5	300	3 h	600	0,83	33,6	790,8/100
2	2	300	3 h	600	0,43	65,6	790,8/100
3	2	300	3 h	800	0,054	95,6	1480,3/200
4	1	300	1 h	600	0,045	96,4	0
5	0,5	300	3 h	600	0,16	87,2	0
6	4 g de NaOH	300	2 h	600	0,44	64,8	0

15 A partir de los detalles experimentales anteriores, queda claro que se obtiene un alto porcentaje de desulfuración cuando el procedimiento se lleva a cabo utilizando una dispersión alcalina, como en el Ejemplo 4.

Además, el procedimiento de acuerdo con la presente divulgación como en el Ejemplo 4 es capaz de reducir el contenido de azufre del polvo de negro de carbón a menos del 0,07 % en ausencia de hidrógeno o cualquier condición de presión adicional.

20

A lo largo de esta memoria descriptiva, se entenderá que la palabra "comprender", o las variaciones tales como "comprende" o "que comprende", implican la inclusión de un elemento, número entero o etapa, o grupo de elementos, números enteros o etapas expuestos, pero no la exclusión de cualquier otro elemento, número entero o etapa, o grupo de elementos, números enteros o etapas.

25

El uso de la expresión "al menos" o "al menos uno" sugiere el uso de uno o más elementos o ingredientes o cantidades, ya que el uso puede ser en la realización de la invención para lograr uno o más de los objetos o resultados deseados.

30

Cualquier discusión de documentos, actos, materiales, dispositivos, artículos o similares que se haya incluido en esta memoria descriptiva tiene únicamente el propósito de proporcionar un contexto para la invención. No debe tomarse como una admisión de que cualquiera o todas estas materias forman parte de la base de la técnica anterior o eran de conocimiento general común en el campo relevante para la invención tal como existía en cualquier parte antes de la fecha de prioridad de esta solicitud.

35

Si bien en el presente documento se ha puesto un énfasis considerable en las etapas específicas del procedimiento preferido, se apreciará que se pueden realizar muchas etapas y que se pueden hacer muchos cambios en las etapas preferidas sin apartarse de los principios de la divulgación. Estos y otros cambios en las etapas preferidas de la divulgación serán evidentes para los expertos en la materia a partir de la divulgación en este documento, por lo que debe entenderse claramente que la materia descriptiva anterior debe interpretarse simplemente como ilustrativa de la divulgación y no como una limitación.

40

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para obtener polvo de negro de carbón con un contenido de azufre de menos del 0,07 % en peso, comprendiendo dicho procedimiento:
- 5
- hacer reaccionar, a una temperatura y presión predeterminadas, polvo de negro de carbón que tiene un contenido de azufre en el intervalo del 1-2 % en peso con un metal alcalino o sal del mismo, en un medio fluido, para formar una mezcla reaccionada que contiene un derivado de sulfuro alcalino y polvo de negro de carbón con un contenido de azufre de menos del 0,07 % en peso, donde el medio fluido comprende al menos un
- 10
- compuesto seleccionado del grupo que consiste en tolueno, xileno, hexano, heptano, gasolina, queroseno, petróleo crudo, petróleo residual, amoníaco, hidrógeno gas y nitrógeno gas; y
 - aislar el derivado de sulfuro alcalino de dicha mezcla para obtener un polvo de negro de carbón con un contenido de azufre de menos de un 0,07 % en peso.
- 15
2. El procedimiento según la reivindicación 1, donde el metal alcalino o sal del mismo se dispersa en el medio fluido, antes de reaccionar con el polvo de negro de carbón.
3. El procedimiento según la reivindicación 1, donde la reacción se lleva a cabo bajo agitación continua.
- 20
4. El procedimiento según la reivindicación 1, donde el metal alcalino es un metal de sodio.
5. El procedimiento según la reivindicación 1, donde la sal alcalina es hidróxido de sodio.
6. El procedimiento según la reivindicación 1, donde el medio fluido consiste en xileno.
- 25
7. El procedimiento según la reivindicación 1, donde la presión predeterminada está en el intervalo de 170,3 kPa (10 psig) a 3548,7 kPa (500 psig).
8. El procedimiento según la reivindicación 1, donde la presión predeterminada está en el intervalo de 197,9 kPa (14
- 30 psig) a 446,1 kPa (50 psig).
9. El procedimiento según la reivindicación 1, donde la temperatura predeterminada está en el intervalo de 50 °C a 500 °C.
- 35
10. El procedimiento según la reivindicación 1, donde la temperatura predeterminada está en el intervalo de 250 °C a 350 °C.
11. El procedimiento según la reivindicación 1, donde el derivado de sulfuro alcalino se aísla de dicha mezcla tratando dicha mezcla con agua a una temperatura en el intervalo de 30 °C a 100 °C.

REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

Esta lista de referencias citadas por el solicitante es únicamente para la comodidad del lector. No forma parte del documento de la patente europea. A pesar del cuidado tenido en la recopilación de las referencias, no se pueden excluir errores u omisiones y la EPO niega toda responsabilidad en este sentido.

Documentos de patentes citados en la descripción

- WO 0248041 A1 [0007]
- JP 2012012450 A [0008]
- US 3787315 A [0009]
- US 4003824 A [0010]