

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2012-505939

(P2012-505939A)

(43) 公表日 平成24年3月8日(2012.3.8)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C09C 1/48 (2006.01)	C09C 1/48	4G146
C09D 11/00 (2006.01)	C09D 11/00	4J002
C09D 201/00 (2006.01)	C09D 201/00	4J037
C09D 7/12 (2006.01)	C09D 7/12	4J038
C09J 201/00 (2006.01)	C09J 201/00	4J039
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 23 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2011-531456 (P2011-531456)
 (86) (22) 出願日 平成21年10月9日 (2009.10.9)
 (85) 翻訳文提出日 平成23年5月18日 (2011.5.18)
 (86) 国際出願番号 PCT/EP2009/063171
 (87) 国際公開番号 W02010/043562
 (87) 国際公開日 平成22年4月22日 (2010.4.22)
 (31) 優先権主張番号 102008051886.7
 (32) 優先日 平成20年10月16日 (2008.10.16)
 (33) 優先権主張国 ドイツ (DE)

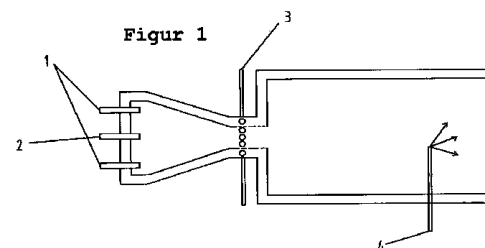
(71) 出願人 511004139
 エボニック カーボンブラック ゲゼルシ
 ャフト ミット ベシュレンクテル ハフ
 ツング
 Evonik Carbon Black
 GmbH
 ドイツ連邦共和国 ハーナウ ローデンバ
 ッハー ショーセー 4
 Rodenbacher Chausse
 e 4, D-63457 Hanau,
 Germany
 (74) 代理人 100099483
 弁理士 久野 琢也
 (74) 代理人 100061815
 弁理士 矢野 敏雄

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 カーボンブラック、その製造方法及びその使用

(57) 【要約】

本発明は、0.05Bq/gよりも大きいC-14含量及び0.7未満の凝集体粒度分布の比 $\Delta D50 / Dmode$ を有するカーボンブラックに関する。前記カーボンブラックは、カーボンブラック原料の熱酸化的な熱分解又はサーマルクラッキングにより製造され、前記カーボンブラック原料が、再生可能なカーボンブラック原料を含み、かつ前記熱分解反応/クラッキング反応の際に不足量の酸素が存在している。前記カーボンブラックは、ゴム及びゴム混合物、プラスチック、印刷インキ、インキ、インクジェットインキ、トナー、ラッカー、塗料、紙、接着剤、電池、ペースト、ビチューメン、コンクリート及び他の建築材料において及び冶金学における還元剤として使用されることができる。



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

カーボンブラックであって、

C - 14 含量が 0 . 0 5 Bq/g よりも大きく、かつ凝集体粒度分布の比 $\Delta D 50 / D m o d e$ が 0 . 7 未満であることを特徴とする、カーボンブラック。

【請求項 2】

C / H 比が 0 . 1 ~ 2 . 0 である、請求項 1 記載のカーボンブラック。

【請求項 3】

カーボンブラック原料の熱酸化的な熱分解又はサーマルクラッキングによって請求項 1 記載のカーボンブラックを製造する方法であって、

前記カーボンブラック原料は、再生可能なカーボンブラック原料を含有し、かつ前記カーボンブラック原料の熱分解反応 / クラッキング反応の際に、不足量の酸素が存在していることを特徴とする、請求項 1 記載のカーボンブラックの製造方法。

【請求項 4】

前記反応を、熱分解温度又はクラッキング温度を下回る温度に冷却することにより停止させる、請求項 3 記載の方法。

【請求項 5】

前記反応を、反応器軸に沿って燃焼帯域、反応帯域及び停止帯域を有するファーネスブラック反応器中で実施し、

前記燃焼帯域中で熱い廃ガスの流れを、酸素を含有するガス中での燃料の完全燃焼により発生させ、かつ前記廃ガスを、前記燃焼帯域から前記反応帯域を経て停止帯域へ導き、カーボンブラック原料を前記反応帯域中で熱い廃ガス中へ混入し、かつカーボンブラック形成を前記停止帯域中で水の噴霧により停止させる、請求項 3 又は 4 記載の方法。

【請求項 6】

ゴム及びゴム混合物、プラスチック、印刷インキ、インキ、インクジェットインキ、トナー、ラッカー、塗料、紙、接着剤、電池、ペースト、ビチューメン、コンクリート及び他の建築材料において及び冶金学における還元剤としての、請求項 1 又は 2 記載のカーボンブラックの使用。

【請求項 7】

ポリマー混合物であって、

少なくとも 1 つのポリマーと、請求項 1 記載の少なくとも 1 つのカーボンブラックとを含有することを特徴とする、ポリマー混合物。

【請求項 8】

ゴム混合物であって、

少なくとも 1 つのゴムと、請求項 1 記載の少なくとも 1 つのカーボンブラックとを含有することを特徴とする、ゴム混合物。

【請求項 9】

プラスチック混合物であって、

少なくとも 1 つのプラスチックと、請求項 1 記載の少なくとも 1 つのカーボンブラックとを含有することを特徴とする、プラスチック混合物。

【請求項 10】

インキであって、

請求項 1 記載の少なくとも 1 つのカーボンブラックを含有することを特徴とする、インキ。

【請求項 11】

印刷インキであって、

請求項 1 記載の少なくとも 1 つのカーボンブラックを含有することを特徴とする、印刷インキ。

【請求項 12】

空気入りタイヤ、タイヤトレッド、ケーブルジャケット、ホース、駆動ベルト、コンベ

10

20

30

40

50

ヤーベルト、ロールカバー、タイヤ、靴底、パッキンリング、形材及び減衰要素を製造するための、請求項7記載のゴム混合物の使用。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、カーボンブラック、その製造方法並びにその使用に関する。

【0002】

欧州特許(EP)第0792920号明細書、欧州特許(EP)第0982378号明細書、米国特許(US)第5516833号明細書及び国際公開(WO)第92/04415号からは、狭い凝集体粒度分布を有するファーンエスブラックが知られている。

10

【0003】

公知のカーボンブラックの欠点は、低い割合のC-14であり、これは少ない割合又は無割合の再生可能でない原料を示唆する。

【0004】

本発明の課題は、再生可能原料由来の高いC-14含量を有し、狭い凝集体粒度分布と高いモジュラスとを有するカーボンブラックを提供することである。

【0005】

本発明の対象は、カーボンブラックであって、前記カーボンブラックは、0.05 Bq/gよりも大きい、好ましくは0.10 Bq/gよりも大きい、特に好ましくは0.15 Bq/gよりも大きい、極めて特に好ましくは0.25 Bq/gよりも大きいC-14含量を有し、かつ凝集体粒度分布の比 $\Delta D_{50} / D_{mode}$ は、0.7未満、好ましくは0.65未満、特に好ましくは0.6未満であることにより特徴付けられている。

20

【0006】

C-14含量は、次のように測定される：

1. 試料分解(Probenaufschluss)

試料分解は、最適な測定条件を作り出すために、分析物である炭素(^{14}C 及びC_{安定})を、妨害するかもしれない他の物質から分離し、かつできるだけ多くの炭素をできるだけ小さな体積に濃縮するという目的を有する。そのためには、カーボンブラックは、過剰量の酸素と共に石英ガラス管中で燃焼され、そうして二酸化炭素へ変換される。

【0007】

30

2. 放射化学的精製

この二酸化炭素は、カセイソーダ液中に炭酸塩として溶解される。溶液体積は一方ではまだ多すぎ、かつ低レベルLSC用のシンチレーションカクテルは高すぎるpH値に耐えられないので、測定試料の調製のために炭酸塩を BaCO_3 を用いて沈殿させる。

【0008】

3. LSC Quantulus 1220を用いた ^{14}C の活性測定

沈殿をろ過し、かつ20 mL測定容器(LSCバイアル)中へ移す。 BaCO_3 約1.5 g以下を測定容器中へ移すことが有意義であることが判明している、それというのも、さもなければ自然に前記バリウム化合物中に存在するウラン崩壊系列もしくはトリウム崩壊系列からの放射性核種が、測定結果を著しくゆがめることになるかもしれないからである。空試験値として、沈殿させた BaCO_3 を有しない使用される溶液を利用する。結果をゆがめることになるかもしれない付加的な炭素を持ち込まないために、溶液のためには、二回蒸留水を使用する。測定試料を、シンチレーションカクテルQSA 約1.4 mLと混ぜる。その後、試料及びシンチレーションカクテルからなる混合物を激しく振盪し、かつLSC Quantulus-1220中で測定する。測定は約180分の冷却時間を伴いかつ1000分の測定時間で行われる。

40

【0009】

凝集体粒度分布は、ISO 15825規格、第1版、2004-11-01に従い測定され、その際に次の修正が適用される：

1. ISO 15825規格の箇条4.6.3における補足： D_{mode} は、質量分布曲線(mass

50

distribution curve)に基づく。

【 0 0 1 0 】

2 . ISO 15825規格の箇条 5 . 1 における補足：装置BI-DCP Particle Sizer及び付属する評価ソフトウェアdcplw32、バージョン3.81を使用し、全て、Brookhaven Instruments Corporation社、750 Blue Point Rd., Holtsville, NY, 11742から入手可能である。

【 0 0 1 1 】

3 . ISO 15825規格の箇条 5 . 2 への補足：超音波制御装置GM2200、音響変換器UW2200並びにソノトロードDH13Gを使用する。超音波制御装置、音響変換器及びソノトロードは、Bandelin electronic GmbH & Co. KG社、Heinrichstrasse 3-4, D-12207 Berlinから入手可能である。その際、超音波制御装置で次の値に調節される：パワー% = 50、サイクル = 8。これは、100ワットの調節公称出力及び80%の調節パルスに相当する。

10

【 0 0 1 2 】

4 . ISO 15825規格の箇条 5 . 2 . 1 への補足：超音波時間を4 . 5 分に規定する。

【 0 0 1 3 】

5 . ISO 15825規格の箇条 6 . 3 に記載される定義とは相違し、"界面活性剤"は次のように定義される："界面活性剤"は、Fluka社の型式ノニデット(Nonidet) P 40 Substituteのアニオン界面活性剤であり、Sigma-Aldrich Chemie GmbH, Industriestrasse 25, CH-9471 Buchs SG, Switzerlandから入手可能である。

【 0 0 1 4 】

6 . ISO 15825規格の箇条 6 . 5 に記載されるスピン液の定義とは相違し、スピン液は次のように定義されている：スピン液の製造のために、Flukaの界面活性剤ノニデットP 40 Substitute (箇条 6 . 3) 0 . 25 gを、脱塩水 (箇条 6 . 1) で1000 mlにする。引き続き、溶液のpH値を、0 . 1 mol/l NaOH溶液で9 ~ 10に調節する。スピン液は、その製造後長くとも1週間で使用されるべきである。

20

【 0 0 1 5 】

7 . ISO 15825規格の箇条 6 . 6 に記載される分散液の定義とは相違し、分散液は次のように定義されている：分散液の製造のために、エタノール (箇条 6 . 2) 200 ml及びFlukaの界面活性剤ノニデットP 40 Substitute (箇条 6 . 3) 0 . 5 gを脱塩水 (箇条 6 . 1) で1000 mlにする。引き続き、溶液のpH値を、0 . 1 mol/l NaOH溶液で9 ~ 10に調節する。分散液は、その製造後長くとも1週間で使用されるべきである。

30

【 0 0 1 6 】

8 . ISO 15825規格の箇条 7 への補足：ペレット化されていない又はペレット化されたカーボンブラックを専ら使用する。

【 0 0 1 7 】

9 . ISO 15825規格の箇条 8 . 1、8 . 2、8 . 3 における指示を、次の指示によりまとめて置き換える：カーボンブラックをめのう乳鉢中で軽く粉碎する。カーボンブラック20 mgを、ついで、30 ml クランプシールびん(Rollrandfläschchen) (直径28 mm、高さ75 mm、壁厚1 . 0 mm) 中で、分散溶液 (箇条 6 . 6) 20 ml と混ぜ、かつ冷浴 (16 ± 1) 中で4 . 5 分の期間に亘って (箇条 5 . 2 . 1) 超音波 (箇条 5 . 2) で処理し、それで分散溶液中に懸濁させる。超音波処理後に、試料を、遅くとも5分後に遠心機中で測定する。

40

【 0 0 1 8 】

10 . ISO 15825規格の箇条 9 への補足：カーボンブラックの導入すべき密度の値は、 1.86 g/cm^3 である。導入すべき温度についての温度は、箇条 10 . 11 により測定する。スピン液のタイプについては、オプション"水性"を選択する。それで、スピン液の密度については、0 . 997 (g/cc) の値となり、かつスピン液の粘度については、0 . 917 (cP) の値となる。光散乱校正は、ソフトウェアdcplw 32において選択可能なオプション：ファイル = carbon.prm; Mie-Correctionを用いて行われる。

【 0 0 1 9 】

11 . ISO 15825規格の箇条 10 . 1 への補足：遠心機速度は、毎分11000回転に

50

規定されている。

【 0 0 2 0 】

1 2 . ISO 15825規格の箇条 1 0 . 2 への補足：エタノール（箇条 6 . 2 ） 0 . 2 cm³の代わりに、エタノール（箇条 6 . 2 ） 0 . 8 5 cm³を注入する。

【 0 0 2 1 】

1 3 . ISO 15825規格の箇条 1 0 . 3 への補足：スピン液（箇条 6 . 5 ）を正確に 1 5 c m³注入する。引き続き、エタノール（箇条 6 . 2 ） 0 . 1 5 cm³を注入する。

【 0 0 2 2 】

1 4 . ISO 15825規格の箇条 1 0 . 4 の指示は、完全に割愛する。

【 0 0 2 3 】

1 5 . ISO 15825規格の箇条 1 0 . 7 への補足：データ記録の開始直後に、遠心機中のスピン液をドデカン（箇条 6 . 4 ） 0 . 1 cm³で覆う。

【 0 0 2 4 】

1 6 . ISO 15825規格の箇条 1 0 . 1 0 への補足：測定曲線がベースラインに 1 時間以内に再び達しない場合には、測定を、測定期間の正確に 1 時間後に中断する。変更された遠心機回転数での再スタートを行わない。

【 0 0 2 5 】

1 7 . ISO 15825規格の箇条 1 0 . 1 1 への補足：指示に記載された測定温度を算出する方法の代わりに、コンピュータプログラムへ入力すべき測定温度 T を、次のように算出する：

$$T = 2 / 3 (T e - T a) + T a 、$$

ここで、T a は、測定前の測定チャンバ内の温度を表し、かつ T e は、測定後の測定チャンバ内の温度を表す。温度差は、4 を超えてはならない。

【 0 0 2 6 】

凝集体粒度分布の粒子のフラクシオン > 1 5 0 nm は、1 0 質量 % 未満、好ましくは 5 質量 % 未満、特に好ましくは 3 質量 % 未満であることができる。

【 0 0 2 7 】

フラクシオン > 1 5 0 nm は、1 5 0 nm よりも大きいストークス径を有する凝集体の質量割合を表し、かつ同様に前記の ISO 15825規格により凝集体粒度分布から得られる。

【 0 0 2 8 】

Δ D 5 0 値及び D m o d e は、同様に前記の ISO 15825規格により凝集体粒度分布から得られる。

【 0 0 2 9 】

比 D 7 5 % / 2 5 % は、3 . 5 0 又はそれ未満、好ましくは 2 . 5 0 又はそれ未満、極めて特に好ましくは 1 . 4 0 又はそれ未満であることができる。比 D 7 5 % / 2 5 % は、前記の ISO 15825規格により凝集体粒度分布から得られる。

【 0 0 3 0 】

本発明によるカーボンブラックは、プラズマブラック、ガスブラック、チャンネルブラック、サーマルブラック、ランプブラック又はファーンズブラックであることができる。

【 0 0 3 1 】

本発明によるカーボンブラックは、1 0 ~ 4 0 0 m²/g、好ましくは 4 0 ~ 3 0 0 m²/g、特に好ましくは 7 0 ~ 2 0 0 m²/g の B E T 表面積を有することができる。B E T 表面積の値は、ASTM D 6556-04規格に従い測定される。

【 0 0 3 2 】

本発明によるカーボンブラックは、狭い一次粒子分布を有することができる。この一次粒子分布は、ASTM D 3849 - 02に従い測定される。この試験の範囲内で、値 D V、体積を介して平均した粒子直径と、値 D N、算術平均の粒子直径とが測定される。一次粒子分布の比 D V / D N は、1 . 1 4 未満、好ましくは 1 . 1 2 未満、特に好ましくは 1 . 1 1 未満であることができる。

【 0 0 3 3 】

10

20

30

40

50

本発明によるカーボンブラックは、2 ~ 11、好ましくは5 ~ 10、特に好ましくは6 ~ 10のpH値を有することができる。pH値は、ASTM D 1512-05規格に従い測定される。

【0034】

本発明によるカーボンブラックは、20 ml/100g ~ 200 ml/100g、好ましくは30 ml/100g ~ 170 ml/100g、特に好ましくは40 ml/100g ~ 140 ml/100gのOAN値を有することができる。OAN吸収量は、ASTM D 2414-00規格に従い測定される。

【0035】

本発明によるカーボンブラックは、20 ml/100g ~ 160 ml/100g、好ましくは30 ml/100g ~ 140 ml/100g、特に好ましくは50 ml/100g ~ 120 ml/100gの24M4 - OAN値を有することができる。24M4 - OAN吸収量は、ASTM D 3493-00規格に従い測定される。

10

【0036】

本発明によるカーボンブラックは、10% ~ 250%、好ましくは50% ~ 200%、特に好ましくは80% ~ 150%のティント(Tint)値を有することができる。ティント値は、ASTM D 3265-05規格に従い測定される。

【0037】

本発明によるカーボンブラックは、10 mg/g ~ 400 mg/g、好ましくは40 mg/g ~ 300 mg/g、特に好ましくは70 mg/g ~ 200 mg/gのヨウ素価を有することができる。ヨウ素価は、ASTM D 1510-06規格に従い測定される。

20

【0038】

本発明によるカーボンブラックは、10 m²/g ~ 250 m²/g、好ましくは15 m²/g ~ 200 m²/g、特に好ましくは20 m²/g ~ 180 m²/gのCTAB値を有することができる。CTAB値は、ASTM D 3765-04規格に従い測定される。

【0039】

本発明によるカーボンブラックは、10 m²/g ~ 250 m²/g、好ましくは15 m²/g ~ 200 m²/g、特に好ましくは20 m²/g ~ 180 m²/gのSTS A値を有することができる。STS A値は、ASTM D 6556-04規格に従い測定される。

【0040】

本発明によるカーボンブラックは、0.2 ~ 2.5、好ましくは1.0 ~ 2.0、特に好ましくは1.2 ~ 1.5の揮発性成分の割合を有することができる。揮発性成分の割合は、DIN 53552規格に従い測定される。

30

【0041】

本発明によるカーボンブラックは、0.01% ~ 0.15%、好ましくは0.02% ~ 0.1%、特に好ましくは0.04% ~ 0.07%のトルエン可溶性成分の割合を有することができる。トルエン可溶性成分の割合は、ASTM D 4527-04規格に従い測定される。

【0042】

本発明によるカーボンブラックは、60% ~ 100%、好ましくは70% ~ 100%、特に好ましくは80% ~ 100%の425 nmでの透過値を有することができる。この透過値は、ASTM D 1618-04規格に従い測定される。

40

【0043】

本発明によるカーボンブラックは、5% ~ 100%、好ましくは10% ~ 100%、特に好ましくは20% ~ 100%の355 nmでの透過値を有することができる。この透過値は、ASTM D 1618-04規格に従い測定される。

【0044】

本発明によるカーボンブラックは、1% ~ 100%、好ましくは10% ~ 100%、特に好ましくは20% ~ 100%の300 nmでの透過値を有することができる。この透過値は、ASTM D 1618-04規格に従い測定される。

【0045】

本発明によるカーボンブラックは、0% ~ 2.5%、好ましくは0.05% ~ 2.0%

50

、特に好ましくは 0.1% ~ 1.5% の硫黄含量を有することができる。硫黄含量は、ASTM D 1619-03規格に従い測定される。

【0046】

本発明のさらなる対象は、カーボンブラック原料の熱酸化的な熱分解又はサーマルクラッキング(thermisch-oxidative Pyrolyse oder thermische Spaltung)による本発明によるカーボンブラックの製造方法であって、前記方法は、前記カーボンブラック原料が、再生可能なカーボンブラック原料を含有し、かつ前記カーボンブラック原料の熱分解反応/クラッキング反応の際に不足量の酸素が存在していることにより特徴付けられている。

【0047】

不足量の酸素は、熱酸化的な熱分解又はサーマルクラッキングの際に、カーボンブラック原料からCO₂への化学量論的な反応に必要なとされるよりも少ない酸素が存在しているか又は酸素が存在していないことを意味する。

10

【0048】

本発明によるカーボンブラックは、0.1 ~ 2.0、好ましくは0.3 ~ 1.7、特に好ましくは0.4 ~ 1.4、殊に好ましくは0.4 ~ 1.15のC/H比を有するカーボンブラック原料を用いて、製造されることができる。C/H比は、ASTM D 5373-02規格及びASTM 5291-02規格に従い、Hekatech製の元素分析器EuroEA 3000 / HTOを用いて測定される。

【0049】

前記反応は、熱分解温度又はクラッキング温度を下回る温度への冷却により停止されることができる。

20

【0050】

再生可能なカーボンブラック原料は、バイオガス、なたね油、大豆油、パーム油、ひまわり油、堅果由来の油又はオリーブ油であることができる。

【0051】

本発明による方法は、ファーネスブラック反応器中で実施されることができる。

【0052】

本発明による方法は、反応器軸に沿って燃焼帯域、反応帯域及び停止帯域を有するファーネスブラック反応器中で、酸素を含有するガス中での燃料の完全燃焼により前記燃焼帯域中で熱い廃ガスの流れを発生させ、かつ前記廃ガスを前記燃焼帯域から前記反応帯域を経て前記停止帯域へ導通させ、前記反応帯域中でカーボンブラック原料を前記熱い廃ガスへ混入し、かつ水の噴霧により前記停止帯域中でカーボンブラック形成を停止させることによって、実施することができる。

30

【0053】

前記カーボンブラック原料は、> 0.001質量%、好ましくは0.1質量%、特に好ましくは2.5質量%、殊に好ましくは9.9質量%の再生可能なカーボンブラック原料を含有することができる。前記カーボンブラック原料は、再生可能なカーボンブラック原料からなることができる。

【0054】

前記カーボンブラック原料は、ラジアルランス及び/又はアキシアルランスを用いて注入されることができる。再生可能なカーボンブラック原料は、固体、液状又はガス状であることができる。固体の再生可能なカーボンブラック原料は、前記カーボンブラック原料中に分散されていることができる。液状のカーボンブラック原料は、圧力、蒸気又は圧縮空気により噴霧されることができる。

40

【0055】

前記カーボンブラック原料は、再生可能なカーボンブラック原料と、液状の脂肪族又は芳香族の、飽和又は不飽和の炭化水素又はそれらの混合物、コールタール由来の留出物又は石油留分の接触分解の際もしくはナフサ又は軽油のクラッキングによるオレフィン製造の際に生じる残油との混合物であることができる。

【0056】

50

前記カーボンブラック原料は、再生可能なカーボンブラック原料と、ガス状のカーボンブラック原料、例えばガス状の飽和又は不飽和の脂肪族炭化水素、それらの混合物又は天然ガスとの混合物であることができる。

【0057】

本発明による方法は、特定の反応器ジオメトリーに限定されていない。本方法はむしろ、多様な反応器タイプ及び反応器サイズに適合されることができる。

【0058】

カーボンブラック原料噴霧器として、純粋な圧力噴霧器（一流体噴霧器）並びに内部混合又は外部混合を伴う二流体噴霧器が使用されることができる。

【0059】

本発明によるカーボンブラックは、充填剤、補強充填剤、紫外線安定剤、導電性カーボンブラック又は顔料として使用されることができる。本発明によるカーボンブラックは、ゴム及びゴム混合物、プラスチック、印刷インキ、インキ、インクジェットインキ、トナー、ラッカー、塗料、紙、接着剤、電池、ペースト、ビチューメン、コンクリート及び他の建築材料において使用されることができる。本発明によるカーボンブラックは、冶金学における還元剤として使用されることができる。

【0060】

本発明のさらなる対象は、ポリマー混合物であって、前記ポリマー混合物は、少なくとも1つのポリマーと、本発明による少なくとも1つのカーボンブラックとを含有することにより特徴付けられている。

【0061】

ポリマーは、プラスチック又はゴムであることができる。

【0062】

ポリマーは、
デンプン及び次のものとのデンプンブレンド：ポリエステル、ポリエステルアミド、ポリウレタン、ポリビニルアルコール、セルロース製品、例えば酢酸セルロース（CA）、バルカンファイバー、硝酸セルロース、プロピオン酸セルロース及びセルロースアセトブチラート、ポリ乳酸（PLA）、ポリヒドロキシアルカノアート、例えばポリヒドロキシ酪酸（PHB）、リグニン、キチン、カゼイン、ゼラチン、ポリトリメチレンテレフタレート（PTT）、

ポリアミド、ポリブチレンスクシナート、ポリブチレンテレフタレート、ポリカプロラクトン、ポリヒドロキシアルカノアート、ポリヒドロキシブチラート、ポリヒドロキシブチラート-コ-ヒドロキシアロネート、ポリヒドロキシブチラート-コ-ヒドロキシヘキサノアート、ポリラクチド、アクリロニトリル-ブタジエンポリマー、アクリロニトリル-ブタジエン-アクリラートプラスチック（ABA）、アクリロニトリル-ブタジエン-スチレンポリマー、アクリロニトリル-塩素化ポリエチレン-スチレン、アクリロニトリル-（エチレン-プロピレン-ジエン）-スチレン（AEPDMS）ポリマー、アクリロニトリル-メタクリル酸メチルポリマー、アクリロニトリル-スチレン-アクリラートポリマー、アセトプロピオン酸セルロース、セルロース-ホルムアルデヒドポリマー、クレゾール-ホルムアルデヒドポリマー、炭素繊維プラスチックもしくは炭素繊維強化プラスチック、カルボキシメチルセルロース、シクロオレフィンコポリマー、クロロブレンゴム、カゼイン-ホルムアルデヒドポリマー、三酢酸セルロース、ジアリルフタレートポリマー、エチレン-アクリル酸ポリマー、エチレン-ブチルアクリラートプラスチック（EBA）、エチルセルロース、エチレン-エチルアクリラートポリマー、エチレン-メタクリル酸ポリマー、エポキシドポリマー、エポキシ樹脂エステル、エチレン-プロピレンポリマー、エチレン-テトラフルオロエチレンポリマー、エチレン-酢酸ビニル（EVA）ポリマー、エチレン-ビニルアルコールポリマー、ペルフルオロ-エチレン-プロピレンポリマー、フラン-ホルムアルデヒドポリマー、繊維強化プラスチックの総称、ガラス繊維強化エポキシ樹脂、ガラス繊維強化プラスチックの総称、高密度のポリエチレン（PE-HD）、布積層板、液晶ポリマー（Liquid-Crystal-Polymer）、メチル-メタクリラート-

10

20

30

40

50

ブタジエン - スチレンポリマー、メチル - メタクリラート - アクリロニトリル - ブタジエン - スチレン、メチルセルロース、中密度のポリエチレン (P E - M D)、メラミン - ホルムアルデヒドポリマー、メラミン - フェノール - ホルムアルデヒドポリマー、 α - メチルスチレン - アクリロニトリルプラスチック、ニトリルゴム、ニトロセルロース、Non Crimp Fabricsポリマー、天然ゴム、ポリアミド、ポリアクリル酸、ポリアリールエーテルケトン、ポリアミドイミド、ポリアクリラート、ポリアクリロニトリル、ポリアリレート、ポリアリールアミド、ポリブテン、ポリブチルアクリラート、1, 2 - ポリブタジエン、ポリブテンナフタラート、ポリブチレンテレフタラート、ポリカーボネート、ポリシクロヘキセンジメチレンシクロヘキサジカルボキシラート、ポリカルボジイミド、ポリカプロラクトン、ポリシクロヘキセンジメチレンテレフタラート、ポリクロロトリフルオロエチレン、ポリジアリルフタラート、ポリジシクロペンタジエン、ポリエチレン、塩素化ポリエチレン (C P E)、低密度のポリエチレン (L D P E)、低密度の線状のポリエチレン (L L D P E)、超高分子量のポリエチレン (U H M W P E)、ごく低密度のポリエチレン (V L D P E)、ポリエステルカーボネート、ポリエーテルエーテルケトン、ポリエーテルエステル、ポリエーテルイミド、ポリエーテルケトン、ポリエチレンナフタラート、ポリエチレンオキシド、エチレン - プロピレンポリマー、ポリエーテルスルホン、ポリエステルウレタン、ポリエチレンテレフタラート、ポリエーテルウレタン、フェノール - ホルムアルデヒド、ペルフルオロアルコキシルアルカン、ポリイミド、ポリイソブチレン、ポリイソシアヌラート、ポリケトン、ポリメタクリルイミド、ポリメタクリル酸メチル、ポリ - N - メチルメタクリルイミド、ポリ - 4 - メチルペンテン (1)、ポリ - α - メチルスチレン、ポリオキシメチレン；ポリホルムアルデヒド、ポリプロピレン、塩素化ポリプロピレン、発泡性ポリプロピレン (E P P)、高耐衝撃性ポリプロピレン (H I P P)、ポリフェニレンエーテル、ポリプロピレンオキシド、ポリフェニレンスルフィド、ポリフェニレンスルホン、ポリスチレン、発泡性ポリスチレン (E P S)、高耐衝撃性ポリスチレン (H I P S)、ポリスルホン、ポリテトラフルオロエチレン、ポリトリメチレンテレフタラート、ポリウレタン (P U)、ポリ酢酸ビニル、ポリビニルアルコール (P V O H)、ポリビニルブチラート、ポリ塩化ビニル、塩化ビニル - 酢酸ビニルポリマー、塩素化されたポリ塩化ビニル (C P V C)、高耐衝撃性ポリ塩化ビニル、可塑剤不含のポリ塩化ビニル (U P V C)、ポリ塩化ビニリデン、ポリフッ化ビニリデン、ポリフッ化ビニル、ポリビニルホルマール、ポリビニルカルバゾール、ポリビニルピロリドン、スチレン - アクリロニトリルポリマー、スチレン - ブタジエンポリマー、スチレン - ブタジエンゴム、シリコーンポリマー、スチレン - 無水マレイン酸 (S M A) ポリマー、スチレン - α - メチルスチレンポリマー、飽和ポリエステル、尿素 - ホルムアルデヒドポリマー、超高分子量を有するポリエチレン、不飽和ポリエステル、塩化ビニルポリマー、塩化ビニル - エチレンポリマー、塩化ビニル - エチレン - メチルアクリラート (V C E M A) ポリマー、塩化ビニル - エチレン - 酢酸ビニルポリマー、塩化ビニル - メチルアクリラート (V C M A) ポリマー、塩化ビニル - メタクリル酸メチルポリマー、塩化ビニル - オクチルアクリラート (V C O A) ポリマー、塩化ビニル - 酢酸ビニルポリマー、塩化ビニル - 塩化ビニリデンポリマー、ビニルエステル樹脂及び架橋ポリエチレン

であることができる。

【 0 0 6 3 】

本発明のさらなる対象は、ゴム混合物であって、前記ゴム混合物は、少なくとも1つのゴムと、本発明による少なくとも1つのカーボンブラックとを含有することにより特徴付けられている。

【 0 0 6 4 】

本発明によるカーボンブラックは、使用されるゴムの量を基準として、10 ~ 150 質量%、好ましくは40 ~ 100 質量%、特に好ましくは60 ~ 80 質量%の量で、使用されることができる。

【 0 0 6 5 】

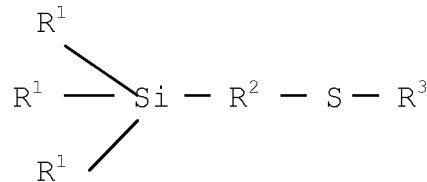
本発明によるゴム混合物は、シリカ、好ましくは沈降シリカ及び熱分解シリカ、並びに

天然に存在する鉱物質充填剤、ケイ酸塩質充填剤、石灰様充填剤又は石灰含有充填剤を含むことができる。本発明によるゴム混合物は、オルガノシラン、例えばビス(トリアルコキシシリルアルキル)オリゴスルフィド又はビス(トリアルコキシシリルアルキル)ポリスルフィド、例えばビス(トリエトキシシリルプロピル)ジスルフィド又はビス(トリエトキシシリルプロピル)テトラスルフィド、又はメルカプトシランを含むことができる。

【0066】

メルカプトシランは、一般式 I

【化1】



I,

で示される化合物であることができ、

ここで、 R^1 は、同じか又は異なり、かつアルキルポリエーテル基 $-\text{O}-(\text{R}^4-\text{O})_m-$ R^5 、 $\text{C}_1 \sim \text{C}_{12}$ -アルキル基又は $\text{R}^6\text{O}-$ 基であり、ここで R^4 は、同じか又は異なり、分枝鎖状又は非分枝鎖状の、飽和又は不飽和の、2結合性の脂肪族 $\text{C}_1 \sim \text{C}_{30}$ 炭化水素基、好ましくは CH_2-CH_2 、 $\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)$ 、 $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2-$ 、 $\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2$ 又はこれらの混合物であり、 m は、平均して $1 \sim 30$ 、好ましくは $2 \sim 20$ 、特に好ましくは $2 \sim 15$ 、極めて特に好ましくは $3 \sim 10$ であり、 R^5 は、少なくとも1個、好ましくは少なくとも12個の炭素原子からなり、かつ非置換又は置換の、分枝鎖状又は非分枝鎖状の1結合性のアルキル基、アルケニル基、アリール基又はアラルキル基であり、かつ R^6 は、 H 、メチル、エチル、プロピル、 $\text{C}_9 \sim \text{C}_{30}$ の分枝鎖状又は非分枝鎖状の1結合性のアルキル基、アルケニル基、アリール基、アラルキル基又は $(\text{R}^7)_3\text{Si}$ 基であり、ここで R^7 は、 $\text{C}_1 \sim \text{C}_{30}$ の分枝鎖状又は非分枝鎖状のアルキル基又はアルケニル基であり、

R^2 は、分枝鎖状又は非分枝鎖状の、飽和又は不飽和の、脂肪族、芳香族又は混合脂肪族/芳香族の2結合性の $\text{C}_1 \sim \text{C}_{30}$ 炭化水素基であり、かつ

R^3 は、 H 、 CN 又は $(\text{C}=\text{O})-\text{R}^8$ であり、ここで R^8 は、分枝鎖状又は非分枝鎖状の、飽和又は不飽和の、脂肪族、芳香族又は混合脂肪族/芳香族の1結合性の $\text{C}_1 \sim \text{C}_{30}$ 、好ましくは $\text{C}_5 \sim \text{C}_{30}$ 、特に好ましくは $\text{C}_5 \sim \text{C}_{20}$ 、極めて特に好ましくは $\text{C}_7 \sim \text{C}_{15}$ 、非常に好ましくは $\text{C}_7 \sim \text{C}_{11}$ の、炭化水素基である。

【0067】

本発明によるゴム混合物は、本発明による少なくとも1つのカーボンブラック、沈降シリカ又は熱分解シリカ、天然に存在する鉱物質充填剤、ケイ酸塩質充填剤、石灰様充填剤又は石灰含有充填剤及びオルガノシランを含むことができる。

【0068】

本発明によるゴム混合物は、ゴム助剤を含むことができる。

【0069】

本発明によるゴム混合物の製造のためには、天然ゴムに加えて、合成ゴムも適している。好ましい合成ゴムは、例えばW. Hofmann, Kautschuktechnologie, Genter Verlag, Stuttgart 1980に記載されている。これらは、とりわけ、

- ・ポリブタジエン(BR)、
- ・ポリイソプレン(IR)、
- ・スチレン/ブタジエンコポリマー、例えばエマルジョンSBR(E-SBR)又は溶液SBR(L-SBR)、好ましくは、全ポリマーを基準として $1 \sim 60$ 質量%、特に好ましくは $2 \sim 50$ 質量%のスチレン含量を有する、

10

20

30

40

50

・クロロブレン（ＣＲ）、
・イソブチレン／イソブレンコポリマー（ＩＩＲ）、
・ブタジエン／アクリロニトリルコポリマー（ＮＢＲ）、好ましくは、全ポリマーを基準として５～６０質量％、好ましくは１０～５０質量％のアクリロニトリル含量を有する、
・部分水素化又は完全水素化されたＮＢＲゴム（ＨＮＢＲ）、
・エチレン／プロピレン／ジエンコポリマー（ＥＰＤＭ）又は
・付加的に官能基、例えばカルボキシ基、シラノール基又はエポキシ基を有する前記のゴム、例えばエポキシ化ＮＲ、カルボキシ官能化ＮＢＲ又はシラノール官能化（－ＳｉＯＨ）もしくはシロキシ官能化（－Ｓｉ－ＯＲ）ＳＢＲ、
並びにこれらのゴムの混合物
を含む。

10

【００７０】

乗用車用タイヤトレッドの製造のためには、－５０℃を上回るガラス温度を有するアニオン重合Ｌ－ＳＢＲゴム（溶液ＳＢＲ）並びにそれらのゴムとジエンゴムとの混合物が特に使用されることができる。

【００７１】

本発明によるゴム混合物は、ゴム工業において知られている、別のゴム助剤、例えば反応促進剤、老化防止剤、熱安定剤、光安定剤、オゾン劣化防止剤、加工助剤、可塑剤、粘着付与剤、噴射剤、染料、顔料、ワックス、増量剤、有機酸、遅延剤、金属酸化物並びに活性剤、例えばジフェニルグアニジン、トリエタノールアミン、ポリエチレングリコール、アルコキシを末端基とするポリエチレングリコール又はヘキサントリオールを含有することができる。

20

【００７２】

前記ゴム助剤は、とりわけ使用目的に応じた常用の量で使用されることができる。常用の量は、ゴムを基準として、例えば０．１～５０質量％の量である。

【００７３】

架橋剤として、硫黄、有機硫黄供与体又はラジカル形成剤が利用されることができる。本発明によるゴム混合物は、さらにまた加硫促進剤を含有することができる。

【００７４】

適した加硫促進剤の例は、メルカプトベンズチアゾール、スルフェンアミド、グアニジン、チウラム、ジチオカルバマート、チオ尿素及びチオカーボネートである。

30

【００７５】

前記加硫促進剤及び架橋剤は、ゴムを基準として、０．１～１０質量％、好ましくは０．１～５質量％の量で、使用されることができる。

【００７６】

前記ゴムと、前記充填剤、場合によりゴム助剤及び前記オルガノシランとのブレンドは、常用の混合装置、例えばロール、密閉式混合機及び混練押出機中で、実施されることができる。通常、そのようなゴム混合物は、密閉式混合機中で製造され、その際にまず最初に１つ又はそれ以上の連続した熱機械的な混練段階において、前記ゴム、本発明によるカーボンブラック、場合により前記シリカ及び前記オルガノシラン及び前記ゴム助剤は、１００～１７０℃で混入される。その際、個々の成分の添加順序及び添加時点は、得られる混合物特性に決定的な影響を及ぼすことができる。こうして得られたゴム混合物は、ついで通常、密閉式混合機中で又はロール上で４０～１２０℃で前記架橋化学薬品と混ぜられ、かつ次のプロセス工程、例えば成形及び加硫のためのいわゆる原料混合物に加工される。

40

【００７７】

本発明によるゴム混合物の加硫は、８０～２００℃、好ましくは１３０～１８０℃の温度で、場合により１０～２００バールの圧力下に、行われることができる。

【００７８】

本発明によるゴム混合物は、成形体の製造、例えば空気入りタイヤ、タイヤトレッド、

50

ケーブルジャケット、ホース、駆動ベルト、コンベヤーベルト、ロールカバー、タイヤ、靴底、パッキンリング、型材(Profilen)及び減衰要素の製造に適している。

【0079】

本発明のさらなる対象は、プラスチック混合物であって、前記プラスチック混合物は、少なくとも1つのプラスチックと、本発明による少なくとも1つのカーボンブラックとを含有することにより特徴付けられている。

【0080】

プラスチックは、例えばPE、PP、PVA又はTPE'sであることができる。本発明によるプラスチック混合物は、ケーブル、管、繊維、フィルム、特に農業用フィルム、工業用プラスチック及び射出成形品の製造に使用されることができる。

10

【0081】

本発明のさらなる対象は、インキであって、前記インキは、本発明による少なくとも1つのカーボンブラックを含有することにより特徴付けられている。

【0082】

本発明のさらなる対象は、印刷インキであって、前記印刷インキは、本発明による少なくとも1つのカーボンブラックを含有することにより特徴付けられている。

【0083】

本発明によるカーボンブラックは、高いC - 14割合、ひいては再生可能な原料由来の炭素の高い割合の利点を有する。それにより、化石燃料CO₂排出が減少される。さらなる利点は、狭い凝集体粒度分布及びそれと結び付いた高いモジュラスである。

20

【図面の簡単な説明】

【0084】

【図1】カーボンブラック反応器の縦断面図。

【実施例】

【0085】

例1（カーボンブラック製造）：

本発明による一連のカーボンブラックは、図1に示されたカーボンブラック反応器中で製造される。

【0086】

図1は、ファーンズ反応器の縦断面図を示す。このカーボンブラック反応器は、燃焼室を有し、この燃焼室中で、カーボンブラック用オイル(Russoele)の熱分解のための熱いプロセスガスが、過剰量の空気酸素の供給下での天然ガスの燃焼により発生される。

30

【0087】

燃焼空気及び燃料の供給は、開口部1を経て燃焼室の正面壁中で行われる。燃焼室は、狭窄部へ円錐形で延びている。カーボンブラック原料は、狭窄部中でラジアルランス3を経て及び/又は軸方向にランス2を経て注入される。狭窄部を移動した後、反応ガス混合物は、反応室中へ膨張する。

【0088】

停止帯域中で、急冷水ランス4を経て水が噴霧される。

【0089】

使用される反応器の寸法は、次のリストから読み取ることができる：

燃焼室の最大直径：220mm

狭窄部までの燃焼室の長さ：556mm

燃焼室の円錐部の長さ：256mm

狭窄部の直径：44mm

狭窄部の長さ：100mm

反応室の直径：200mm

急冷水ランスの最大位置¹⁾ 6160mm

¹⁾ 狭窄部への入口の前から測定（+：入口の後ろ -：入口の前）。

40

【0090】

50

カーボンブラックの製造のために、燃料として、天然ガスと、91.3質量%の炭素含量及び7.87質量%の水素含量を有するカーボンブラック用オイルとが使用される。

【0091】

本発明によるカーボンブラックを製造するための反応器パラメーターは、第1表に記載されている。5つの異なるカーボンブラックが製造される（カーボンブラックR1～R5）。製造条件は、特に、狭窄部中で注入されたカーボンブラック原料の量に関して、相違する。

【0092】

【表1】

第1表：

反応器パラメーター	単位	R1 比較カーボン ブラック	R2	R3	R4	R5
燃焼空気	Nm ³ /h	200	200	200	200	200
燃焼空気の温度	°C	516	520	520	520	520
燃料 (天然ガス)	Nm ³ /h	14	14	14	14	14
カーボンブラック 原料	Kg/h	36	24	26	30	34
カーボンブラック 原料中のなたね油 の割合	質量%	0	100	75	50	14
カーボンブラック 原料の温度	°C	120	120	120	120	120
噴霧器媒体	m ³ N ₂	4	4	4	4	4
添加剤 (K ₂ CO ₃)	g/h	—	—	—	—	—
急冷位置 ¹⁾	mm	4290	4290	4290	4290	4290

¹⁾ 狭窄部への入口から測定

【0093】

製造されたカーボンブラックのカーボンブラック分析特性は、次の規格に従い決定され、かつ第2表に記載されている：

C T A B 表面積：ASTM D-3765

ヨウ素価：ASTM D 1510

S T S A：ASTM D 6556

B E T：ASTM D 6556

O A N 吸収量：ASTM D 2414-00

2 4 M 4 - O A N 吸収量：ASTM D-3493-00

p H 値 : ASTM D 1512

透過 : ASTM D 1618-04

硫黄割合 : ASTM D 1619-03

トルエン可溶性成分割合 : ASTM D 4527-04

揮発性成分 : DIN 53552

ティント : ASTM D 3265-05。

【 0 0 9 4 】

Δ D 5 0 値は、ピーク高さの 1 / 2 での凝集体粒度分布曲線の幅である。D w 値は、凝集体粒度分布の質量平均値である。D m o d e 値は、最大頻度（凝集体粒度分布曲線のピーク最大値）での凝集体粒度である。D 7 5 % / 2 5 % 比は、累積 - 質量凝集体粒度分布を基準として、粒子が小さい方から 7 5 % かつ大きい方から 2 5 % のときの粒子直径と、粒子が小さい方から 2 5 % かつ大きい方から 7 5 % のときの粒子直径との比から計算される。

【 0 0 9 5 】

【 表 2 】

第 2 表：

試料 なたね油の割合	%	N375 - 参考	N220 - 参考	R1 0 参考	R2 100	R3 75	R4 50	R5 14
分析								
CTAB	m ² /g	94	110	105	100	121	108	108
ヨウ素価	mg/g	91	120	109	77	117	112	111
BET	m ² /g	92	113	109	95	127	113	109
STSA	m ² /g	91	109	105	94	118	107	105
OAN	ml/100g	112	114	135	108	122	132	102
24M4 OAN	ml/100g	97	101	90	79	86	89	81
ティント	%	116	117	128	124	136	129	127
透過 425 nm	%	74	100	100	73	100	100	100
透過 355 nm	%	5	99	91	8	95	93	95
透過 300 nm	%	0, 6	98	53	2	71	61	57
pH 値	-	7, 4	7, 1	7, 5	8, 0	6, 7	7, 0	7, 1
硫黄含量	%	0, 16	0, 10	0, 37	0, 05	0, 21	0, 27	0, 36
トルエン可溶性成分割合	%	0, 09	0, 02	0, 01	0, 10	0, 04	0, 04	0, 04
揮発性含分 950 °C	%	2, 09	1, 77	1, 54	1, 38	1, 77	1, 70	1, 52
Dw	nm	85	77	79	71	67	76	72
Dmode	nm	80	74	74	68	62	72	66
Δ D 50	nm	60	54	53	37	42	45	47
比 D75 % / 25 %	-	1, 52	1, 49	1, 49	1, 36	1, 43	1, 42	1, 48
フラクション > 150 nm	%	2	0	1	0	0	1	1
Δ D 50 / Dmode	-	0, 75	0, 73	0, 72	0, 54	0, 68	0, 63	0, 71
カーボンブラック原料 の C/H 比	-			1, 2	0, 6	0, 7	0, 8	1, 1
C-14 含量	%	< EKG	< EKG	(< EKG) < 0, 04	0, 26	0, 16	0, 10	0, 06

(EKG = 検出限界 0, 04 %)

【 0 0 9 6 】

例 2 (ゴム技術試験) :

ゴム混合物に使用される配合表は、次の第 3 表に記載されている。その場合に、単位 ph r は、使用される原料ゴム 1 0 0 部を基準とした質量割合を意味する。

【 0 0 9 7 】

ゴム混合物及びそれらの加硫物の一般的な製造方法は、書籍："Rubber Technology Handbook", W. Hofmann, Hanser Verlag 1994に記載されている。

【 0 0 9 8 】

【 表 3 】

第3表：

配合表 [phr]	
物質	
第1段階	
Krynox 1712	137,5
カーボンブラック	75
ZnO	3
ステアリン酸	1,5
Rhenogran DPG-80	0,25
Rhenogran TBBS-80	1,5
Rhenogran S-80	2,25

10

【 0 0 9 9 】

ポリマーKrynox 1712は、Bayer AGの23.5%のスチレン含量を有する油展E - S B Rである。前記ポリマーは、オイル37.5 phrを含有し、かつ51のムーニー粘度(ML 1 +4/100)を有する。

20

Rhenogran DPG-80は、Bayer AGのエラストマー結合されたDPGであり、Rhenogran TBBS-80は、Bayer AGのエラストマー結合されたTBBSであり、かつRhenogran S-80は、Bayer AGのエラストマー結合された硫黄である。

【 0 1 0 0 】

前記ゴム混合物は、密閉式混合機中で第4表中の混練手順に相応して製造される。

【 0 1 0 1 】

【表 4】

第 4 表

1 段	
状態調節	
混練装置	Rheomix 3010 P
回転数	40 min ⁻¹
ラム圧	5 bar
混練室容積	0,38 L
充填度	0,66
処理温度	70 °C
混練過程	
0 ~ 1 min	Krynox 1712
1 ~ 6 min	ZnO, ステアリン酸, Rhenogran DPG-80, カーボンブラック
6 ~ 8,5 min	Rhenogran TBBS-80, Rhenogran S-80
8,5 min	排出する
8,5 ~ 10,5 min	実験室用練りロール機上でシートを形成する
	(処理温度 50 °C,
	フリクション 1:1,4, 24:34 min ⁻¹)
	ロール間隙 0,8 mm で 5 回丸め通しする
	分出しする。

10

20

【0102】

第 5 表には、ゴム試験のための方法がまとめられている。

【0103】

30

【表 5】

第 5 表

物理試験	規格／条件
加硫試験機試験	DIN 53529/3, ISO 6502
ショア A 硬さ	DIN 53505, ISO 7619-1
ボールはね返り, 60 °C (%)	ASTM D 2632-01
粘弾性	DIN 53513, ISO 4664-1
リングの引張試験	DIN 53504, ISO 37
グッドリッチフレクソメータ試験, 0,175 インチストローク 120 min, 23 °C 接触温度 (°C) 穿刺針温度 (°C) 残留変形 (%)	DIN 53533, ASTM D 623 A

40

【0104】

第 6 表は、ゴム技術試験の結果を示している。前記混合物は、レオメーター試験の t 9 5 % で、しかし 170 で 30 min 以下で加硫される。

【0105】

【表 6】

第 6 表

試料 なたね油の割合	%	N 375 -	N 220 -	R1 0	R2 100	R3 75	R4 50	R5 14
原料混合物		参考	参考	参考				
Dmin	dNm	3,36	3,85	4,01	3,52 13,7	4,50 14,8	3,99 14,3	3,64 14,0
Dmax - Dmin	dNm	13,65	13,79	14,32	8	1	0	4
t 10 % 170 °C	min	1,45	1,60	1,49	1,27	1,44	1,45	1,49
t 95 % 170 °C	min	6,17	6,63	6,22	5,90	6,35	6,48	6,60
加硫物								
引張強さ	MPa	20,9	20,1	20,5	20,6	21,0	19,0	19,7
100 % モジュラス	MPa	1,9	1,9	2,1	1,9	1,9	1,9	1,7
300 % モジュラス	MPa	10,5	9,7	10,3	10,0	9,5	9,9	8,5
破断伸び	%	515	525	525	525	550	495	555
ショア A 硬さ	-	66	68	68	66	69	68	66
グッドリッチフレクソメータ 0,175 インチ / 2 h								
- 接触温度	°C	79	89	91	82	97	95	87
- 穿刺針温度	°C	133	149	151	139	149	155	145
- 残留変形	%	10,7	13,1	12,2	12,8	13,9	13,8	11,0
ボールはね返り 60 °C	%	47,0	42,7	42,0	43,3	40,4	42,2	42,2
MTS E* 60 °C 1 +/- 0,5mm	MPa	10,8	11,3	12,0	11,1	12,5	12,4	10,9
MTS E" 60 °C 1 +/- 0,5mm	MPa	3,26	3,71	4,04	3,76	4,46	4,14	3,70
MTS tan δ 60 °C 1 +/- 0,5mm	-	0,323	0,352	0,358	0,36 0	0,37 9	0,35 6	0,36 6
MTS E* 60 °C 50 +/- 25 N	MPa	10,27	10,67	11,6	10,8	12,7	12,3	10,1
MTS E" 60 °C 50 +/- 25 N	MPa	2,61	2,98	3,36	3,04	3,90	3,63	2,93
MTS tan δ 60 °C 50 +/- 25 N	-	0,263	0,292	0,304	0,296	0,324	0,307	0,305

【 0 1 0 6 】

第 6 表の結果は、本発明によるカーボンブラックが、より狭い凝集体粒度分布（ $\Delta D 50 / D mode$ ）及びより高い補強（モジュラス）を有することを示している。

【 0 1 0 7 】

第 6 表の結果は、再生可能なカーボンブラック原料であるなたね油を、再生可能でないカーボンブラック原料と多様にブレンドして使用することにより、本発明によるカーボンブラックが製造されることができ、

・本発明によるカーボンブラックが、参考と比較してより狭い凝集体粒度分布により特徴付けられており、かつタイヤトレッドにおける使用の際に、タイヤ摩耗の減少、ひいてはタイヤのより長期の耐久性をもたらす（タイヤの延長された寿命、ひいては CO_2 の減少）、かつ

・本発明によるカーボンブラックが、参考と比較して明らかにより低いストラクチャー 2 4 M 4 - O A N にもかかわらず、類似した高い補強を有する（類似した高い 3 0 0 % モジュラス）

ことを示している。

【 0 1 0 8 】

10

20

30

40

50

再生可能なカーボンブラック原料であるなたね油を、再生可能でないカーボンブラック原料と多様にブレンドして使用することにより、 CO_2 収支は改善されることができる。

【符号の説明】

【 0 1 0 9 】

1 開口部、 2 ランス、 2 ラジアルランス、 4 急冷水ランス

【 図 1 】

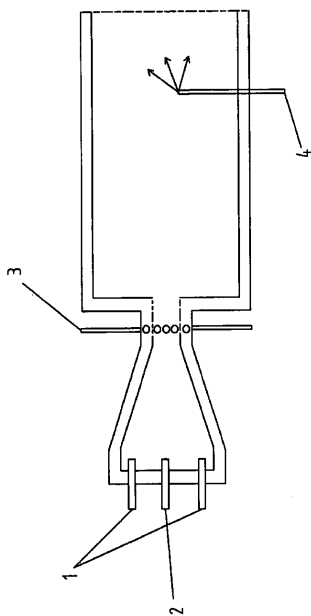


Figure 1

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2009/063171

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
INV. C09C1/44	C09C1/50	C09C1/52 C09C1/54 C08K3/04
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C09C		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 799 866 A2 (DEGUSSA [DE]) 8 October 1997 (1997-10-08) page 3, line 22 - line 55 page 4, line 10 - page 5, line 43; claim 1	1-6
X	WO 92/04415 A1 (CABOT CORP [US]) 19 March 1992 (1992-03-19) cited in the application page 2, line 16 - page 3, line 20 page 7, line 5 - page 10, line 9 page 11, line 4 - page 14, line 13	1-6
X	EP 0 792 920 A1 (MITSUBISHI CHEM CORP [JP]) 3 September 1997 (1997-09-03) cited in the application page 2, line 1 - line 22	6-12
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "Z" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 8 December 2009		Date of mailing of the international search report 30/12/2009
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2260 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer - Siebel, Eric

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2009/063171

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0799866	A2	08-10-1997	DE 19613796 A1	09-10-1997
			ES 2167632 T3	16-05-2002
			JP 3938415 B2	27-06-2007
			JP 10007929 A	13-01-1998
			PT 799866 E	31-05-2002
			US 5859120 A	12-01-1999
WO 9204415	A1	19-03-1992	AU 8441791 A	30-03-1992
			BR 9106793 A	10-08-1993
			DE 69110681 D1	27-07-1995
			DE 69110681 T2	09-11-1995
			EP 0546008 A1	16-06-1993
			JP 2695701 B2	14-01-1998
			JP 6500138 T	06-01-1994
EP 0792920	A1	03-09-1997	DE 69713927 D1	22-08-2002
			DE 69713927 T2	13-03-2003
			JP 3185652 B2	11-07-2001
			JP 9235485 A	09-09-1997
			US 5772975 A	30-06-1998

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2009/063171

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

INV. C09C1/44 C09C1/50 C09C1/52 C09C1/54 C08K3/04

Nach der internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
C09C

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 0 799 866 A2 (DEGUSSA [DE]) 8. Oktober 1997 (1997-10-08) Seite 3, Zeile 22 - Zeile 55 Seite 4, Zeile 10 - Seite 5, Zeile 43; Anspruch 1	1-6
X	WO 92/04415 A1 (CABOT CORP. [US]) 19. März 1992 (1992-03-19) in der Anmeldung erwähnt Seite 2, Zeile 16 - Seite 3, Zeile 20 Seite 7, Zeile 5 - Seite 10, Zeile 9 Seite 11, Zeile 4 - Seite 14, Zeile 13	1-6
X	EP 0 792 920 A1 (MITSUBISHI CHEM CORP [JP]) 3. September 1997 (1997-09-03) in der Anmeldung erwähnt Seite 2, Zeile 1 - Zeile 22	6-12

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen ☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhafte erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfindertischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfindertischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"8" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

8. Dezember 2009

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

30/12/2009

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, --
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Siebel, Eric

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2009/063171

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 0799866 A2	08-10-1997	DE 19613796 A1	09-10-1997
		ES 2167632 T3	16-05-2002
		JP 3938415 B2	27-06-2007
		JP 10007929 A	13-01-1998
		PT 799866 E	31-05-2002
		US 5859120 A	12-01-1999
WO 9204415 A1	19-03-1992	AU 8441791 A	30-03-1992
		BR 9106793 A	10-08-1993
		DE 69110681 D1	27-07-1995
		DE 69110681 T2	09-11-1995
		EP 0546008 A1	16-06-1993
		JP 2695701 B2	14-01-1998
		JP 6500138 T	06-01-1994
EP 0792920 A1	03-09-1997	DE 69713927 D1	22-08-2002
		DE 69713927 T2	13-03-2003
		JP 3185652 B2	11-07-2001
		JP 9235485 A	09-09-1997
		US 5772975 A	30-06-1998

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)
C 0 9 J 11/04 (2006.01)		C 0 9 J 11/04		4 J 0 4 0
C 0 1 B 31/02 (2006.01)		C 0 1 B 31/02	1 0 1 B	
C 0 8 L 101/00 (2006.01)		C 0 8 L 101/00		
C 0 8 L 31/04 (2006.01)		C 0 8 L 31/04		

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LS,MW,MZ,NA,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KM,KN,KP,KR,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PE,PG,PH,PL,PT,RO,RS,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,ST,SV,SY,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,ZA,ZM,ZW

(74)代理人 100112793

弁理士 高橋 佳大

(74)代理人 100128679

弁理士 星 公弘

(74)代理人 100135633

弁理士 二宮 浩康

(74)代理人 100156812

弁理士 篠 良一

(74)代理人 100114890

弁理士 アインゼル・フェリックス＝ラインハルト

(72)発明者 ミハヤエル スタニシェフスキー

ドイツ連邦共和国 ヒュルト ブルクシュトラッセ 9 8

(72)発明者 ゲアノート マイナーツハーゲン

ドイツ連邦共和国 レヴァークーゼン ヴォルケンブルクシュトラッセ 2 1

(72)発明者 パウル メッサー

ドイツ連邦共和国 ブリュール ボンシュトラッセ 4 9 0

(72)発明者 ヨアヒム フレーリヒ

ドイツ連邦共和国 ノイマルクト オーベラー レーラー ヴェーク 4 6 アー

F ターム(参考) 4G146 AA01 AA17 AB01 AC02B AC07B AC27A AC27B AC30A AC30B AD37

AD40 BA21 BA31 BC02 BC13 BC24 BC33B

4J002 AA011 AB011 AB041 AC011 AC021 AH001 AJ001 BB021 BB111 BC021

BD031 BD101 BD181 BE021 BF021 BF051 BG031 BG101 CC001 CD001

CF001 CG001 CH001 CL001 CM031 CM041 CN031 DA036 FD016 FD200

GJ02 GM01 GN01

4J037 AA02 BB15 BB16 BB17 BB19 DD05 FF17 FF30

4J038 EA011 HA026

4J039 BA04 EA36 GA24

4J040 HA026 LA06