

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3839330号

(P3839330)

(45) 発行日 平成18年11月1日(2006.11.1)

(24) 登録日 平成18年8月11日(2006.8.11)

(51) Int. Cl. F I  
**C09C 1/48 (2006.01)** C O 9 C 1/48  
**B29C 47/00 (2006.01)** B 2 9 C 47/00

請求項の数 11 (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2002-35689 (P2002-35689)	(73) 特許権者	501073862
(22) 出願日	平成14年2月13日 (2002.2.13)		デグサ アクチエンゲゼルシャフト
(65) 公開番号	特開2002-322386 (P2002-322386A)		D e g u s s a A G
(43) 公開日	平成14年11月8日 (2002.11.8)		ドイツ連邦共和国 デュッセルドルフ ベ
審査請求日	平成16年12月13日 (2004.12.13)		ニクゼンプラッツ 1
(31) 優先権主張番号	10107228.7		B e n n i g s e n p l a t z 1, D
(32) 優先日	平成13年2月16日 (2001.2.16)		- 4 0 4 7 4 D u e s s e l d o r f,
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)		Germany
		(74) 代理人	100061815
			弁理士 矢野 敏雄
		(74) 代理人	100094798
			弁理士 山崎 利臣
		(74) 代理人	100099483
			弁理士 久野 琢也

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、その使用および該カーボンブラックを含有するゴム配合物

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

C T A B - 表面積  $10 \sim 35 \text{ m}^2 / \text{g}$  および D B P 吸収量  $40 \sim 180 \text{ ml} / 100 \text{ g}$  を有するカーボンブラックにおいて、凝集体粒子径分布の D 5 0 値が  $340 \text{ nm}$  よりも大であることを特徴とする、カーボンブラック。

## 【請求項2】

凝集体粒子径分布の M 値が 2 より大である、請求項1記載のカーボンブラック。

## 【請求項3】

凝集体粒子径分布の標準偏差が  $300 \text{ nm}$  より大である、請求項1記載のカーボンブラック。

## 【請求項4】

凝集体粒子径分布の D 7 5 % / 2 5 % 比が、2 . 4 より大である、請求項1記載のカーボンブラック。

## 【請求項5】

D B P / D B P 比が 0 . 3 5 より大である、請求項1記載のカーボンブラック。

## 【請求項6】

【数 1】

$$\frac{\Delta DBP \cdot 100}{DBP^2} - \text{比}$$

が、 $0.29 \text{ (ml / 100 g)}^{-1}$  より大である、請求項 1 記載のカーボンブラック。

【請求項 7】

反応器の軸に沿って燃焼帯域、反応帯域および停止帯域を有するファーネスブラック反応器中で、酸素含有ガス中での燃料の完全燃焼により、燃焼帯域中で熱い排ガス流を発生させ、かつ燃焼帯域から反応帯域を通過させて排ガスを停止帯域へと案内し、カーボンブラック原料を反応帯域中で熱い排ガスへと混合し、かつ停止帯域中で水の噴霧によりカーボンブラック形成を停止することにより、請求項 1 記載のカーボンブラックを製造する方法において、液状および気体状のカーボンブラック原料を狭窄箇所中で噴射することを特徴とする、カーボンブラックの製造方法。

10

【請求項 8】

ラジアルランスを用いてカーボンブラック原料を噴射する、請求項 7 記載のカーボンブラックの製造方法。

【請求項 9】

ゴム配合物中の補強材カーボンブラックとしての請求項 1 記載のカーボンブラックの使用。

20

【請求項 10】

押出成形異形材中での補強材カーボンブラックとしての請求項 1 記載のカーボンブラックの使用。

【請求項 11】

ゴム、請求項 1 記載のカーボンブラック、場合により沈降シリカ、オルガノシランおよび/またはその他のゴム助剤を含有する、ゴム配合物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、カーボンブラック、その製造方法ならびにその使用に関する。

30

【0002】

【従来の技術】

工業的に最も重要なカーボンブラックの製造方法は、炭素含有のカーボンブラック原料を酸化熱分解することに基づいている。この場合、カーボンブラック原料を高温で酸素の存在下に不完全燃焼させる。この種のカーボンブラック製造法は、たとえばファーネスブラック法、ガスブラック法およびフレイムブラック法である。炭素含有のカーボンブラック原料として、主に多環式の芳香族カーボンブラックオイルを使用する。酸化熱分解の生成物流は、水素および一酸化炭素を含有する排ガスおよびその中に懸濁している微粒子状のカーボンブラックからなり、該カーボンブラックをフィルター装置により排ガス流から分離する。次いで、こうして得られたカーボンブラックをより良好なハンドリングのために、大部分を湿式もしくは乾式造粒法においてビーズブラックとして調製する。この製造方法から生じるカーボンブラックの水分を、最終的な乾燥により 1 質量%未満へと低下させる。

40

【0003】

工業的に製造されるカーボンブラックは、90%以上が、ゴム配合物を製造する際の充填剤として、および補強材として使用される。重要な使用分野は、自動車製造における高充填パッキング用異形材である。このような一般的なゴム配合物は、合成ゴム、有利には EPDM 20 ~ 40 質量%、カーボンブラック 20 ~ 50 質量%、鉱油およびその他の助剤ならびに加硫剤としての硫黄もしくは過酸化物を含有している。

【0004】

50

カーボンブラックは、その特殊な特性により、配合物の粘度、射出速度および成形後の膨潤度、充填剤分散、硬度、圧縮ひずみおよびこのようなパッキング用異形材の多くのその他の特性に影響を与える。そのような異形材配合物のためには、規定の硬度において、押出成形後の膨潤度が低く、射出速度が高く、分散性が良好であることが要求される。このことにより特に経済的な異形材の製造が可能になる。

【0005】

重要なパラメータは、比表面積、特にCTAB表面積であり、これはカーボンブラックのゴムに作用する表面割合(rubber-effective surface portion)のための基準である。CTAB表面積の低下と共に、射出速度および分散性が高まる。

【0006】

カーボンブラックのその他の重要なパラメータは、出発ストラクチャのための測定値であるDBP-吸収量、およびカーボンブラックの機械的負荷後になお残留する残りのストラクチャのための基準である24M4-DBP吸収量である。高いDBP値は、良好な分散性および低い射出膨潤度につながる。

【0007】

異形材配合物のためには、 $10 \sim 50 \text{ m}^2 / \text{g}$ のCTAB表面積および $80 \sim 160 \text{ ml} / 100 \text{ g}$ のDBP吸収量を有するカーボンブラックが適切である。

【0008】

EP0609433から、低いヨウ素価および高いDBP吸収量を有するファーンブラックが公知である。

【0009】

低い比表面積および高いストラクチャにも係わらず、公知のカーボンブラックの欠点は、部分結晶質のEPDMタイプをベースとする臨界配合(critical formulation)が増大する際に分散性が劣り、かつ経済的な条件によって混合時間がますます短くなることである。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、ゴム異形材配合物中で高い充填度において、従来のカーボンブラックよりも迅速かつ良好に分散し、かつ同時に迅速な押出成形が可能であり、かつ成形後の膨潤度が低いカーボンブラックを提供することである。

【0011】

【課題を解決するための手段】

上記課題は本発明により、CTAB表面積 $10 \sim 35 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、有利には $10 \sim 30 \text{ m}^2 / \text{g}$ およびDBP吸収量 $40 \sim 180 \text{ ml} / 100 \text{ g}$ 、有利には $70 \sim 160 \text{ ml} / 100 \text{ g}$ を有するカーボンブラックにおいて、凝集体粒子径分布のD50値が $340 \text{ nm}$ より大、有利には $400 \text{ nm}$ より大、特に有利には $500 \text{ nm}$ より大であることを特徴とするカーボンブラックにより解決することが判明した。凝集体粒子径分布の全ての値は、質量分布に基づく。

【0012】

凝集体粒子径分布のM値( $D_w$  および  $D_{mode}$  からの商)は、2より大、有利には2.15より大、特に有利には2.3より大であってもよい。凝集体粒子径分布の標準偏差は、 $300 \text{ nm}$ より大であってもよい。凝集体粒子径分布のD75%/25%比は、2.4より大であってもよい。DBP/DBPの比は、0.24より大、有利には0.35より大、特に有利には0.45より大であってもよい。

【0013】

【数2】

$$\frac{\Delta \text{DBP} \cdot 100}{\text{DBP}^2} - \text{比}$$

【0014】

10

20

30

40

50

は、 $0.29 (\text{ml} / 100 \text{g})^{-1}$  より大、有利には $0.30 (\text{ml} / 100 \text{g})^{-1}$  より大であってもよい。カーボンブラックはファーネスブラックであってもよい。

【0015】

本発明のもう1つの課題は、反応器の軸に沿って燃焼帯域、反応帯域および停止帯域を有するファーネスブラック反応器中で、酸素含有ガス中での燃料の完全燃焼により燃焼帯域中で熱い排ガス流の発生させ、かつ燃焼帯域から反応帯域を通過させて排ガスを停止帯域へと案内し、カーボンブラック原料を反応帯域中で熱い排ガスへと混合し、かつ停止帯域中で水の噴霧によりカーボンブラック形成を停止させることにより、本発明によるカーボンブラックを製造する方法において、液状および気体状のカーボンブラック原料を狭窄箇所中で噴射することを特徴とする、カーボンブラックの製造方法により解決する。カーボンブラック原料は、ラジアルランスを用いて噴射してもよい。2～64個、有利には8～32個、特に有利には12～16個のラジアルランスを使用することができる。オイル-ラジアルランス対ガス-ラジアルランスの比率は、4：1～1：4、有利には1：1であってもよい。オイル-ラジアルランスおよびガス-ラジアルランスは、交互に配置されていてもよい。その際、オイル-ラジアルランスおよびガス-ラジアルランスの侵入深さは、異なってもよい。

10

【0016】

液状のカーボンブラック原料は、圧力、蒸気、圧縮空気または気体状のカーボンブラック原料を用いて噴霧することができる。

【0017】

有利には、気体状のカーボンブラック原料も、液状のカーボンブラック原料も同時に狭窄箇所へ供給することができる。

20

【0018】

このことによりカーボンブラック中に、気体から形成される割合と、液体から形成される割合とが存在する。

【0019】

意外なことに、原料として比較的小さい気体量を狭窄箇所で使用することにより、カーボンブラックの比表面積の明らかな低下が生じる。従って $20 \text{m}^2 / \text{g}$ より小さい比表面積は、中程度のオイル量で比較的簡単に、かつ粗粒を含まずに本発明により製造することができる。さらに、天然ガスは、その他の熱分解の動力学に基づいてカーボンブラックオイルと比較して特に幅広い凝集体粒子径分布を生じる。

30

【0020】

空気過剰率を特徴付けるための測定値として、しばしばいわゆるKファクターを使用する。Kファクターとは、燃料の化学量論的な燃焼のために必要とされる空気量の、実際に燃焼に供給される空気量に対する比率である。従って、Kファクター1は、化学量論的な燃焼を意味する。空気過剰の場合、Kファクターは1より小さい。その際、公知のカーボンブラックの場合のように、 $0.2 \sim 0.9$ のKファクターを適用することができる。Kファクター $0.2 \sim 0.5$ で有利に作業することができる。

【0021】

液状の原料として、液状の脂肪族もしくは芳香族の、飽和もしくは不飽和炭化水素またはこれらの混合物、コールタール、あるいは石油留分の触媒分解またはナフサもしくは軽油の分解によるオレフィンの製造の際に生じる残油からの蒸留物を使用することができる。

40

【0022】

気体状のカーボンブラック原料として、気体状の脂肪族の、飽和もしくは不飽和炭化水素、これらの混合物または天然ガスを使用することができる。

【0023】

記載の方法は、特定の反応器形状に限定されない。むしろ、種々の反応器タイプおよび反応器サイズを適合させることができる。

【0024】

カーボンブラック原料の噴霧装置として、純粋な圧力噴霧バーナー（1物質噴霧器）も、

50

内部もしくは外部混合装置を有する2物質噴霧器も使用することができ、その際、噴霧媒体として、気体状のカーボンブラック原料を使用することができる。従って前記の気体状のカーボンブラック原料と液状のカーボンブラック原料との組合せは、たとえば液状のカーボンブラック原料のための噴霧媒体として、気体状のカーボンブラック原料を使用することにより実現することができる。

【0025】

液状のカーボンブラック原料の噴霧のために、2物質噴霧器を使用してもよい。1物質噴霧器の場合、送分量の変更が液滴サイズの変化につながる場合もある一方で、2物質噴霧器の場合の液滴サイズは、送分量とはほぼ無関係に影響を受ける場合がある。

【0026】

カーボンブラックオイルおよび気体状の炭化水素、たとえばメタンをカーボンブラック原料として同時に使用する際、気体状の炭化水素をカーボンブラックオイルとは別にして一組のガスランスを介して熱い排ガス流へと噴射することができる。

【0027】

本発明によるカーボンブラックは補強材用のカーボンブラックとしてゴム配合物中で、特に押出成形異形材のための使用することができる。

【0028】

本発明のもう1つの課題は、ゴム、本発明によるカーボンブラック、場合により沈降シリカ、オルガノシランおよび/またはその他のゴム助剤を含有することを特徴とする、ゴム配合物により解決される。

【0029】

本発明によるゴム配合物を製造するために、天然ゴム以外に、合成ゴムもまた適切である。有利な合成ゴムはたとえばW. Hofmann, Kautschuktechnologie, Genter Verlag, Stuttgart 1980に記載されている。これは特に

ポリブタジエン(BR)、

ポリイソプレン(IR)、

スチレン含有率1~60質量%、有利には5~50質量%を有するスチレン/ブタジエン-コポリマー(SBR)、

イソブチレン/イソプレン-コポリマー(IIR)、

アクリロニトリル含有率5~60質量%、有利には10~50質量%を有するブタジエン/アクリロニトリル-コポリマー(NBR)、

エチレン/プロピレン/ジエン-コポリマー(EPDM)、

ならびにこれらのゴムの配合物

を含んでいる。

【0030】

本発明によるゴム配合物は、ゴム工業で公知のその他のゴム助剤、特に反応促進剤、反応遅延剤、老化防止剤、安定剤、加工助剤、可塑剤、ワックス、金属酸化物ならびに活性化剤、たとえばトリエタノールアミン、ポリエチレングリコール、ヘキサントリオールを含有していてもよい。

【0031】

ゴム助剤は、特に使用目的に合わせた通例の量で使用することができる。通例の量は、たとえばゴムに対して0.1~50質量%の量である。

【0032】

架橋剤として、硫黄、有機硫黄供与体またはラジカル形成剤を使用することができる。本発明によるゴム配合物はさらに、加硫促進剤を含有していてもよい。

【0033】

適切な加硫促進剤の例は、メルカプトベンゾチアゾール、スルフェンアミド、グアニジン、チウラム、ジチオカルバメート、チオ尿素およびチオカーボネートである。

【0034】

加硫促進剤および架橋剤は、ゴムに対して0.1~10質量%、有利には0.1~5質量

10

20

30

40

50

%の量で使用することができる。

【0035】

ゴムと充填剤、場合によりゴム助剤およびオルガノシランの混合は、通常の混合装置、たとえばローラ、密閉式ミキサーおよび混合押出装置中で実施することができる。通常、このようなゴム配合物は、密閉式ミキサー中で製造され、その際、まず2以上の連続する熱機械的な混合段階で、ゴム、本発明によるカーボンブラック、場合によりシリカおよびオルガノシランおよびゴム助剤を100～170 で混合する。その際、個々の成分を添加する順序および添加する時点は、得られる配合物の特性に決定的な影響を与える。次いで、こうして得られたゴム配合物に、通常、密閉式ミキサー中またはローラを用いて、40～110 で架橋剤を添加し、かつその後の方法工程、たとえば形状付与および加硫のための、いわゆる原料配合物へと加工する。

10

【0036】

本発明によるゴム配合物の加硫は、80～200、有利には130～180の温度で、場合により10～200パールの圧力下に行うことができる。

【0037】

本発明によるゴム配合物は、成形体の製造のため、たとえば空気タイヤ、タイヤトレッド、ケーブル被覆、ホース、駆動ベルト、コンベアベルト、ローラ被覆、タイヤ、靴底、パッキングリング、異形材および制動部材の製造のために適切である。

【0038】

本発明によるカーボンブラックは、改善された分散性、低減した射出成形後の膨潤度および高い充填度による改善された経済性の利点を有する。

20

【0039】

本発明によるカーボンブラックは、特に良好な分散挙動により低粘性のゴム配合物において優れている。

【0040】

【実施例】

本発明による一連のカーボンブラックを図1に記載のカーボンブラック反応器中で製造した。

【0041】

図1は、ファーンレス反応器の縦断面を示す。カーボンブラック反応器は、燃焼室を有しており、ここでカーボンブラックオイルの熱分解のために、過剰量の空気酸素の供給下で天然ガスの燃焼により熱いプロセスガスが発生する。

30

【0042】

燃焼用空気および燃料の供給は、燃焼室の前面の開口部1を介して行う。燃焼室は、狭窄箇所へ向かって円錐形になっている。カーボンブラック原料をラジアルランス2を介して狭窄箇所へと噴射した。狭窄箇所を通過した後に、反応ガス混合物は、反応室へと膨張する。

【0043】

停止帯域では、クエンチング水用ランス3によって水が供給される。

【0044】

使用される反応器の寸法は、以下に記載のリストから読み取ることができる：

40

	I	II
燃焼室の最大直径：	930mm	1143mm
燃焼室から狭窄箇所までの長さ：	2127mm	1985mm
燃焼室の円錐形の部分の長さ：	1307mm	1180mm
狭窄箇所の直径：	114mm	260mm
狭窄箇所の長さ：	80mm	320mm
反応室の直径：	875mm	1400mm
クエンチング水ランスの最大位置 (n) <sup>1)</sup> ：	9705mm	14750mm

10

m

1) 入口から狭窄箇所までを測定 (+ : 入口の後、- : 入口の前)

本発明によるカーボンブラックを製造するために燃料として天然ガスおよび炭素含有率 9.1.3 質量% および水素含有率 7.87 質量% を有するカーボンブラックオイルを使用する。

【0045】

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のパラメータは、第1表に記載されている。6種の異なるカーボンブラックを製造した(カーボンブラック R1 ~ R6)。製造条件は特に狭窄箇所中で噴射したカーボンブラックオイルおよび天然ガスの量に関して異なっている。

20

【0046】

製造されるカーボンブラックは、特性付けおよびゴム配合物への混入前に通例の方法により湿式造粒した。

【0047】

【表1】

第1表：

反応器	I				II		
	単位	R1	R2	R3	R4	R5	R6
反応器パラメータ							
燃焼用空気	Nm <sup>3</sup> /h	1800	1800	1800	1800	6800	5300
燃焼用空気の温度	°C	492	490	496	520	640	520
燃料（天然ガス）	Nm <sup>3</sup> /h	67	67	67	67	108	155
カーボンブラックオイル	Kg/h	730	830	675	780	3950	3150
カーボンブラックオイルの温度	°C	148	116	118	121	170	170
狭窄箇所における天然ガス	Nm <sup>3</sup> /h	10	10	10	10	140	160
添加剤 (K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	g/h	-	-	15	-	-	-
クエンチング位置 <sup>1)</sup>	mm	9705	8290	9705	8290	14750	14750

<sup>1)</sup> 狭窄箇所への入口から測定

## 【0048】

製造されるカーボンブラックのカーボンブラック分析データ値は、以下の基準から確認され、かつ第2表に記載されている：

CTAB表面積：ASTM D-3765、  
 ヨウ素価：ASTM D-1510、  
 STSA：ASTM D-4820/5816、  
 DBP吸収量：ASTM D-2414、  
 24M4-DBP-吸収量：ASTM D-3493。

## 【0049】

DBP値は、DBP吸収量の値から24M4-DBP-吸収量の値を減ずることにより計算される。

## 【0050】

凝集体粒子径分布を測定するために、Brookhaven社の赤色発光ダイオードを有する分離板型遠心沈降機BI-DCPを使用する。この装置は、微粒子状の固体の凝集体粒子径分布を吸光率の測定により測定するために特別に開発されたものであり、かつ凝集体粒子径分布の測定のための自動的な測定プログラムおよび評価プログラムを有している。

## 【0051】

測定を実施するために、まず、エタノール200ml、アンモニア溶液5滴およびトリトンX-100(Triton X-100)0.5gおよびこれに脱塩水を加えて1000mlとなる分散液を製造した。さらにトリトンX-1000.5g、アンモニア溶液5滴およびこれに脱塩水を加えて1000mlとなるスピニング液(spinning liquid)を調製した。

## 【0052】

その後、カーボンブラック20mgに分散液20mlを添加し、かつ冷却浴中、溶液中で100ワットの超音波(80%パルス)を用いて4.5分、懸濁させた。

10

20

30

40

50

## 【0053】

実際の測定を開始する前に、回転数  $11000 \text{分}^{-1}$  で30分間、遠心分離機を運転した。回転する分離板へ、エタノール  $1 \text{ml}$  を噴霧し、かつその後、慎重にスピン液  $15 \text{ml}$  を添加して下層を形成した。約1分後に、カーボンブラック懸濁液  $250 \mu\text{l}$  を噴霧し、かつ装置の測定プログラムを開始し、かつスピン液を遠心分離機中でドデカン  $50 \mu\text{l}$  を用いて上層を形成した。測定すべきそれぞれのサンプルから二重測定を実施した。

## 【0054】

次いで、装置の計算プログラムを用いて散乱光補正器を考慮し、かつ自動的なベースライン適応により生データ曲線の評価を行った。

## 【0055】

D50は、ピーク高さの半分における凝集体粒子径分布曲線の幅である。D<sub>w</sub>値は凝集体粒子径分布の質量平均値である。D<sub>m o d e</sub>値は、最大頻度を有する凝集体の粒径である(凝集体粒子径分布曲線のピーク最大値)。M値は、D<sub>w</sub>およびD<sub>m o d e</sub>からの係数である。D75%/25%比は、総質量基準の凝集体粒子径分布に対して、粒子の75%がより小さく、かつ粒子の25%がより大きい粒径および粒子の25%がより小さく、かつ粒子の75%がより大きい粒径の商から計算される。

## 【0056】

## 【表2】

第2表:

		I				II	
		R1	R2	R3	R4	R5	R6
カーボンブラック							
CTAB	m <sup>2</sup> /g	20	17	19	25	18	18
ヨウ素価	mg/g	18	16	16	24	14	14
STSA	m <sup>2</sup> /g	19	16	18	24	16	16
DBP	ml/100g	141	118	79	149	131	138
CDBP	ml/100g	76	76	60	79	73	75
ΔDBP	ml/100g	65	42	19	70	68	73
ΔDBP/DBP		0.46	0.36	0.24	0.47	0.52	0.53
$\frac{\Delta\text{DBP} \times 100}{\text{DBP}^2}$	(ml/100g) <sup>-1</sup>	0.33	0.30	0.30	0.32	0.40	0.38
D <sub>w</sub>	nm	523	555	558	429	511	497
D <sub>mode</sub>	nm	153	161	317	195	223	213
M-値		3.42	3.45	2.2	2.94	2.29	2.33
Δ D50	nm	576	621	512	437	398	350
s	nm	307	326	287	267	304	317
D 75%/25%		2.54	2.57	2.58	2.48	2.45	2.49

10

20

30

40

50

## 【 0 0 5 7 】

ゴム配合物のために使用される処方を用いた以下の第3表に記載する。その際、p h r という単位は、使用される原料ゴム100部に対する質量割合を表す。ゴム配合物および加硫ゴムの製造するための一般的な方法は次の文献に記載されている："Rubber Technology Handbook", W. Hofmann, Hanser Verlag 1994。

## 【 0 0 5 8 】

参照用カーボンブラック1は、ヨウ素価  $21.7 \text{ mg/g}$ 、CTAB  $24.3 \text{ m}^2/\text{g}$ 、DBP  $115.9 \text{ ml}/100 \text{ g}$ 、CDBP  $78.0 \text{ ml}/100 \text{ g}$  および D50 値  $296 \text{ nm}$  を有する。

## 【 0 0 5 9 】

## 【表3】

第3表

物質	C1 (phr)	C2 (phr)
<b>第1段階</b>		
Buna EP G 5455	150	150
参照用カーボンブラック 1	130	-
カーボンブラックR1	-	130
ZnO	5	5
ステアリン酸	2	2
Lipoxol 4000 (PEG)	5	5
パラフィンオイル	50	50
<b>第2段階</b>		
バッチ段階 1		
MBT	1	1
TBzTD	1.2	1.2
Renocure TP/S	2	2
硫黄	1.5	1.5

## 【 0 0 6 0 】

バイエル社(Bayer AG)のポリマーEP G 5455は、EPDMポリマーである。

## 【 0 0 6 1 】

参照用カーボンブラック1は、EB160であり、これはデグッサ社(Degussa AG)の、慣用的に製造されるファーンブラックである。

## 【 0 0 6 2 】

ヒュルス社(Huels AG)のLipoxol 4000 (PEG)は、ポリエチレングリコール活性化剤である。

## 【 0 0 6 3 】

サンオイルカンパニー社(Sun Oil Company) (ベルギー)のパラフィンオイルは、可塑剤

## 【 0 0 6 4 】

バイエル社のMBT (Vulkazit Mercapto C)は、加硫促進剤である。

## 【 0 0 6 5 】

アクゾ社(Akzo Chemie GmbH)のTBzTD (PerKacit TBzTD)は、第二の加硫促進剤である。

## 【 0 0 6 6 】

ラインヒエミーライナオ社(Rhein Chemie Rheinau GmbH)のRenocure TP/Sは、加硫促進剤である。

## 【 0 0 6 7 】

ゴム配合物は、密閉式ミキサー中で、第4表の混合規定に相応して製造した。

【0068】

【表4】

第4表

<b>第1段階</b>		
<b>調整</b>		
混合装置	Werner & Pfleiderer GK 1.5 E	
回転数	60 分 <sup>-1</sup>	
ピストン圧	5.5 パール	10
空体積	1.58 L	
充填度	0.56	
貫流温度	70°C	
<b>混合工程</b>		
0 ~ 1 分	Buna EP G 5455, カーボンブラック, ZnO, ステアリン酸, パラフィンオイル	
1 分	酸性化, Lipoxol 4000	
1 ~ 5 分	混合	
5 分	排出	
バッチ温度	110 ~ 130 °C	
貯蔵	室温で 24 h	20
<b>第2段階</b>		
<b>調整</b>		
混合装置	Werner & Pfleiderer GK 1,5 E	
回転数	50 分 <sup>-1</sup>	
ピストン圧	5.5 パール	
空体積	1.58 L	
充填度	0.54	
貫流温度	70°C	30
<b>混合工程</b>		
0 ~ 2 分	バッチ段階 1, MBT, TBzTD, 硫黄, Rhenocure TP/S	
2 分	排出	
バッチ温度	90 ~ 105°C	

【0069】

第5表にゴムの試験法をまとめた。

【0070】

【表5】

40

## 第5表

物理試験	規格/条件
ML 1+4, 100°C	DIN 53523/3, ISO 667
リングを用いた引張試験, 23°C	DIN 53504, ISO 37
引張強さ (MPa) 引張応力 (MPa) 破断点伸び (%)	
ショアーA硬度, 23°C (SH)	DIN 53 505
反撥弾性, 23°C (%)	ASTM D 5308
分散液 フィリップス ( )	ISO/DIS 11345
分散液 粗さ/トポグラフィ	DE-PS 19917975による

10

## 【0071】

実施例中で、参照用配合物 C 1 と、本発明によるカーボンブラック R 1 を含有する配合物 C 2 とをを比較した。

## 【0072】

第6表は、ゴム工業的な試験の結果を示す。配合物を 170 で12分間加硫した。

## 【0073】

## 【表6】

20

## 第6表

		C1	C2
ML (1+4)	(MU)	48	49
ショアーA硬度	(SH)	56	56
引張強さ	(MPa)	8.7	8.2
引張応力 100 %	(MPa)	2.3	2.1
引張応力 300 %	(MPa)	7.3	6.7
破断点伸び	(%)	380	390
反撥弾性	(%)	59.3	60.1
分散液 フィリップス	( )	6	8
分散液 粗さ/トポグラフィ			
Ra	[ $\mu\text{m}$ ]	0.764	0.234
Pc	[1/cm]	30	1
ピークの数	2-5 $\mu\text{m}$	224	16
ピークの数	5- 10 $\mu\text{m}$	71	5
ピークの数	10 - 15 $\mu\text{m}$	10	0
ピークの数	> 15 $\mu\text{m}$	5	0
ピーク面積	[%]	9	0.8

30

## 【0074】

40

第6表のデータから明らかに認識されるように、本発明によるカーボンブラックを含有する配合物 C 2 の分散液は、参照用配合物 C 2 と比較して明らかに改善されている。

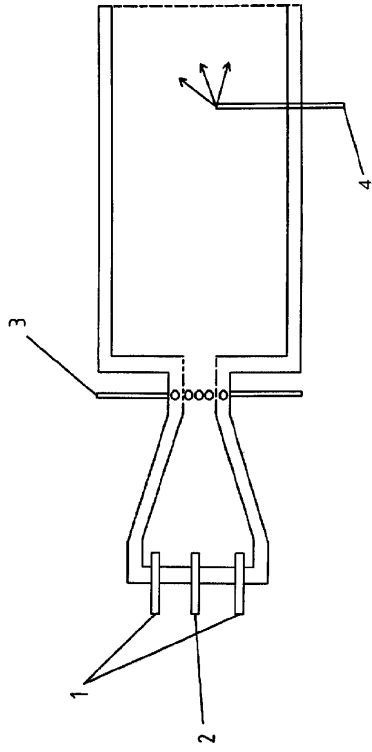
## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明によるカーボンブラック反応器を示す。

## 【符号の説明】

1 開口部、 2 ランス、 3 クエンチング水用ランス

【 図 1 】



---

フロントページの続き

- (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
- (74)代理人 230100044  
弁護士 ラインハルト・アインゼル
- (72)発明者 ブルクハルト フロイント  
ドイツ連邦共和国 エルフトシュタット ケルナー リング 90

審査官 山田 泰之

- (56)参考文献 特開平11-302557(JP,A)  
特開平11-172145(JP,A)  
特表平07-500631(JP,A)  
特表平09-512581(JP,A)  
特表平07-500371(JP,A)  
国際公開第00/014162(WO,A1)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
C09C 1/48  
B29C 47/00