

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4444503号
(P4444503)

(45) 発行日 平成22年3月31日(2010.3.31)

(24) 登録日 平成22年1月22日(2010.1.22)

(51) Int.Cl.

C09C 1/50 (2006.01)

F 1

C09C 1/50

請求項の数 8 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2000-553517 (P2000-553517)
(86) (22) 出願日	平成11年6月9日(1999.6.9)
(65) 公表番号	特表2002-517590 (P2002-517590A)
(43) 公表日	平成14年6月18日(2002.6.18)
(86) 國際出願番号	PCT/US1999/013042
(87) 國際公開番号	W01999/064522
(87) 國際公開日	平成11年12月16日(1999.12.16)
審査請求日	平成18年5月31日(2006.5.31)
(31) 優先権主張番号	60/088,620
(32) 優先日	平成10年6月9日(1998.6.9)
(33) 優先権主張国	米国(US)

(73) 特許権者	391010758 キャボット コーポレイション CABOT CORPORATION アメリカ合衆国、マサチューセッツ 02 210-2019、ボストン、トゥー シ ーポート レーン、スイート 1300
(74) 代理人	100077517 弁理士 石田 敏
(74) 代理人	100092624 弁理士 鶴田 準一
(74) 代理人	100087871 弁理士 福本 積
(74) 代理人	100082898 弁理士 西山 雅也

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】カーボンブラックの製造方法と装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

リアクターの第1ステージにおいて、リアクターの以降のステージを流れて行くのに十分な速度と、カーボンブラック生成原料を熱分解させるのに十分な温度を有する燃焼ガス流を発生させ、

リアクターの第2ステージにおいて、燃焼ガスの中にカーボンブラック生成原料を注入し、カーボンブラックと燃焼ガスを含む反応流を生成させ、

カーボンブラック生成原料の注入後の反応流に、軸方向に、反応流を包み込む流体の流れであって、酸化剤、窒素又はこれらの混合物を少なくとも含むガス流であるが、リアクターの第1ステージからの燃焼ガス流ではない流体の流れを導入し、得られた包み込まれた反応流を、リアクターの第3ステージの少なくとも一部を通過させ、

カーボンブラック生成物を冷却、分離、回収する、

ことを含むカーボンブラックの製造方法。

【請求項 2】

流体の流れを、リアクターの第3ステージに入る反応流を包み込むように導入する請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

流体の流れを旋回を有して導入する請求項2に記載の方法。

【請求項 4】

流体の流れが排ガスを含む請求項1に記載の方法。

10

20

【請求項 5】

上流端と下流端、及び燃料と酸化剤の導入が可能な少なくとも1つのポートを有する燃焼ゾーン、

上流端と下流端を有する先細直径のゾーンであって、上流端から下流端の方に細くなり、上流端が燃焼ゾーンの下流端に接続したゾーン、

上流端と下流端を有する遷移ゾーンであって、先細直径ゾーンの下流端に上流端が接続し、原料の導入が可能な少なくとも1つのポートを備えた遷移ゾーン、

リアクター内のプロセス流の流れに軸方向にリアクターの中に流体の流れを導入するための装置であって、上流端と下流端を有し、上流端が遷移ゾーンの下流端に接続した装置、

10

上流端と下流端を有し、上流端が1以上の遷移ゾーンの下流端に接続した反応ゾーン、

上流端と下流端を有する急冷ゾーンであって、上流端が反応ゾーンの下流端に接続し、急冷用流体の導入が可能な少なくとも1つのポートを備えた急冷ゾーン、及び

1つ以上の急冷ゾーンの下流端に接続したカーボンブラックの分離・回収装置、

を備えたモジュール型カーボンブラック製造装置であって、

流体の流れを導入するための装置が、DBP吸油量によって測定される製造時のカーボンブラックのストラクチャーを高めるようにモジュール型カーボンブラック製造装置中に位置される、モジュール型カーボンブラック製造装置。

【請求項 6】

流体の流れをリアクターの中に軸方向に導入するための装置が、中空ベッセル、そのベッセル内に流体の流れを導入する少なくとも1つの入口、及び流体の流れがそのベッセルから出ることを可能にする出口を備えた請求項5に記載の装置。

20

【請求項 7】

出口が環を備えた請求項6に記載の装置。

【請求項 8】

中空ベッセルの入口が、有意な旋回なしに出口の流体の流れを形成するように、出口に対して放射状に配置された請求項6に記載の装置。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

- 発明の分野 -

30

本発明は、カーボンブラックを製造するための新規な方法と装置に関する。

【0002】

- 背景 -

カーボンブラックは、顔料、フィラー、強化材、及びその他の用途に使用され、ゴム組成物やプラスチック組成物の配合や調製におけるフィラーや強化用顔料として広く使用されている。カーボンブラックは、一般に、限定されるものではないが、表面積、表面特性、凝集サイズ、粒子サイズなどの特性に基づいて特徴づけられる。カーボンブラックの特性は、当該技術で公知の次のような試験によって分析評価され、ヨウ素吸着量($I_2N o.$)、窒素吸着量($N_2S A$)、ジブチルフタレート吸油量(DBP)、圧潰カーボンブラックのジブチルフタレート吸油量(CDBP)、セチルトリメチルアンモニウムプロミド吸着量(CTAB)、着色力(TINT)が挙げられる。

40

【0003】

カーボンブラックは、高温燃焼ガスによって炭化水素原料油を熱分解するファーネス型リアクターで製造され、微粒子カーボンブラックを含む燃焼生成物を生成させる。種々のカーボンブラック製造方法が一般に使用される。

【0004】

Kesterらの米国特許第3401020号、又はPollockの米国特許第2785964号(以降、それぞれ「Kester」特許、「Pollock」特許と称する。)に示されたようなタイプのカーボンブラックリアクターにおいて、燃料の好ましくは炭化水素類と酸化剤の好ましくは空気が、第1ゾーンに導入され、反応して高温燃焼ガスを

50

生成する。また、ガス、蒸気、又は液体の状態の炭化水素原料油が第1ゾーンに導入され、そこで炭化水素原料油の熱分解が生じ、カーボンブラックが連続的に生成する。この場合、「熱分解」とは炭化水素の熱による分解を言う。熱分解が進行している得られた燃焼ガス混合物は、反応ゾーンに流入し、そこでカーボンブラック生成反応が完全になる。

【0005】

カーボンブラックの製造に使用されるもう1つのタイプの装置は、モジュール型リアクター又はステージ型リアクターと称される。モジュール(ステージ)型リアクターは、米国再発行特許第28974号、米国特許第3922355号に広く記載されており、これらの開示事項は本願でも参考にして取り入れられている。

【0006】

あるカーボンブラック製造プロセスにおいて、プロセスに導入される全体の酸化剤の一部が、原料油の注入箇所の下流に導入される。米国特許第4105750号は、所与の粒子サイズに対して低いジブチルフタレート吸油量(CDBP)として現れる低めのストラクチャーを有するカーボンブラックの製造方法を記載している。この開示されたプロセスにおいて、プロセスに導入される酸化剤の一部が、原料注入箇所の下流の位置で注入される。

10

【0007】

WO93/18094は、リアクター内のカーボンブラックの粒子と凝集体の生成を第2酸化剤流が阻害しないように、サイズリアクターに第2酸化剤流を添加することを特徴とするカーボンブラックの製造方法を記載している。開示の例において、第2酸化剤流を使用して製造されるカーボンブラックのジブチルフタレート吸油量は、第2酸化剤流が存在しない以外は同じ反応条件を用いて得られるカーボンブラックのジブチルフタレート吸油量よりも低い。

20

【0008】

また、別の特許として、米国特許第3607058号、米国特許第3761577号、米国特許第3887690号は、カーボンブラック製造プロセスを記載している。

カーボンブラックリアクター内の温度は2400°F(1315)~3000°F(1648)、又はそれ以上であることができる。例えば、上記の特許に記載の仕方で付加的酸化剤及び/又は第2空気を反応流の中に導入すると、一般に、反応流の温度が上昇し、空気の注入箇所に近い領域で反応流の温度が3000°F(1648)よりかなり高い温度まで上昇することがある。このかなりな高温は、とりわけ付加的酸化剤を注入する近くで、リアクターの耐火材ライニィングに損傷を生じさせ、及び/又はリアクターの耐火材ライニィングの有用寿命を短くさせことがある。

30

【0009】

したがって、リアクターの耐火材の問題を最小限に抑える材料を、付加的な酸化剤及び/又は炭化水素を含む流体に添加する方法と装置を有することは有益であろう。

【0010】

また、所与の表面積に対して高いD B P吸油量を有するカーボンブラックによって実証される、プロセスによって得られるカーボンブラックのストラクチャーを付加的な酸化剤及び/又は炭化水素を含有する流体を導入することによって高める方法と装置は有益であろう。

40

【0011】

本発明の方法と装置は、上記の利益を達成し、このほかの利益は、以下の説明から当業者には明らかであろう。

一般的なタイプのファーネス型カーボンブラックリアクターについて説明するが、本発明は炭化水素の熱分解及び/又は不完全燃焼によってカーボンブラックが製造される別のファーネス型カーボンブラックリアクターにも使用可能なことを理解されたい。

【0012】

発明の要旨

本発明は、カーボンブラックの製造に使用されるのに特に首尾よく適する方法と装置を提

50

供する。

本発明の1つの局面は、ガス流を包み込む方法と装置である。ガス流を包み込む方法は、ガス流の外側境界の周りに流体の流れ(fluid stream)を導入することでよい。ガス流を包み込むための装置は、中空ベッセル、そのベッセル内に流体の流れを導入する入口、流体の流れがそのベッセルから出ることを可能にする出口を備えることができる。出口は、環又は複数の噴出口であることができる。好ましくは、ベッセルは環、即ち、リング形であり、又はその他の形状であることができる。環又は出口噴出口は、ベッセルの周囲に配置することができる。

【0013】

別の局面において、本発明は、リアクターを通って流れるガス流を流体の流れで包み込む、カーボンブラックの製造方法を提供する。リアクター内のガス流は、カーボンブラック生成原料を燃焼ガス流の中に導入することによって生成させた燃焼ガス流及び／又は反応流(effluent stream)を含むことができる。包み込みは、好ましくは、原料を燃焼ガス流の中に導入した後に生じさせる。流体の流れは、好ましくは、燃焼ガス流及び／又は反応流の外側を囲み、燃焼ガス流及び／又は反応流とリアクター壁の間に流体の流れを位置させる。

10

【0014】

もう1つの局面において、本発明は、カーボンブラックの製造方法を提供する。本発明によると、カーボンブラックの製造方法は、原料注入箇所の後に、リアクター内に軸方向に流体の流れを導入することを含む。流体の流れは上記の仕方で導入することができる。

20

【0015】

もう1つの局面において、本発明は、原料注入箇所の後に、カーボンブラックリアクター内に軸方向に流体の流れを導入するカーボンブラック製造方法を提供し、流体の流れは軸方向に導入する。

【0016】

本発明のプロセスにおいて、流体の流れは、環又は複数の噴出口を通して軸方向に導入することができる。環は同心であり、流体の流れをプロセス流の境界(periphery)の周りに導入する。複数の噴出口が1つ又は複数の環の中に配置されることができる。「軸方向」とは、リアクターの中を通って流れる燃焼ガス流の方向に平行な流れを指称する。円筒状リアクターについては、軸方向は一般に円筒軸に平行である。用語「噴出」は、オリフィス又はノズルから出していく強いはっきりした流れを指称する。

30

【0017】

本発明のこれらの局面において、下記に示す態様は、モジュール型カーボンブラックリアクターの第2ステージから出る燃焼ガス流とカーボンブラック原料の混合物(反応流)を包み込む手段を提供する。本発明の好ましい態様において、流体の流れリアクターに導入される環又は噴出口は、反応流を囲むように配置されることが一般に好ましい。添付の図面から理解されるように、反応流は、リアクターの第2ステージを出るガス流の境界の周りに流体の流れを導入することによって囲まれることができる。リアクターに導入される流体の流れは、リアクター壁から、第2ステージを出る生成ガス流を少なくとも部分的に乱すために使用することができる。この仕方において、リアクターステージの耐火ライニングに及ぼす熱損傷を軽減することができる。

40

【0018】

とりわけ、流体の流れの効果は、反応流がリアクター下流に流れるにつれ、リアクター壁の方向に反応流の接線方向に外側に広がるのを妨げることである。したがって、リアクターに導入された流体の流れの作用は、リアクター壁が曝される温度が低下するように、反応流を包囲、包み込む、又は方向変更されることである。また、本発明により予期される仕方で流体の流れを導入することは、別の方法よりも均一な混合を形成し、それにより、局所的な高温を抑える。

【0019】

もう1つの局面において、本発明は、カーボンブラックリアクターの中に流体の流れを導

50

入する装置を提供する。カーボンブラックリアクター内に流体の流れを導入するための本発明の装置は、中空ベッセル、そのベッセル内に流体の流れを導入する入口、流体の流れがそのベッセルから出るための出口を備える。適切な出口には、環、噴出口、複数の噴出口、又はこれらの組み合わせが挙げられる。好ましくは、出口として、環又は複数の噴出口が使用され、流体の流れがベッセルを出てリアクターに入ることを可能にする。ベッセルは一般に環（リング形）であることができ、又は別の形状でもよい。環は、リングの内径と外径に同心に配置されることができ、及び／又は外側の噴出口がリングの周囲に配置されてもよい。別のあり得る態様において、外側噴出口が、ベッセルの内側部分から外側周囲に同心に配置されることができる。流体の流れの入口は、出口（環又は噴出口）と放射方向に又は実質的に平行に配置され、有意な旋回なしに出ていく流体の流れを形成することができる。あるいは、流体の流れの入口は、出口（環又は噴出口）に接線方向に又は実質的に接線方向に配置され、出ていく流体の流れが流体の旋回を形成するのに十分な接線方向の速度成分を有することもできる。

【0020】

本発明の方法は、本発明の装置を用いて行うことができ、あるいは、当該技術で公知の装置又は本願の開示事項に基づいて当業者に導き出せる装置を用いて行うことができる。

【0021】

別の局面において、本発明は、流体の流れを導入するための本発明の装置を備えたカーボンブラック製造装置を含む。好ましい装置は、モジュール型リアクターであり、このリアクターは、酸化剤を燃料に接触させ、カーボンブラック生成原料を熱分解させるのに十分な温度の燃焼ガス流を生成させる第1又は燃焼ステージ、カーボンブラック生成原料を燃焼ガスの中に導入する第2又は原料導入ステージ、燃焼ガスと原料の混合物が反応してカーボンブラックを生成する第3又は反応ステージを備え、さらに、原料注入箇所の後のリアクター第2又は段落3ステージで流体の流れを導入するための装置をさらに備える。

【0022】

本発明の利益は、流体の流れを導入する方法が、リアクター内に第2の流体の流れを導入するときに一般に伴う耐火ライニングの損耗を最小限にすることである。

本発明のもう1つの利益は、本発明のカーボンブラック製造方法は、所与の表面積に対して高いジブチルフタレート吸油量に現れる高いストラクチャーを有するカーボンブラックを製造するために使用可能であることである。

本発明のその他の利益は、以下の本発明のより詳しい説明から明らかになるであろう。

【0023】

発明の詳細な説明

本発明は、リアクター内のガス流を包み込む方法であって、ガス流の外側境界の周りに流体の流れを導入する方法を提供する。カーボンブラック製造プロセスにおいて、流体の流れが、燃焼ガス流及び／又は反応流の外側境界の周りに導入される。流体の流れは、好ましくは、軸方向に導入され、この軸方向とは、ガス流の全体的な流れ方向に実質的に平行な方向を指称する。流体の流れは、ガス流の流れ方向に並流で導入されることができ、又は向流で導入されることがある。好ましくは、流体の流れは並流で導入される。

【0024】

また、本発明は、ガス状プロセス流の中に流体の流れを導入し、ガス状プロセス流を包み込むことを含むカーボンブラック製造方法を提供する。典型的なカーボンブラックリアクターにおいて、この導入は、原料注入箇所の下流で行うことができる。カーボンブラック製造方法の1つの態様は、プロセス流の中に原料を注入した後にプロセス流を包み込む流体の流れを導入する。

【0025】

また、本方法は、軸方向に流体の流れを導入することをさらに含み、この軸方向とは、リアクター内の燃焼ガス流／反応流の全体的な流れ方向に実質的に平行な方向を指称する。流体の流れは、旋回の有り又は無し、並流又は向流で導入されることがある。

【0026】

10

20

30

40

50

本発明の方法において、導入された流体の流れは、好ましくは、酸化剤、窒素、水素、炭化水素質物質、又はこれらの混合物の少なくとも1種を含むガス状流である。本願における用語「酸化剤」は、酸素を含むものを指称し、例えば、空気、酸素富化空気、炭化水素燃料と空気及び/又は酸素の燃焼生成物、又はこれらの混合流である。本願における用語「炭化水素質物質」は、炭化水素の例えは炭化水素燃料、不完全燃焼した炭化水素燃料を含むガス流の例えはカーボンブラック製造プロセスの燃焼ガス流、又はこれらの流体の混合物を含むものを指称する。

【0027】

また、本発明は、本発明の方法を実施するための軸方向に流体の流れを導入する装置を提供する。本発明の装置は、中空ベッセルの好ましくは中空環、そのベッセル内に流体の流れを導入する1つ以上の入口、及び流体の流れがそのベッセルから出ることを可能にするための少なくとも1つの出口を備える。出口は、1つ以上の環を備えることができる。また、出口は、1つ以上の噴出口を備えることができる。

10

【0028】

入口は、放射状に配置されることができ、又は出口の軸方向に実質的に平行な軸方向に配置されることができ、有意な旋回なしに出口流を形成する。あるいは、入口は、出口の軸方向の接線方向に配置し、旋回を有する出口流を形成することもできる。カーボンブラッククリアクター内に流体の流れを導入するためのより詳しい関連事項は、カーボンブラックを製造するための本発明の方法と装置と併せて下記に示す。

【0029】

20

本発明の方法の1つの態様によると、酸化剤、窒素、水素、炭化水素質物質、又はこれらの混合物を含む流体の流れが、カーボンブラッククリアクターを通る反応流の中に軸方向に導入される。1つの態様において、流体の流れは、酸素の富化を行った又は行っていない空気を含む。別の態様において、流体の流れは、炭化水素、水素、一酸化炭素、二酸化炭素、及び/又はスチームを含む工業的ガス流を含んでなる。工業的ガス流の例は、カーボンブラック製造プロセスの排ガス(tail gas)である。

【0030】

1つの局面において、本発明のカーボンブラック製造方法は、

- a) リアクター内で酸化剤、一次燃料、及びカーボンブラック原料を反応させ、カーボンブラックと燃焼ガスを含む反応流を生成させ、
- b) リアクターの中を通る反応流の流れの方向に軸方向に反応流の中に流体の流れを注入し、
- c) 得られた反応流をリアクターから通過させ、
- d) カーボンブラック生成物を冷却、分離、回収する、

30

ことを含み、

流体の流れは、酸化剤、窒素、水素、炭化水素質物質、又はこれらの混合物を含む。流体の流れの導入は、好ましくは、流体の流れを導入しない以外は同等なプロセス条件を用いて得られたカーボンブラックに比較して、所与のヨウ素吸着量($I_2 N o.$)表面積に対し、高いジブチルフタレート吸油量に現れる高いストラクチャーを有するカーボンブラックの製造をもたらす。

40

【0031】

本発明の方法は、少なくとも3つのステージを有するモジュール型カーボンブラッククリアクターによって好適に行うことができる。このタイプのリアクターに関し、本発明のカーボンブラック製造方法の1つの態様は、

リアクターの第1ステージにおいて、リアクターの以降のステージを流れて行くのに十分な速度と、カーボンブラック生成原料を熱分解させるのに十分な温度を有する燃焼ガス流を発生させ、

リアクターの第2ステージにおいて、燃焼ガスの中にカーボンブラック生成原料を注入し、カーボンブラックと燃焼ガスを含む反応流を生成させ、

カーボンブラック生成原料の注入後の反応流に、軸方向に流体の流れを導入し、得られた

50

反応流をリアクターの第3ステージを通過させ、
カーボンブラック生成物を冷却、分離、回収する、
ことを含む。

【0032】

好ましくは、流体の流れは、リアクターの第3ステージに導入するが、当業者に理解されるように、流体の流れは、原料導入の後方の任意の箇所で導入することができる。
流体の流れは、酸化剤、窒素、水素、炭化水素質物質、又はこれらの混合物を含むことができる。流体の流れの導入は、好ましくは、流体の流れを導入しない以外は同等なプロセス条件を用いて得られたカーボンブラックに比較して、所与のヨウ素吸着量 ($I_2 N o.$) 表面積に対し、高いジブチルフタレート吸油量に現れる高いストラクチャーを有するカーボンブラックの製造をもたらす。 10

【0033】

「ステージ型」又は「モジュール」型リアクターにおいて、液体又は気体の燃料が、第1ステージにおいて、酸化剤の好ましくは空気と反応し、高温燃焼ガスを生成する。このステージは、「バーナー」ステージ、燃焼ステージ、及び／又はリアクター燃焼ゾーンと称される。

高温燃焼ガスは、第1ステージを通ってさらなる1以上のリアクターステージに流下する。一般に、さらなる1以上のリアクターステージとは、少なくとも原料注入ステージと反応ステージを含む。原料注入ステージは、第1(燃焼)ステージと反応ステージの間に位置することができ、チョーク、又は燃焼ステージ又は反応ステージよりも横断面積が小さい狭められた直径のゾーンを備えることができる。また、狭められた直径のゾーンは、当業者には遷移(transition)ゾーンとして知られている。 20

【0034】

カーボンブラックの製造において、炭化水素質原料が、原料注入ステージにおいて、高温燃焼ガスの流路の中に1以上の箇所で注入される。原料は、狭められた直径ゾーンの上流、下流、及び／又はそのゾーンで、高温燃焼ガスの流路に注入される。炭化水素質原料は、液体、気体、又は蒸気であることができ、燃焼ガス流を生成させるために使用されるものと同じでも異なってもよい。一般に、炭化水素質原料は、炭化水素系油又は天然ガスである。ここで、アセチレンのような他の炭化水素質原料も当該技術で知られている。 30

【0035】

原料が導入されると、原料は、燃焼ガス流と混合され、霧化され、その中でガス化する。次いで、燃焼ガスとガス化燃料の混合物は、リアクターステージ(本願では「反応ステージ」とも称する)に流入する。原料を燃焼ガス流の中に導入すると熱分解が開始されるが、ガス化した炭化水素原料のカーボンブラック一次粒子と凝集体への変化は、リアクターステージでも継続する。リアクターの反応ゾーンにおける原料、燃焼ガス、カーボンブラックの滞留時間は、カーボンブラック生成に十分である。リアクターの反応ゾーンにおける燃焼ガスとカーボンブラックの混合物は、本願では「反応流(effluent)」と称する。所望の特性を有するカーボンブラックが生成した後、反応流の温度が、主反応を停止させるために低められる。この主反応を停止させるために反応流の温度を下げるとは、任意の仕方で行うことができ、例えば、反応流の中にクエンチを通して急冷用の流体の流れを注入することによる。当業者には一般に公知なように、カーボンブラックをサンプリングして分析特性を評価し、リアクターで所望のカーボンブラックが製造されると、主反応を停止させる。反応を停止させて公知手段によって反応流を十分に冷却させた後、反応流は、一般に、バグフィルターその他の分離手段に通し、カーボンブラックを回収する。 40

【0036】

上記のプロセスとリアクター、及びその他の公知なリアクターとプロセスの双方において、高温燃焼ガスは、燃焼ガス流の中に注入された炭化水素質原料の熱分解をもたらすのに十分な温度である。カーボンブラック生成原料の注入前の燃焼ガス流の温度は、一般に、少なくとも $2400^{\circ}F$ (1315) である。カーボンブラック生成原料の注入の後、プロセス流の温度は上昇し、 $3000^{\circ}F$ (1648) 又はそれ以上に達することがあ 50

る。これらの温度、及びカーボンブラック製造プロセスにより生じる熱のため、カーボンブラック製造用リアクターは、高温に耐えることができる耐火材料からなるライニイングを備える。

【 0 0 3 7 】

カーボンブラックを製造するための本発明の方法は、反応流がリアクターの少なくとも一部を通って流れるとときに反応流を包み込むための手段を有する。例えば、モジュール型カーボンブラックリアクターに関し、本発明の方法は、

リアクターの第1ステージにおいて、リアクターの以降のステージを流れて行くのに十分な速度と、カーボンブラック生成原料を熱分解させるのに十分な温度を有する燃焼ガス流を発生させ、

10

リアクターの第2ステージにおいて、燃焼ガスの中にカーボンブラック生成原料を注入し、カーボンブラックと燃焼ガスを含む反応流を生成させ、

反応流がリアクター第2ステージを出るときに反応流を包み込み、その包み込まれた反応流は、リアクター第3ステージを通過し、

カーボンブラック生成物を冷却、分離、回収する、
ことを含む。

【 0 0 3 8 】

反応流を包み込む工程は、少なくとも初期の包み込み箇所で、リアクター第3ステージの壁から反応流を方向転換(divert)させる。反応流を包み込む手段は、反応流の流れに軸方向に流体の流れを導入し、リアクター第2ステージを出る反応流を囲むこと 20 でよい。

【 0 0 3 9 】

本発明の方法が実施可能なリアクター型式の横断面図を図1に示す。理解されるように、本発明の方法は、酸化剤含有流を注入するための手段を提供する以外は、カーボンブラックリアクターの改造は必要とせず、したがって、前述の背景で概説したタイプのような他の型式のカーボンブラックリアクターでも実施可能である。

【 0 0 4 0 】

本発明のモジュール型カーボンブラック製造装置の1つの態様は、

上流端と下流端、及び燃焼と酸化剤の導入が可能な少なくとも1つのポートを有する燃焼ゾーン、

30

上流端と下流端を有する先細直径のゾーンであって、上流端から下流端の方に細くなり、上流端が燃焼ゾーンの下流端に接続したゾーン、

上流端と下流端を有する遷移ゾーンであって、先細直径ゾーンの下流端に上流端が接続し、原料の導入が可能な少なくとも1つのポートを備えた遷移ゾーン、

リアクター内のプロセス流の流れに軸方向にリアクターの中に流体の流れを導入するための装置であって、上流端と下流端を有し、上流端が遷移ゾーンの下流端に接続した装置、上流端と下流端を有し、上流端が1以上の遷移ゾーンの下流端に接続した反応ゾーン、上流端と下流端を有する急冷ゾーンであって、上流端が反応ゾーンの下流端に接続し、急冷用流体の導入が可能な少なくとも1つのポートを備えた急冷ゾーン、及び

1つ以上の急冷ゾーンの下流端に接続したカーボンブラックの分離・回収装置、
を備える。

40

【 0 0 4 1 】

軸方向にリアクター内に流体の流れを導入するための装置は、中空ベッセル、そのベッセル内に流体の流れを導入するための少なくとも1つ好ましくは複数の入口、及び流体の流れがベッセルから出るための出口、を備えることができる。出口は、1つの環、複数の環、噴出口、又は複数の噴出口を備えることができる。中空ベッセルの入口は、放射状に配置されることができ、又は出口の軸方向に実質的に平行な軸方向に配置されことができ、有意な旋回のない出口の流体の流れを形成することができる。あるいは、中空ベッセルの入口は、出口の軸方向の接線(tangential)方向に配置され、旋回を有する出口の流体の流れを形成することもできる。

50

【0042】

図1は、米国特許第3922335号に広く記載された型式のモジュール型（ステージ型とも称される）ファーネスカーボンブラックリアクターを横断面図で示すものであり、この特許の開示事項は本願でも参考にして取り入れられている。図1は、先細直径11のゾーンを有する第1ステージ、第2ステージ12、及び第3ステージ18を備えたファーネスカーボンブラックリアクター2を例示する。原料30は、原料注入箇所32から、リアクターの第2ステージ12に注入される。クエンチ40は、第3リアクターステージ18の箇所42に位置し、急冷用流体50をリアクター内に導入する。

【0043】

流体の流れ70を導入するための本発明の装置は、原料注入箇所の下流の箇所72に位置する。装置70は、流体の流れを軸方向に第3流体の流れステージ18の中に導入するための入口ポート71と出口環73を備える。示した態様において、入口ポート71は、出口環73に実質的に平行に配置され、流体の流れを旋回なしにリアクター内に導入する。

10

【0044】

図2aと図2bは、流体の流れをリアクター内に導入するための本発明の装置の態様を示す。図2aは、リアクター内に流体の流れを導入するための本発明の装置70の態様の端面図を示す。示した図は、出口環73を含む端である。図2に示した態様において、入口ポート71は、環73に対して接線方向に配置される。その結果、環は、流体の流れを旋回を有してリアクター内に導入することができる。

【0045】

20

図2bは、流体の流れをリアクター内に導入するための本発明の装置70の別の態様の端面図を示す。示した図は、複数の噴出口72を備えた端部である。図2に示した態様において、入口ポート71は、出口噴出口72に対して接線方向に配置される。その結果、出口噴出口は、旋回を有してリアクター内に流体の流れを導入することができる。また、別の態様として、出口噴出口72の出口装置は、流体の流れに旋回を付与するように構成されることができる。

【0046】

図3は、本発明の方法を実施するためのモジュール型カーボンブラックリアクターの別の態様を示す。図3に示したリアクター構造は、下記の例で使用したものである。

30

図3に関し、カーボンブラックリアクター3は、段階部分を有する先細注入11のゾーンを有する第1ステージ10、第2の原料注入ステージ12、第2のリアクターステージ18を備える。原料30は、リアクターの第2ステージ12で原料注入箇所32から注入される。クエンチ40は、第3リアクターステージ18の箇所42に位置し、急冷用流体をリアクター内に導入する。

【0047】

第1の燃焼ステージ10の、先細直径のゾーン11が始まる箇所までの直径はD-1で示されており、ゾーン11の段階の直径はD-2、ゾーン12の直径はD-3と示されている。第1のステージの燃焼ゾーン10の、先細直径のゾーン11が始まる箇所までの直径はL-1で示されており、段階まで先細直径ゾーンの長さはL-2で示されており、段階から原料注入ゾーンが始まるまでの長さはL-3と示されている。原料注入ゾーンの全長はL-4と示されている。ゾーン11の端と原料注入箇所32の間の距離はFと示されている。

40

【0048】

リアクター3は、流体の流れ70を導入するための本発明の装置を、原料注入箇所の下流に位置する箇所72に備える。装置70は、第3リアクターステージ18の中に軸方向に流体の流れを導入するための、図2aに示した入口ポート71と出口環73を備える。示した態様において、入口ポート71は、環73に対して放射状に配置され、流体の流れをリアクター内に旋回なしに導入する。装置70の寸法は、L-5とL-6で示されている。

【0049】

50

図3に示したリアクターにおいて、第3リアクターステージ18への入口は、先太直径のゾーン19を備え、次いで、段階ゾーン20、直径が太くなるゾーン21、さらに、一定直径の第1ゾーン22を備える。リアクターの角度を設けた部分の後に、一定直径の第2ゾーンが存在する。

【0050】

D-4は、リアクター内に流体の流れを導入するために使用される環73の内径を示す。D-5は、環73の外径を示す。最も広い箇所でのゾーン19の直径はD-6で示され、ゾーン19の長さはL-7で示されている。最も狭い箇所でのゾーン21の直径はD-7で示され、ゾーン21の長さはL-8で示されている。ゾーン22の直径はD-8で示され、ゾーン22の長さはL-9で示されている。

10

【0051】

ゾーン23の直径はD-10で示されている。ゾーン22とゾーン24の間のリアクター上部の降下はH-1で示され、ゾーン22とゾーン24の間のリアクター下部の降下はH-2で示されている。ゾーン24の直径はD-9で示されている。

第3ステージ18の始まりから、クエンチが位置する箇所42までの距離はQと示されている。

【0052】

図1～図3に関し、カーボンブラックを製造するため、液体又は気体の燃料に、適切な酸化剤流の例えれば、空気、酸素、空気と酸素の混合物等を接触させることによって燃焼ゾーンに高温ゾーンを発生させる。高温燃焼ガスを発生させるために燃焼ゾーン10の中で酸化剤流に接触させる燃料は、容易に燃焼させ得る任意の気体、蒸気、又は液体のが使用に適し、例えれば、天然ガス、水素、一酸化炭素、メタン、アセチレン、アルコール類、ケロシンが挙げられる。ここで、炭素含有成分とりわけ炭化水素を高い割合で有する燃料を使用することが一般に好ましい。空気／燃料の比は、使用される燃料の種類による。天然ガスが本発明のカーボンブラックを製造するために使用される場合、空気／燃料の比は、約10：1～約100：1である。高温燃焼ガスの発生を容易にさせるため、酸化剤流を予熱することができる。

20

【0053】

高温燃焼ガス流は、ゾーン10と11からゾーン12、さらにゾーン18に流れて行く。高温燃焼ガスの流れ方向は、図1～3に矢印で示されている。カーボンブラック生成原料30は、箇所32から導入される。先細直径ゾーン11の端から下流の箇所32までの距離はFで示されている。ここで示した例において、カーボンブラック生成原料30は、高温燃焼ガスの内部領域に侵入する複数の噴出口を通って注入され、高温燃焼ガスとカーボンブラック生成原料の高効率の剪断・混合を確保し、原料をカーボンブラック粒子と凝集体に迅速かつ完全に分解・転化させる。

30

【0054】

カーボンブラック生成用炭化水素原料として本発明で使用するのに適するものは、リアクター内の条件下で容易に揮発するものであり、不飽和炭化水素の例えればアセチレン、オレフィンの例えればエチレン、プロピレン、ブチレン、芳香族類の例えればベンゼン、トルエン、キシレン、特定の飽和炭化水素、氣化された炭化水素の例えればケロシン、ナフタレン類、テルペン、エチレンタール、芳香族サイクル原料等が挙げられる。

40

【0055】

カーボンブラック生成原料と高温燃焼ガスの混合物は、下流のゾーン12を通ってカーボンブラックリアクターのゾーン18に流れて行く。酸化剤、窒素、水素、炭化水素質物質、又はこれらの混合物を含む流体の流れは、リアクターステージ18の入口で開口部70と環73を通って軸方向に反応流の中に導入される。流体の流れは、リアクターステージ18の内部領域に侵入するのに十分な圧力で導入される。

【0056】

箇所42に位置して急冷用流体50を注入するクエンチ40は、反応流の反応を停止させるために使用する。本発明の方法によると、クエンチ40は、所望の特性を有するカーボ

50

ンブラックが生成するまで反応流に反応を起こさせることを可能にする箇所 42 に位置する。Q は、ゾーン 18 の前端からクエンチ箇所 42 までの距離であり、クエンチ位置によって変化する。

【 0057 】

高温燃焼ガスとカーボンブラック生成原料の混合物が急冷された後、冷却されたガスは、任意の通常の冷却と分離の装置に流れ込み、それによって、カーボンブラックが回収される。ガス流からのカーボンブラックの分離は、集塵機、サイクロン、バグフィルターのような通常手段によって容易に行うことができる。この工程の後、限定されるものではないが、造粒や乾燥のような何らかの緻密化手段を行うことができる。

【 0058 】

本発明の特徴と利益を、以下に例によってさらに例証する。

下記の試験方法は、例で得られたカーボンブラックの分析特性の測定・評価のために用いた。カーボンブラックのヨウ素吸着量 (I₂N o.) は ASTM の試験法 D 1510 にしたがって測定した。カーボンブラックペレットの DBP (ジブチルフタレート吸油量) は ASTM の試験法 D 3493 - 86 にしたがって測定した。

【 0059 】

- 例 -

この例は、図 3 に示し、本願で説明の下記に寸法を記載したリアクターによるカーボンブラック製造方法にしたがって行った。この例において、燃焼反応の一次燃料は天然ガスであり、約 298 K (77 °F) の外界温度でカーボンブラック製造プロセスに供給した。使用した液体原料は、いずれの例においても、市販の炭化水素混合物とした。

各例において、燃焼空気を含む流体の流れを、開口部 70 と環 73 を通して旋回なしに導入した。リアクターの寸法と実験条件は次の通りである。

【 0060 】

【表 1】

10

20

例	1	2
D - 1, cm	19.0	19.0
D - 2, cm	14.0	14.0
D - 3, cm	10.9	10.9
D - 4, cm	15.2	15.2
D - 5, cm	18.7	18.7
D - 6, cm	33.3	33.3
D - 7, cm	76.2	76.2
D - 8, cm	91.4	91.4
D - 9, cm	68.6	68.6
L - 1, cm	61.0	61.0
L - 2, cm	30.5	30.5
L - 3, cm	14.0	14.0
L - 4, cm	27.6	27.6
L - 5, cm	1.9	1.9
L - 6, cm	5.0	5.0
L - 7, cm	7.6	7.6
L - 8, cm	7.6	7.6
L - 9, cm	621.0	621.0
L - 10, cm	61.0	61.0
H - 1, cm	34.3	34.3
H - 2, cm	11.4	11.4
F, cm	2.5	2.5
Q, cm	10.7	10.7
位置32, チップ数とサイズmm	6X1.32	6X1.78
原料流量kg h ⁻¹	677	728
原料温度°C	176	179
K ⁺ 添加ppm／原料	8	8
全空気nm ³ h ⁻¹	1870	1879
一次燃焼空気量nm ³ h ⁻¹	1832	1315
一次燃焼空気温度°C	402	402
一次天然ガス量nm ³ h ⁻¹	76	54
一次天然ガス温度°C	15	15
空気／ガスの燃焼比	9.85	9.85
流体注入nm ³ h ⁻¹	38	564
バーナー等価比	0.40	0.40
全等価比	4.00	4.18
アクシャル空気%	2	30

【0061】

【表2】

10

20

30

カーボンブラック特性	例1	例2
I ₂ NO, m ² / g	30.1	30.0
DBP, cc / 100 g	68	74.6

【0062】

40

50

例1～2は、カーボンブラックのD B Pに現れる、本発明の方法によって得られるカーボンブラックのストラクチャーに及ぼす流体の流れの付加の効果を例証する。例2に示されているように、リアクターステージ1～8に付加する流体の流れの割合を高めると、例1に比較して約10%高いD B Pを有するカーボンブラックが得られている。

本願で記載の本発明の態様は、本発明を限定するものではないことを明確に理解すべきである。本発明は、上記の開示事項と請求の範囲に含まれる全ての変更を包含するものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の1つの態様によるモジュール型ファーネスカーボンブラックリアクターの一部の断面図を示す。
10

【図2】 図2aと図2bは、カーボンブラックリアクター内に流体の流れを導入するための本発明の装置の態様を示す。

【図3】 例で使用したモジュール型ファーネスカーボンブラックリアクターの一部の横断面図である。

【図1】

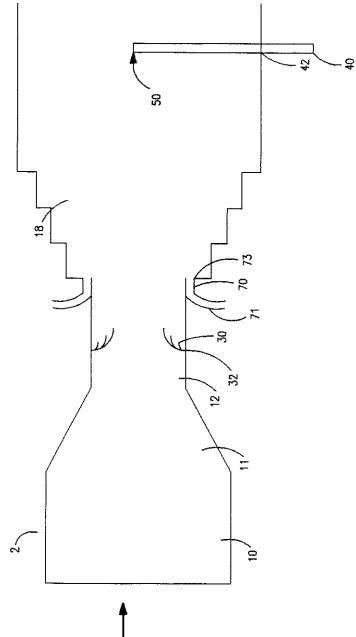


FIG. 1

【図2】

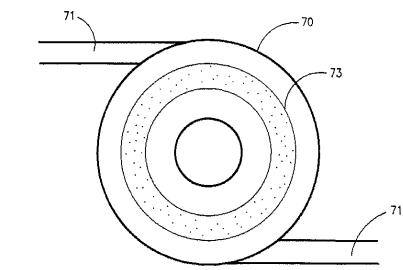


FIG. 2a

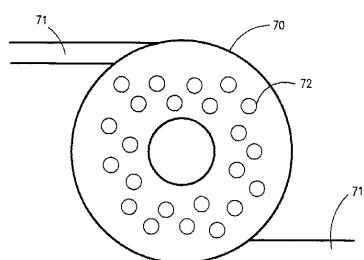
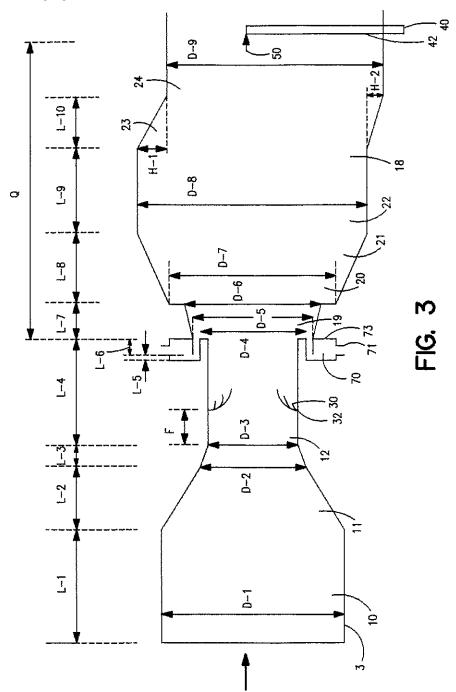


FIG. 2b

【 四 3 】



フロントページの続き

(74)代理人 100081330

弁理士 樋口 外治

(72)発明者 グリーン, マーチン シー.

アメリカ合衆国, マサチューセッツ 01719, ボックスボロー, スティール レーン 119

審査官 門前 浩一

(56)参考文献 特表平06-505298 (JP, A)

特開平08-060024 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09C 1/50