

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2013-166899

(P2013-166899A)

(43) 公開日 平成25年8月29日(2013.8.29)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C09C 1/50 (2006.01)	C09C 1/50	4J002
C08L 7/00 (2006.01)	C08L 7/00	4J037
C08L 9/00 (2006.01)	C08L 9/00	
C08K 3/04 (2006.01)	C08K 3/04	

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2012-32316 (P2012-32316)
 (22) 出願日 平成24年2月17日 (2012.2.17)

(71) 出願人 000116747
 旭カーボン株式会社
 新潟県新潟市東区鷗島町2番地
 (74) 代理人 100116481
 弁理士 岡本 利郎
 (72) 発明者 高橋 泰輔
 新潟県新潟市東区鷗島町2番地 旭カーボン株式会社内
 Fターム(参考) 4J002 AC011 AC061 AC071 AC081 AC091
 BB151 BB181 BB241 DA036 FD016
 GM01 GN01
 4J037 AA02 BB15 BB28 BB36 BB37
 DD05 DD07 DD30 FF17

(54) 【発明の名称】 ソフト系ファーンエスカーボンブラック及びこれを配合したゴム組成物

(57) 【要約】

【課題】 ゴムに配合したとき、先願発明の諸特性を維持しつつ、リボン切れの防止やリボンの食い込み性の向上、押出し形状の保持性の向上を実現できるソフト系ファーンエスカーボンブラック、及びこれを配合したゴム組成物の提供。

【解決手段】 N2SAが35～50m²/g、DBPAが100～130mL/100g、トルエン着色透過度が80%以上であって、遠心沈降法で得られるアグリゲートサイズの最頻度ストークス径(Dmode)が、下記式(1)で表される関係を満たすと共に100～200nmの範囲にあり〔式中の(IA)はヨウ素吸着量〕、

$$Dmode \{ (DBPA)^2 - (IA)^2 \}^{1/2} + 78 \dots (1)$$

かつ、下記式(a)で表されるアグリゲートサイズ分布指数(X)が0.68～0.72の範囲にあるソフト系ファーンエスカーボンブラック。

$$X = \frac{\Delta D - 50}{Dmode} \quad \text{式(a)}$$

(式中、D-50は、アグリゲートサイズ分布の半値幅を表す。)

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

窒素吸着比表面積 (N2SA) が 35 ~ 50 m² / g、ジブチルフタレート吸油量 (DBPA) が 100 ~ 130 mL / 100 g、トルエン着色透過度が 80% 以上の基本特性を有するソフト系ファーネスカーボンブラックにおいて、遠心沈降法で得られるアグリゲートサイズの最頻度ストークス径 (Dmode) が、下記式 (1) で表される関係を満たすと共に 100 ~ 200 nm の範囲にあり〔式中の (IA) はヨウ素吸着量〕、

$$Dmode = \{ (DBPA)^2 - (IA)^2 \}^{1/2} + 78 \dots (1)$$

かつ、下記式 (a) で表されるアグリゲートサイズ分布指数 (X) が 0.68 ~ 0.72 の範囲にあるソフト系ファーネスカーボンブラック。

【数 4】

$$X = \frac{\Delta D - 50}{Dmode} \quad \text{式(a)}$$

(式中、D - 50 は、アグリゲートサイズ分布の半値幅を表す。)

【請求項 2】

天然ゴム及び / 又は合成ゴムに、請求項 1 記載のソフト系ファーネスカーボンブラックを配合したことを特徴とするゴム組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ソフト系ファーネスカーボンブラック及びこれを配合したゴム組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

カーボンブラックは、その主たる用途であるゴム配合時の付与特性、すなわち加工性と補強性により分類されており、主なソフト系カーボンブラックとしては、半補強性ファーネスカーボンブラック (SRF)、汎用ファーネスカーボンブラック (GPF)、良押出性ファーネスカーボンブラック (FEF) などがある。

上記の「ソフト系」という名称表現は、ゴム配合時において軟らかいゴム組成物を与えることから生じたものであり、ゴム配合時の作業性が良い、配合物の発熱性が低い、多量配合ができるなどの特徴を有し、タイヤカーカス用、チューブ用、ベルト、シート材、ウェザーストリップなどのゴム部材の充填補強剤として広く利用されている。

これに対して「ハード系」カーボンブラック、すなわちゴム配合時に硬いゴム組成物を与えるカーボンブラックがあり、主なハード系カーボンブラックとしては、超耐摩耗性ファーネスカーボンブラック (SAF)、準超耐摩耗性ファーネスカーボンブラック (ISAF)、高耐摩耗性ファーネスカーボンブラック (HAF) があり、タイヤトレッド用ゴム配合物、各種ベルト類などに使用されている。

【0003】

ところで、カーボンブラックの基本的特性として、ヨウ素吸着量 (IA) や窒素吸着比表面積 (N2SA) などで評価される比表面積、ジブチルフタレート吸油量 (DBPA) などで評価されるカーボンブラック粒子の繋がりによる高次構造 (ストラクチャー) があることは周知であるが、カーボンブラックのゴムに対する特性付与の評価は、上記二つの特性のみでは不可能であることが広く認識されるようになってきており、これらの特性だけでゴム特性を制御することは困難である。

このような状況に鑑み、本発明者はヨウ素吸着量 (IA) が 15 ~ 25 mg / g、ジブチルフタレート吸油量 (DBPA) が 100 ~ 150 mL / 100 g の特性を有するファーネスカーボンブラックにおいて、遠心沈降分析によるストークス相当径の最頻度値 (D_{st}: 本願発明の定義における JIS 表記「Dmode」に相当) が、下記式 1 の算出値よりも大きく、かつ着色力が下記式 2 よりも小さい、ソフト系ファーネスカーボンブラッ

10

20

30

40

50

クを提案した（特許文献1参照）。

$$\text{式 1} \quad Dst \quad (DBPA) - 7.5 \times (IA) + 350$$

$$\text{式 2} \quad \text{着色力} \quad (IA) + 25$$

このカーボンブラックは、ゴムに多量のカーボンブラックを配合した時の分散不良及びゴム配合物の押出特性の低下を改善すると共に、反発弾性、圧縮永久歪みなどの特性を向上させる効果がある。しかしながら、ヨウ素吸着量の範囲が従来のカーボンブラックよりも低い側にあるため、補強性、特に引張り特性が低下する傾向にあった。

【0004】

この欠点を改良するため、本発明者は、ヨウ素吸着量（IA）が35～50mg/gで、ジブチルフタレート吸油量（DBPA）が120mL/100gを超え140mL/100g未満の範囲内にあり、DBPA（DBPA-24M4DBPA）が40mL/100gを超え50mL/100g未満の範囲内にあり、かつ、遠心沈降分析によるカーボンブラックアグリゲートのストークス相当径の最多頻度値（Dst）が、

$$Dst \quad \{ (DBPA)^2 - (IA)^2 \}^{1/2} + 80 \dots (1)$$

の関係を満足することを特徴とする、特許文献1のカーボンブラックよりも表面積が大きいソフト系ファーネスカーボンブラックを提案した（特許文献2参照）。このカーボンブラックによれば、ゴム組成物における分散性を著しく改良でき、ゴム組成物に対して優れた反発弾性と圧縮永久歪み特性を付与することができる。

しかしながら、これらのストラクチャーの高いカーボンブラックは、配合ゴムのムーニー粘度の上昇による押出し特性の低下や加硫ゴムの破断伸び特性の低下等を招来するという問題を含んでいた。

そのため、上記特許文献1、2に係る先願発明によって達成された特性を維持しつつ、ゴム配合物の押出し特性を更に向上させることのできるカーボンブラックへの要望が強くなり、その対応が急務となっていた。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特開平2-11664号公報

【特許文献2】特開平3-227375号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明は、ゴムに配合したとき、前記先願発明の諸特性（分散性、補強性）を維持しつつ、リボン切れの防止やリボンの食い込み性の向上を実現できるソフト系ファーネスカーボンブラック、及びこれを配合したゴム組成物の提供を目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

上記課題は、次の1)～2)の発明によって解決される。

1) 窒素吸着比表面積（N2SA）が35～50m²/g、ジブチルフタレート吸油量（DBPA）が100～130mL/100g、トルエン着色透過度が80%以上の基本特性を有するソフト系ファーネスカーボンブラックにおいて、遠心沈降法で得られるアグリゲートサイズの最頻度ストークス径（Dmode）が、下記式（1）で表される関係を満たすと共に100～200nmの範囲内にあり〔式中の（IA）はヨウ素吸着量〕、

$$Dmode \quad \{ (DBPA)^2 - (IA)^2 \}^{1/2} + 78 \dots (1)$$

かつ、下記式（a）で表されるアグリゲートサイズ分布指数（X）が0.68～0.72の範囲にあるソフト系ファーネスカーボンブラック。

10

20

30

40

【数 1】

$$X = \frac{\Delta D - 50}{D_{mode}} \quad \text{式(a)}$$

(式中、 $D - 50$ は、アグリゲートサイズ分布の半値幅を表す。)

2) 天然ゴム及び/又は合成ゴムに、1)記載のソフト系ファーネスカーボンブラックを配合したことを特徴とするゴム組成物。

【発明の効果】

【0008】

本発明によれば、従来の F E F の利点である押出特性について、ゴム物性を低下させることなく、更に特性を向上させることができ、ゴムに配合したとき、前記先願発明の諸特性(分散性、補強性)を維持しつつ、リボン切れの防止やリボンの食い込み性の向上を実現できるソフト系ファーネスカーボンブラック、及びこれを配合したゴム組成物を提供できる。

10

【図面の簡単な説明】

【0009】

【図 1】本発明のカーボンブラックの製造に好適な製造炉の一例を示す縦断面図。

【図 2】図 1 の先頭部の部分拡大縦断面図。

【0010】

以下、上記本発明について詳しく説明する。

20

本発明者は、鋭意研究を進めた結果、前記 1) の発明において規定したような窒素吸着比表面積 (N 2 S A)、ジブチルフタレート吸収量 (D B P A)、トルエン着色透過度を有するファーネスカーボンブラックにおいて、遠心沈降法で得られるアグリゲートサイズの最頻度ストークス径 (D m o d e) が、下記式 (1) で表される関係を満たすとともに 1 0 0 ~ 2 0 0 n m の範囲にあり〔式中の (I A) はヨウ素吸着量〕、

$$D_{mode} \{ (D B P A) ^ 2 - (I A) ^ 2 \} ^ { 1 / 2 } + 7 8 \cdots (1)$$

かつ、下記式 (a) で表されるアグリゲートサイズ分布指数 (X) が 0 . 6 8 ~ 0 . 7 2 の範囲にあるソフト系ファーネスカーボンブラックを見出した。前記 D m o d e の好ましい範囲は 1 0 0 ~ 1 8 0 n m である。

【数 2】

30

$$X = \frac{\Delta D - 50}{D_{mode}} \quad \text{式(a)}$$

(式中、 $D - 50$ は、アグリゲートサイズ分布の半値幅を表す。)

上記カーボンブラックをゴムに配合した場合、従来の F E F と比べて、ゴム物性を維持しつつ、リボン切れの防止やリボンの食い込み性の向上、押出形状の保持性の向上を実現できる。

【0011】

なお、前記 1) の発明の前提となる窒素吸着比表面積 (N 2 S A)、ジブチルフタレート吸油量 (D B P A)、トルエン着色透過度の要件を満たすカーボンブラックは公知である。窒素吸着比表面積 (N 2 S A) が $3 5 \text{ m}^2 / \text{g}$ を下回るとゴム配合物の粘度が過度に低下して押出し時の形状保持が困難となり、 $5 0 \text{ m}^2 / \text{g}$ を上回ると粘度が過度に上昇し、押出しが困難となる。また、ジブチルフタレート吸油量 (D B P A) が $1 0 0 \text{ mL} / 1 0 0 \text{ g}$ を下回ると押出し後の収縮が大きくなり、 $1 3 0 \text{ mL} / 1 0 0 \text{ g}$ を上回ると耐圧縮永久歪み性が低下する。また、トルエン着色透過度が 8 0 % を下回ると、ゴム配合物の汚染性を回避することが困難となるため、好ましくは 8 5 % 以上、より好ましくは 9 0 % 以上である。

40

【0012】

更に、下記式 (b) で表される窒素吸着比表面積 (N 2 S A) とヨウ素吸着量 (I A) の比 (Y) が 0 . 9 ~ 1 . 1 で、下記式 (c) で表される窒素吸着比表面積 (N 2 S A)

50

とCTAB吸着比表面積（CTAB）の比（Z）が0.9～1.1であると、より効果的に上記物性を向上させることができるので好ましい。

【数3】

$$Y = \frac{N2SA}{IA} \quad \text{式(b)}$$

$$Z = \frac{N2SA}{CTAB} \quad \text{式(c)}$$

10

【0013】

また、本発明ではカーボンブラックの表面性状を表す指標としてアグリゲートサイズ分布指数（X）を用いたが、この（X）が0.72を上回ると、未加硫ゴム生地の腰の強さが弱くなるため押出特性の向上を実現することが困難となり、0.68を下回ると、急激に未加硫ゴム生地の粘度が上昇するため、加工性の維持が困難となる。

更に、前記（Y）（Z）が規定範囲にあると、一層ゴム物性が向上する。

【0014】

本発明のカーボンブラックが適用可能なゴムとしては、天然ゴム、スチレン-ブタジエンゴム、イソプレンゴム、クロロプレンゴム、エチレン-プロピレン-ジエン共重合ゴム、ブチルゴム、ハロゲン化ブチルゴム、アクリルニトリル-ブタジエンゴムなどが挙げられる。これらのゴムを任意に組み合わせたブレンドゴムに適用してもよい。

20

【実施例】

【0015】

以下、実施例及び比較例を示して本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例により限定されるものではない。

【0016】

実施例1～6、比較例1～5

〔製造例〕

図1及び図2に示した構造のオイルファーネス炉〔特開平7-316460号公報（出願人 旭カーボン株式会社参照）を用いて本発明のFEFを製造した。カーボンブラックの物理化学特性は、原料油導入量、原料油導入温度、燃焼室導入空気量、反応室導入空気量及び急冷位置までの距離を変更することにより制御した。図1中のa～hは急冷水圧入噴霧装置の設置位置を示し、a～hのいずれかを選択して急冷水圧入噴霧装置を設置することにより急冷位置までの距離を変えた。原料油の性状は表1に示したとおりである。

30

【0017】

【表1】

代表特性			特性値
比重	(JIS K 2249)	[15/4°C]	1.053
動粘度	(JIS K 2283)	[cSt @ 50°C]	17.6
水分	(JIS K 2275)	[%]	0.13
残留炭素	(JIS K 2270)	[%]	8.57
初留点	(JIS K 2254)	[°C]	177
BMCI	(米国鉱山局指数)		134

40

【0018】

実施例及び比較例のカーボンブラック製造条件を表2、表3に示す。

【表 2】

製造条件	製造例No.	実施例					
		1	2	3	4	5	6
原料油導入量	[kg/h]	2050	2000	2000	1950	2000	1900
原料油導入圧力	[MPa]	2	2	2	2	2	2
原料油導入位置 (反応室上流端より)	[mm]	450	450	450	450	450	350
原料油噴霧ノズル本数	[本]	4	4	4	4	4	4
原料油予熱温度	[°C]	150	150	150	150	150	150
燃料供給量	[kg/h]	130	145	130	185	145	165
導入総空気量 (可燃性流体導入室への)	[kg/h]	3300	4200	4100	3500	3800	4400
空気温度	[°C]	500	600	500	500	400	700
空気圧力	[MPa]	3	3	3	3	3.5	3
反応室導入空気量	[kg/h]	1700	1000	1000	2000	1500	1000
空気温度	[°C]	500	600	500	500	400	700
空気圧力	[MPa]	3	3	3	3	3	3
急冷位置までの距離 (原料油導入位置から)	[mm]	10000	13000	12500	9500	12500	12500

10

【表 3】

製造条件	製造例No.	比較例				
		1	2	3	4	5
原料油導入量	[kg/h]	1950	2000	2100	2000	2000
原料油導入圧力	[MPa]	2	2	2	2	2
原料油導入位置 (反応室上流端より)	[mm]	450	450	450	450	550
原料油噴霧ノズル本数	[本]	4	4	4	4	4
原料油予熱温度	[°C]	150	150	150	150	150
燃料供給量	[kg/h]	155	150	165	115	135
導入総空気量 (可燃性流体導入室への)	[kg/h]	4000	4300	4800	3000	3400
空気温度	[°C]	600	500	500	500	500
空気圧力	[MPa]	3	4	3	2.5	3
反応室導入空気量	[kg/h]	1500	1000	500	2200	2000
空気温度	[°C]	600	500	500	500	500
空気圧力	[MPa]	3	3	3	3	3
急冷位置までの距離 (原料油導入位置から)	[mm]	14000	15000	14000	8000	8000

20

30

【0019】

表 2、表 3 に示す製造条件により得られたカーボンブラックの物理化学特性を、表 4、表 5 に示す。また、対照例として一般的な F E F (旭 # 6 0 G : 旭カーボン社製) の物理化学特性も示す。

【表 4】

物理化学特性	製造例No.	実施例					
		1	2	3	4	5	6
DBP吸油量(DBPA)	[mL/100g]	101.6	103.1	113.3	113.8	115.7	128.6
窒素吸着比表面積(N2SA)	[m ² /g]	35.2	40.9	41.3	43.2	42.1	49.9
ヨウ素吸着量(IA)	[mg/g]	36.7	51.5	39.3	49.1	43.4	52.0
CTAB吸着比表面積(CTAB)	[m ² /g]	35.9	51.6	42.1	43.6	48.4	51.4
トルエン着色透過度	[%]	92	93	91	100	91	96
Dmode	[nm]	171	102	173	174	168	142
$\{(DBPA)^2-(IA)^2\}^{1/2}+78$	[-]	172.7	167.3	184.3	180.7	185.3	195.6
ΔD-50	[nm]	120	71	121	124	114	98
ΔD-50/Dmode (X)	[-]	0.703	0.694	0.698	0.713	0.681	0.692
N2SA/IA (Y)	[m ² /mg]	0.96	0.99	1.05	0.88	0.97	0.97
N2SA/CTAB (Z)	[-]	0.98	0.97	0.98	0.99	0.87	0.98

10

【表 5】

物理化学特性	製造例No.	比較例					対照例
		1	2	3	4	5	
DBP吸油量(DBPA)	[mL/100g]	100.2	114.1	112.5	113.4	113.7	113.9
窒素吸着比表面積(N2SA)	[m ² /g]	49.8	43.2	41.6	41.7	43.3	42.8
ヨウ素吸着量(IA)	[mg/g]	51.3	43.6	42.0	43.0	46.1	43.6
CTAB吸着比表面積(CTAB)	[m ² /g]	50.3	43.6	42.4	42.6	44.2	43.1
トルエン着色透過度	[%]	95	98	97	96	96	97
Dmode	[nm]	97	205	172	173	198	172
$\{(DBPA)^2-(IA)^2\}^{1/2}+78$	[-]	164.1	183.4	182.4	182.9	181.9	183.2
ΔD-50	[nm]	66	141	104	129	142	135
ΔD-50/Dmode (X)	[-]	0.682	0.69	0.602	0.744	0.718	0.78
N2SA/IA (Y)	[m ² /mg]	0.97	0.99	0.99	0.97	0.94	0.98
N2SA/CTAB (Z)	[-]	0.99	0.99	0.98	0.98	0.98	0.99

20

30

【 0 0 2 0 】

[各特性の測定]

各カーボンブラックの物理化学特性は次のようにして測定した。

(1) DBP吸油量 (DBPA)

JIS K 6 2 1 7 - 4 : 2 0 0 8 に記載の方法により測定。100g当たりの吸収DBP容積 (mL / 1 0 0 g) を示した。

40

(2) 窒素吸着比表面積 (N 2 S A)

JIS K 6 2 1 7 - 2 : 2 0 0 1 に記載の方法により測定。単位重量当たりの吸着窒素量 (m² / g) を示した。

(3) ヨウ素吸着量 (I A)

JIS K 6 2 1 7 - 1 : 2 0 0 8 に記載の方法により測定。単位重量当たりの吸着ヨウ素量 (mg / g) を示した。

(4) CTAB吸着比表面積 (C T A B)

JIS K 6 2 1 7 - 3 : 2 0 0 1 に記載の方法により測定。単位重量当たりの吸着CTAB量 (m² / g) を示した。

(5) トルエン着色透過度

50

J I S K 6 2 1 8 - 4 : 2 0 1 1 に記載の方法により測定。カーボンブラックの表面から抽出される物質によってトルエンが着色される程度を、トルエンのブランク値を100とした透過率(%)で示した。

(6) D - 5 0 / D m o d e (X)

J I S K 6 2 1 7 - 6 : 2 0 0 8 に記載の方法により測定されたアグリゲートサイズの最頻値ストークス径(Dmode)と、アグリゲートサイズ分布の半値幅(D - 5 0)の比(X)を前記式(a)により算出した。

【0021】

[ゴム配合特性]

10

表4、表5に示したカーボンブラックを、表6に示した割合でEPDM(エチレン-プロピレン-ジエンゴム)に配合してゴム組成物とし、各種特性を測定した。

結果を表7、表8に示す。

【表6】

EPDM 配合例		重量部
EPDM	*1	100
カーボンブラック		140
プロセスオイル	*2	80
ステアリン酸		1
亜鉛華		5
加硫促進剤(M)	*3	1.5
加硫促進剤(TT)	*4	1.5
加硫促進剤(TRA)	*5	1.5
加硫促進剤(BZ)	*6	1.5
硫黄		1.5

20

*1 商品名：三井エプタロイ PX - 0 4 9 P E [三井化学社製]

*2 商品名：PW - 3 8 0 [出光興産社製]

*3 商品名：ノクセラ-M [大内新興化学工業社製]

*4 商品名：ノクセラ-TT [大内新興化学工業社製]

*5 商品名：ノクセラ-TRA [大内新興化学工業社製]

*6 商品名：ノクセラ-BZ [大内新興化学工業社製]

30

【0022】

【表 7】

製造例No.	実施例						
	1	2	3	4	5	6	
応力緩和@100°C							
ムーニー粘度(ML1+4')	[-]	93.5	96.2	104.4	98.5	104.6	112
0.5秒間の減衰率	[%]	21.5	21.5	21.6	21.6	21.4	21.4
80%減衰までの時間	[sec]	5.1	5.2	4.9	4.8	5.2	5.0
未加硫物性@125°C							
ムーニー粘度(ML1+4')	[-]	70.8	73.6	81.3	76.7	81.4	89.7
Vm	[-]	68.4	71.2	79.1	74.5	79.9	87.5
スコーチタイム(t5)	[min]	6.5	6.0	5.3	5.0	5.4	4.2
押出特性							
押出速度	[cm/min]	640	649	696	669	694	722
ダイスウェル	[%]	9.3	8.7	5.6	5.9	5.4	3.4
リボン切れ・リボンの 食い込み性	[-]	異常無し	異常無し	異常無し	異常無し	異常無し	異常無し
グリーンハードネス@25°C	[JIS-A]	59	62	71	67	71	78
加硫物性							
硬さ※1	[JIS-A]	73	76	85	84	85	90
100%モジュラス※1	[MPa]	5.6	5.8	6.4	6.2	6.3	7.1
引張強さ※1	[MPa]	11.4	11.7	13.1	12.8	13.2	14.4
伸び※1	[%]	318	310	277	284	275	252
反発弾性※2	[%]	35.2	34.3	30.7	31.5	30.2	27.9
分散性(ASTM-B)	[%]	98.5	96.7	98.8	99.0	99.2	99.4

10

20

【表 8】

製造例No.	比較例					対照例	
	1	2	3	4	5		
応力緩和@100°C							
ムーニー粘度(ML1+4')	[-]	99.4	101.6	105.4	100.6	102.2	101.3
0.5秒間の減衰率	[%]	21.4	21.8	20.8	21.9	21.9	22.1
80%減衰までの時間	[sec]	5.0	4.6	6.3	4.2	4.3	3.8
未加硫物性@125°C							
ムーニー粘度(ML1+4')	[-]	77.1	79.6	83.1	78.2	79.1	77.5
Vm	[-]	74.7	77.8	81.3	75.8	77.8	76.6
スコーチタイム(t5)	[min]	5.4	5.2	5.1	5.3	5.2	5.2
押出特性							
押出速度	[cm/min]	666	687	704	684	688	682
ダイスウェル	[%]	7.5	5.8	4.8	6.3	6.1	6.7
リボン切れ・リボンの 食い込み性	[-]	異常無し	異常無し	バンキング 発生	ちぎれ 発生	軽度の ちぎれ発生	ちぎれ 発生
グリーンハードネス@25°C	[JIS-A]	66	69	75	66	69	65
加硫物性							
硬さ※1	[JIS-A]	79	83	87	82	83	80
100%モジュラス※1	[MPa]	6.2	5.9	6.7	6.2	6.3	6.2
引張強さ※1	[MPa]	12.4	12.3	13.8	12.6	12.8	12.6
伸び※1	[%]	297	279	271	288	284	286
反発弾性※2	[%]	32.9	31.7	29.6	31.9	31.5	31.7
分散性(ASTM-B)	[%]	94.8	98.9	99.0	99.1	98.6	98.7

1 試験片加硫条件：150 × 15分

2 試験片加硫条件：150 × 20分

【0023】

表7、表8中の各特性は以下の方法で測定した。

- ・応力緩和... J I S K 6 2 6 3 : 2 0 0 4 に記載の方法
- ・ムーニー粘度 (M L 1 + 4) ... J I S K 6 3 0 0 - 1 : 2 0 0 1 に記載の方法
- ・0.5秒間の減衰率... J I S K 6 2 6 3 に記載の方法
- ・80%減衰までの時間... J I S K 6 2 6 3 に記載の方法
- ・Vm... J I S K 6 3 0 0 - 1 : 2 0 0 1 に記載の方法
- ・スコーチタイム (t 5) ... J I S K 6 3 0 0 - 1 : 2 0 0 1 に記載の方法
- ・押出特性... A S T M D 2 2 3 0 - 9 6 : (2 0 0 7) 記載の方法
(スクリー回転数20rpmで押出作業を行った。押出速度は表に示すとおりとした。)
- ・ダイスウェル...上記押し試験の結果から算出
- ・リボン切れ・リボンの食い込み性...上記押し試験時に押し機へのゴムリボンの入り方を目視評価した。(ゴムが硬すぎる場合、噛み込みロール部で跳ね返り(バンキング)を起こし、柔らかすぎる場合、噛み込みロール部でちぎれが発生する。)
- ・グリーンハードネス@25... J I S K 6 2 5 3 : 2 0 0 6 に記載された方法
- ・硬さ... J I S K 6 2 5 3 : 2 0 0 6 に記載された方法
- ・100%モジュラス... J I S K 6 2 5 1 : 2 0 1 0 に記載の方法
- ・引張強さ... J I S K 6 2 5 1 : 2 0 1 0 に記載の方法(ダンベル状1号形試験片を

用いて測定)

- ・伸び...引張強さと同様の方法
- ・反発弾性... J I S K 6 2 5 5 : 1 9 9 6 に記載の方法 (リュブケ式測定装置を用いて測定)
- ・分散性... A S T M D 2 6 6 3 - 0 8 B 法に記載の方法

【 0 0 2 4 】

表 7、表 8 の結果から、本発明のカーボンブラックの効果について説明する。

カーボンブラックの多くの物性は D B P A との相関を有するので、D B P A が近いもの同士を比較する必要がある。即ち、実施例 1 と 2、実施例 3 ~ 5 をグループとして比較することにより、以下のようなことが分かる。

10

(i) 押出形状の保形性について

アグリゲートサイズ分布指数 (X) の減少に伴い、応力緩和時間 (8 0 % 減衰までの時間) が延びる傾向にある。応力緩和時間はゴム組成物に加えていた応力を無くした後の変形のし易さを意味しており、応力緩和時間が長いほど変形しにくい為、(X) が小さい方が押出時にダイから出た組成物が形状保持し易いことになる。これと同様に、(X) の減少に伴いダイスウェルが減少することから、(X) が小さい方が押出後の収縮が小さく、形状保持性が優れている。但し、過度の形状保持性は未加硫ゴムの硬さ (グリーンハードネス) が硬くなり過ぎる要因となり、以降の作業において悪影響を及ぼす可能性がある。逆に過度の応力緩和時間の短縮は形状保持を困難とし、これも作業上悪影響を及ぼす可能性

20

がある。(X) が規定範囲内である実施例のカーボンブラックは適度な応力緩和時間を示し、ゴム組成物にバランスの良い形状保持性を付与することができる。

また、式 (1) を満たすことにより、(X) の値が同一であっても応力緩和時間が長くなる傾向にあることから、(X) の管理において、より平易な条件でカーボンブラックの製造を行うことができる。

【 0 0 2 5 】

(ii) リボン切れ、リボンの食い込み性について

元々 D B P A は未加硫ゴムの粘度及び硬さに大きく影響するが、(X) の減少に伴い、ムーニー粘度が上昇する傾向にある。また、(X) の減少に伴い未加硫生地が硬くなる。未加硫生地の硬さ (グリーンハードネス) はゴム組成物の強度を示しており、強度が高いほどリボン切れが起こりにくく食い込みがよい。つまり (X) が小さい方がリボン切れの防止や食い込み性の向上に有効であるが、過度になるとゴムが硬くなりすぎてバギングが発生する可能性があるため、本発明のように (X) を適度な範囲に調整する必要がある。

30

【 0 0 2 6 】

(iii) 加硫物性について

(X) の減少に伴い、引張強さと伸びが上昇する傾向にある。

【 0 0 2 7 】

(iv) 分散性について

D m o d e の増加に伴い分散性が向上する。また、D m o d e に関する式 (1) を満たすと、より低い D m o d e で同一レベルの分散性が得られる。但し、過度の D m o d e の増加は補強効果等に悪影響を及ぼす傾向にあるが、本発明で規定する範囲であれば補強性の維持と分散性の向上を兼備する最適バランスとすることができる。

40

【 0 0 2 8 】

(v) まとめ

上記 (i) ~ (iv) から、(X) を小さくすることにより押出特性が向上するのみならず、補強性も向上することが分かった。しかし、配合物の粘度も上昇する傾向にあるため、(X) を小さくし過ぎるとゴムの加工性が低下することが懸念される。これに対し、本発明によれば、種々の特性のバランスの良いカーボンブラックを提供できる。

なお、比較例 1 は、リボンの食い込み性は良いが、D m o d e が小さすぎる為、分散性が悪く、比較例 2 は、リボンの食い込み性は良いが、D m o d e が大きすぎる為、補強性

50

(1 0 0 % モジユラス、引張強さ、伸び等) が悪かった。

【符号の説明】

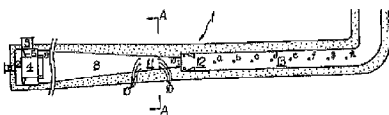
【 0 0 2 9 】

- 1 原料油噴霧ノズル
- 2 可燃性流体導入室
- 3 酸素含有ガス導入管
- 4 酸素含有ガス導入用円筒
- 5 整流板
- 7 燃料油噴霧装置
- 8 収れん室
- 9 パーナータイル
- 10 原料油噴霧装置
- 11 原料油導入室
- 12 反応室
- 13 反応室継続兼急冷室
- 14 収れん帯域を定める部材
- 15 酸素含有ガス導入管
- a 急冷水圧入噴霧装置の設置位置
- b 急冷水圧入噴霧装置の設置位置
- c 急冷水圧入噴霧装置の設置位置
- d 急冷水圧入噴霧装置の設置位置
- e 急冷水圧入噴霧装置の設置位置
- f 急冷水圧入噴霧装置の設置位置
- g 急冷水圧入噴霧装置の設置位置
- h 急冷水圧入噴霧装置の設置位置

10

20

【 図 1 】



【 図 2 】

