

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5228484号
(P5228484)

(45) 発行日 平成25年7月3日(2013.7.3)

(24) 登録日 平成25年3月29日(2013.3.29)

(51) Int.Cl.		F I		
C09C	1/56	(2006.01)	C09C	1/56 ZNM
C09C	3/08	(2006.01)	C09C	3/08

請求項の数 3 (全 41 頁)

(21) 出願番号	特願2007-518834 (P2007-518834)
(86) (22) 出願日	平成17年6月2日(2005.6.2)
(86) 国際出願番号	PCT/JP2005/010167
(87) 国際公開番号	W02006/129362
(87) 国際公開日	平成18年12月7日(2006.12.7)
審査請求日	平成19年12月27日(2007.12.27)

(73) 特許権者	303000372
	コニカミノルタビジネステクノロジーズ株式会社
	東京都千代田区丸の内二丁目7番2号
(74) 代理人	100100158
	弁理士 鮫島 睦
(74) 代理人	100068526
	弁理士 田村 恭生
(74) 代理人	100103115
	弁理士 北原 康廣
(72) 発明者	内田 雅文
	東京都千代田区丸の内一丁目6番1号 コニカミノルタビジネステクノロジーズ株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 カーボンブラック

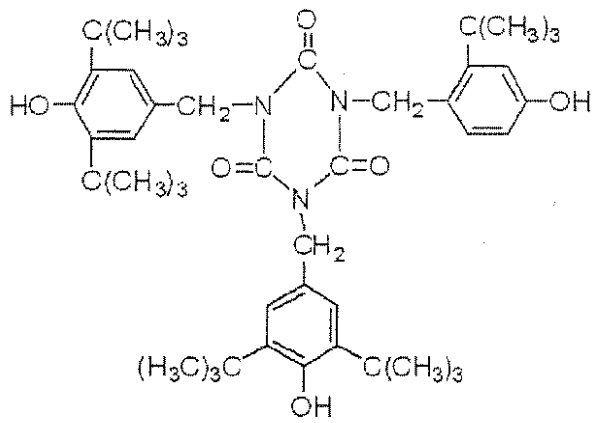
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

フェレ径の個数平均粒径が $2.8 \sim 7.7$ nm であり、かつ前記フェレ径の個数平均粒径の CV 値が $1.0 \sim 2.8\%$ であるカーボンブラックであって、カーボンブラックの表面に有機化合物がグラフトされてなり、前記有機化合物が少なくとも、以下の有機化合物 47, 48 および 88 から選択されるフェノール系化合物及び/または以下の有機化合物 115, 127 および 128 から選択されるアミン系化合物を含むカーボンブラック;

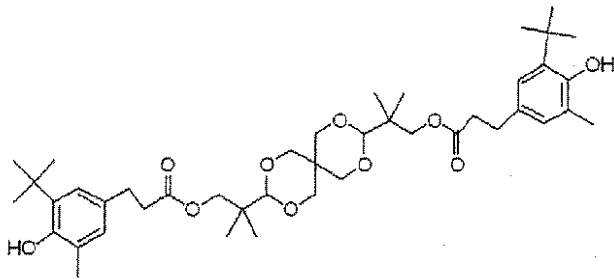
【化 1】

(有機化合物 4 7)



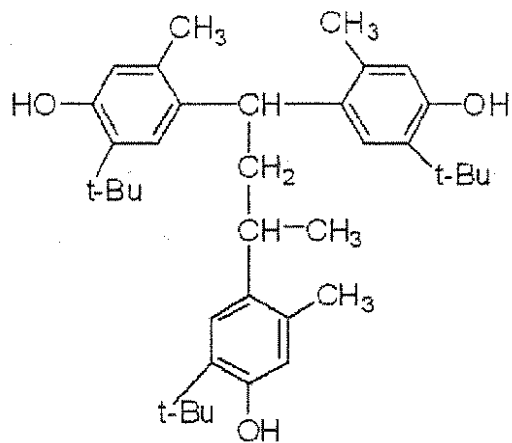
10

(有機化合物 4 8)



20

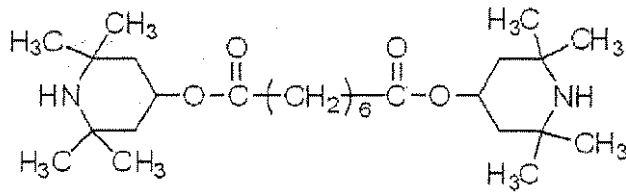
(有機化合物 8 8)



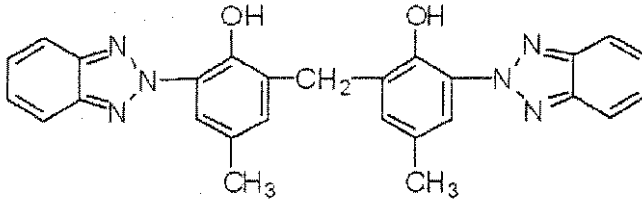
30

【化 2】

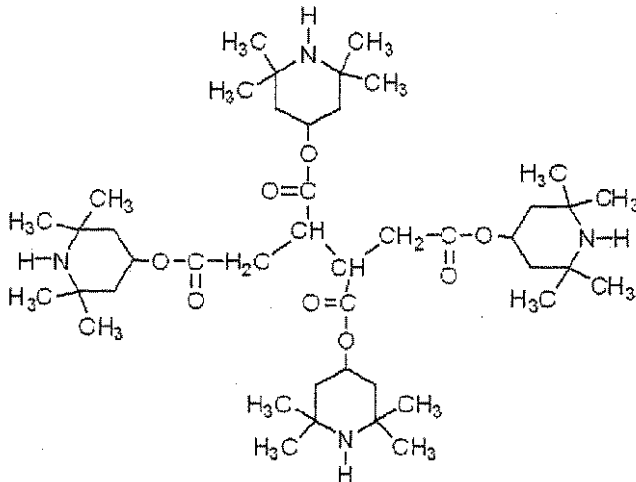
(有機化合物 1 1 5)



(有機化合物 1 2 7)



(有機化合物 1 2 8)



【請求項 2】

一次粒子を個数基準で 5 % 以上有することを特徴とする請求項 1 に記載のカーボンブラック。

【請求項 3】

前記有機化合物が少なくとも前記有機化合物 4 8 を含むことを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のカーボンブラック。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は所定のフェレ径の個数平均粒径と CV 値を有するカーボンブラックに関する。特に、ゴム工業、プラスチック工業や油性インク、塗料、乾電池など多くの業界で広範に使用されているカーボンブラックに関するものであり、安定したカーボンブラック一次粒子を有するカーボンブラックに関する。

【背景技術】

【0002】

カーボンブラックは、着色性、導電性、耐候性、耐薬品性等に優れるため、例えばプラスチックやエラストマーの補強剤や充填剤等種々の目的で幅広く使用されている。

通常、カーボンブラックは、複数の一次粒子が化学的、物理的に結合した二次粒子、すなわち凝集体（ストラクチャともいう）として存在している（図 4）。この凝集体は、不

10

20

30

40

50

規則な鎖状に枝分かれした複雑な凝集構造をとっている。また、凝集体同士がVan der Waals力や単なる集合、付着、絡み合いなどから二次凝集体をも形成するため、形状が不均一であり、また粒度分布が広いため、十分なマイクロ分散構造を得ることが困難であった。そのため、例えば樹脂やゴムに分散して成型しても、それら成型物の表面の光沢度や仕上がりが十分ではなかった。

【0003】

カーボンブラックは、その形状が粉状または粒状のため、単独で使用されていることが少なく、通常、ゴムや樹脂等の固状の基材または水や溶剤等の液体に均一に分散されてその特性を発揮する。しかし、カーボンブラックは、粒子間の凝集力に比べて他の物質、例えば有機高分子、水および有機溶剤等との親和性が弱いために、通常の混合または分散条件では、均一に混合または分散することが極めて困難であった。この問題を解決するために、カーボンブラック表面を各種の界面活性剤や樹脂で被覆して、固状の基材または液体との親和性を高めることにより、カーボンブラックの分散性を改良する検討が数多くなされている。

10

【0004】

例えば、重合性単量体をカーボンブラック（凝集体）共存下に重合させることにより得られる有機化合物をグラフトしたカーボンブラックは、重合性単量体の種類を適当に選択することにより、親水性および/または親油性を適宜変えることができるため注目されている（例えば、米国特許6,417,283）。しかしながら、従来の方法では、媒体に対する分散性を向上させることが出来たとしても、そのカーボンブラックは、凝集体の表面にグラフトした形態であり、発明者らが得ようとする分散性の程度には到達できなかった。

20

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

したがって、本発明は、上述の問題に鑑みてなされたものであり、その目的はフェレ径の個数平均粒径が5～300nmであり、かつ粒子径のCV値が5～30であることを特徴とするカーボンブラックを提供することにある。

本発明の他の目的は、一次粒子の状態で安定して存在するカーボンブラックを提供することにある。

本発明の他の目的は、分散性、流動性に優れるカーボンブラックを提供することにある。

30

本発明の他の目的は、樹脂などに混合したときに、その成型物の表面仕上がり、表面光沢性が良好とすることができ、機械的強度を強化することが可能なカーボンブラックを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明者らは少なくとも上記問題点を鑑み、研究を重ねた。従来、カーボンブラックは凝集体構造をとりやすく、マイクロ分散構造が得られにくかった。この原因を検討した結果、粒子の大きさの分布がその原因になっていると推定した。すなわち、粒子の大きさの異なっているものが存在した状態では、大粒子に対して小さな粒子がVan der Waals力で付着しやすくなり、粒子間での引き合いが発生し、凝集体の形成が起りやすくなり、結果として分散が不十分になっているものと推定した。

40

以上より、粒子の大きさをできるだけそろえることで、粒子間の凝集の発生を抑制することができることを見出したものである。

【0007】

上記諸目的は、下記(1)～(4)により達成される。

(1) フェレ径の個数平均粒径が5～300nmであり、かつかつ前記フェレ径の個数平均粒径のCV値が5～30であることを特徴とするカーボンブラック。

(2) 一次粒子を個数基準で5%以上有することを特徴とする(1)に記載のカーボンブラック。

50

(3) カーボンブラックの表面に有機化合物がグラフトされている事を特徴とする(1)又は(2)に記載のカーボンブラック。

(4) 前記有機化合物が、少なくともフェノール系化合物及びまたはアミン系化合物を含むことを特徴とする(3)に記載のカーボンブラック。

【0008】

上記(1)ないし(4)の構成を満たすことで、分散性、流動性に優れ、粉体としてハンドリングが容易になるほか、樹脂などへ混合したときに、その成型物の表面仕上がり、表面光沢性が良好とすることができ、さらには機械的強度を強化することができる。

また、従来は、カーボンブラックは凝集体として存在しており、基本粒子に分解して安定した一次粒子を得ることは、カーボンブラックの一次粒子の凝集力が非常に強大なため、凝集体を微細化しても、直ちに凝集して凝集体を形成してしまうため、困難であった。本発明者らの検討により、凝集体を構成する基本粒子を分解し、安定した一次粒子を存在させることを可能としたことは画期的なことである。その上、その一次粒子を含有するカーボンブラックを使用することにより、分散性、流動性に優れ、粉体としてハンドリングが容易になるほか、樹脂などへ混合したときに、その成型物の表面仕上がり、表面光沢性が良好とすることができ、さらには機械的強度を強化することが可能となったことは予想し得ないことであった。

【0009】

本願でいう一次粒子について説明する。通常カーボンブラックは凝集体の形態で存在するが、これらの凝集体は複数の基本粒子が化学的/物理的に凝集した形態である。本願でいう一次粒子は、その基本粒子を指す。しかし凝集体を構成する状態の基本粒子を指すものではなく、凝集体から分離して基本粒子の状態に安定して存在している粒子を指す。本願でいう二次粒子とは、基本粒子が凝集してできた凝集体を指す。ここで、凝集体同士が凝集した二次凝集体も本願では、二次粒子と総称する。

【0010】

図2は二次粒子と基本粒子の関係を説明する図である。基本粒子が凝集してできた状態を二次粒子としている。また、図3は二次粒子を構成する基本粒子が二次粒子から分離され、安定して存在している状態を指し、この基本粒子単体で存在する粒子を一次粒子とする。

【0011】

以下、詳細に説明する。

(1) フェレ径の個数平均粒径

本発明のカーボンブラックは、フェレ径の個数平均粒径が5~300nmの範囲にある。好ましくは、10~100nmである。特に好ましくは10~80nmである。

このような範囲をとることによって、例えば樹脂成型物へ表面に緻密に分散することができ、表面性を向上させることが可能となる。

【0012】

ここでフェレ径の個数平均粒径の測定対象は、安定に存在するカーボンブラックの一次粒子と二次粒子である。凝集体として存在するカーボンブラックの場合は、その凝集体が測定の対象となり、凝集体中の基本粒子を計測するものではない。

この個数平均粒径に制御するには、凝集体として存在するカーボンブラックの基本粒子径が上記の範囲に入るものを適宜選択して処理を行うことや、凝集体を一次粒子に分断する製造時の条件を変更することで達成すること出来る。

【0013】

このフェレ径の個数平均粒径は、電子顕微鏡により観察することができる。

カーボンブラック単体からこのフェレ径の個数平均粒径を求めるときは、走査型電子顕微鏡(SEM)により、10万倍に拡大して撮影し、100個の粒子を適宜選択して算出する。

尚、樹脂などの成型物からカーボンブラックの平均粒径を求める場合は透過型電子顕微鏡(TEM)により10万倍に拡大して撮影し、100個の粒子を適宜選択して算出して

10

20

30

40

50

もよい。

【0014】

尚、本発明で用いられるフェレ径とは、上記電子顕微鏡で撮影された複数のカーボンブラック粒子において、各カーボンブラック粒子の任意の一方向における最大長さを表す。最大長さとは、上記任意の一方向に対して垂直で、粒子の外径に接する2本の平行線を引く場合の平行線間の距離をいう。

【0015】

例えば、図2において、電子顕微鏡によるカーボンブラック粒子200の撮影写真300について任意の一方向201を定める。前記任意の一方向201に対して垂直で各カーボンブラック粒子200に接する2本の直線202の間の距離がフェレ径203である。

10

【0016】

本発明のカーボンブラックは、その一次粒子のフェレ径の個数平均粒径が2～100nmであることが好ましい。特に、3～80nmである。このような範囲のカーボンブラックを使用することにより、より樹脂の機械的特性を増させることができる。または、成型物の光沢度が向上させたり、もしくは仕上がり状態を美しくさせることができる。一次粒子の個数平均粒径の測定方法は、上記カーボンブラックの個数平均粒径の測定方法に準じる。但し、測定粒子数は一次粒子を100個とする。

【0017】

(2) フェレ径の個数平均粒径のCV値

カーボンブラックのフェレ径の個数平均粒径についてのCV値は5～30である。その対象は、カーボンブラックの一次粒子及び二次粒子である。好ましいCV値は、12～25である。このCV値の範囲をとることによって、分散特性を向上させることに加え、樹脂成型物の表面光沢性や表面仕上がりをより向上させることができる。

20

このCV値については、例えばストラクチャを一次粒子に分解する際に、一次粒子の再凝集を防止し、一次粒子を安定に存在させ、一次粒子の割合をコントロールすることによって制御が可能である。

また、本発明のカーボンブラックにおいて、一次粒子のフェレ径の個数平均粒径についてのCV値は5～30であることが好ましい。好ましいCV値は、7～25である。このCV値の範囲をとることによって樹脂成型物の表面光沢性や表面仕上がりを向上させることができることに加え機械的強度も向上させることができる。

30

このCV値については、例えば、ストラクチャを構成する基本粒子の大きさを適宜選択して、一次粒子化を行い、CV値を制御することが可能である。

【0018】

CV値は次の式で表される。

$$CV \text{ 値} (\%) = (\text{個数粒度分布における標準偏差}) / (\text{フェレ径の個数平均粒径}) \times 100$$

【0019】

(3) 一次粒子の割合

本発明のカーボンブラックは、一次粒子をカーボンブラック中に個数基準で、5%以上含有することが好ましい。上限としては、100%である。これらの割合は、適用する工業分野によって好適な割合が変わるが、一次粒子の存在割合が多いほど、適用する工業分野での製品の性能を良好にすることが可能となる。樹脂成型物であれば、機械的強度、表面光沢性などが向上する。具体的には、10%以上、20%以上、30%以上、40%以上、50%以上の順で好ましくなる。一次粒子の割合を測定するときは、透過型電子顕微鏡(TEM)により、カーボンブラック粒子を観察し、測定粒子数1000個中に存在する一次粒子をカウントして計算する。

40

【0020】

(4) カーボンブラック

本発明のカーボンブラックは、最終的に安定して存在するカーボンブラック粒子表面が、有機化合物などで表面処理(グラフト化を含む)されていることが好ましい。

50

グラフト化率は下記のように定義される。

グラフト化率は、反応前有機化合物量を Y 、抽出された有機化合物を Z とするとき、 $(Y - Z) / Y \times 100 (\%)$ で表される。グラフト化率は50%以上が好ましい。表面に均一に処理されているほど分散が向上する。

【0021】

本発明のカーボンブラックは、後述する活性遊離基を有するかまたは生成することができる有機化合物で少なくともその表面がグラフトされていることが望ましい。このような構成をとることにより、媒体への分散が向上するばかりか、機械的強度も向上することに寄与することができる。

【0022】

(5) カーボンブラックの製法

本発明のカーボンブラックの好適な製法について説明する。

本発明で使用できる好適な製法としては、少なくとも以下の工程を有するものである。

(A) 活性遊離基を有するかまたは生成することができる有機化合物で少なくとも基本粒子の凝集体(ストラクチャ)からなる二次粒子を含むカーボンブラックの表面を処理する表面処理工程

(B) 少なくとも二次粒子を含むカーボンブラックに機械的剪断力を付与して一次粒子化させ、且つ、二次粒子から分離した分離目に有機化合物をグラフト化する工程

以下詳細に(A)、(B)について説明する。

【0023】

(A) 活性遊離基を有するかまたは生成することができる有機化合物で少なくとも基本粒子の凝集体(ストラクチャ)からなる二次粒子を含むカーボンブラックの表面を処理する表面処理工程

本工程では、凝集体からなるカーボンブラックの表面を上記有機化合物で表面処理する工程である。

本工程では、最小凝集単位であるストラクチャの表面上に熱や機械的な力によりラジカルを発生させ、このラジカルを捕捉することが可能である有機化合物で表面処理する。この工程によって、カーボンブラック同士の強い凝集力により、再び凝集していた再凝集部位を効果的に減少させ、ストラクチャやカーボンブラックの一次粒子が凝集付着を防止することができる。

ここで表面処理とは、表面を有機化合物で吸着させる処理、有機化合物をグラフトさせる処理を含んでいる。一次粒子化した後に粒子を安定化させるために、二次粒子から分離した面以外の部分に二次粒子の表面全体に有機化合物がグラフト化されていることが好ましい。後述するグラフト工程後に安定して一次粒子を存在させるために、本工程でカーボンブラック表面に有機化合物をグラフトさせることが好ましい。

【0024】

表面処理の方法としては、例えば、カーボンブラック凝集体と活性遊離基を有するかまたは生成することができる有機化合物を混合することによって表面処理が可能である。この表面処理に於いては機械的剪断力を付与する混合工程を含むことが好ましい。すなわち、機械的剪断力を付与する工程にてカーボンブラックの二次粒子の表面が活性化され、さらに、有機化合物自体も剪断力にて活性化され、いわゆるラジカル化された状態となりやすく、結果としてカーボンブラック表面に有機化合物のグラフト化が促進されやすくなるものと推定される。

表面処理工程においては、機械的剪断力を付与できる装置が好ましい。

【0025】

本発明において表面処理工程に使用される好ましい混合装置については、ポリラボシステムミキサ(サーモエレクトロン社製)、リファイナ、単軸押出機、二軸押出機、遊星軸押出機、錐形軸押出機、連続混練機、密封ミキサー、Z形ニーダーなどを使用することができる。

表面処理工程時に上記装置を使用する場合には、混合機中の混合ゾーンの混合物充満度

10

20

30

40

50

が80%以上となるように設定することが好ましい。充満度は下記の式により求められる。

$$Z = Q / A$$

Z : 充満度 (%) Q : 充填物体積 (m²) A : 混合部空隙量 (m²)

【0026】

すなわち、混合時に高い充満状態とすることで機械的な剪断力が粒子全体に均一に付与することができる。この充満度が低い場合には剪断力の伝達が不十分となり、カーボンブラックや有機化合物の活性を高くすることができず、グラフト化が進行しにくくなる可能性がある。

【0027】

混合時は混合ゾーンの温度を、上記有機化合物の融点以上、好ましくは融点 + 200 以内、さらには、融点 + 150 以内とすることが好ましい。尚、複数種類の有機化合物が混合される場合は最も融点の高い有機化合物の融点に対して温度設定がされることが好ましい。

【0028】

混合時には、超音波、マイクロ波、紫外線、赤外線などの電磁波の照射、オゾン作用、酸化剤の作用、化学的作用及び/又は機械的剪断力作用などを併用することにより表面処理の程度、工程の時間を変更することが可能である。混合時間は、所望の表面処理の程度にもよるが、15秒から120分程度である。好ましくは1~100分である。

【0029】

表面処理に使用する有機化合物は、カーボンブラック100重量部に対して、5~300重量部の範囲内で添加して表面処理工程を行うことが好ましい。さらに好ましくは、10~200重量部である。このような範囲で前記有機化合物を添加することにより、カーボンブラック表面に均一に有機化合物を付着させることができ、さらに、二次粒子を形成した時点で生成する分離面に付着できるに十分な量とすることができる。このため、分解された一次粒子が再度凝集することを効果的に防止でき、また、この添加量以上に添加した場合に発生する、出来上がりのカーボンブラックにて過剰に存在する有機化合物によるカーボンブラック固有の特性を喪失させる可能性が低くなる。

【0030】

(B) 少なくとも二次粒子を含むカーボンブラックに機械的剪断力を付与して一次粒子化させ、且つ、二次粒子から分離した分離目に有機化合物をグラフト化する工程

【0031】

本工程は、上記表面処理工程で再凝集部位が少なくなったカーボンブラックを開裂させ、二次粒子から一次粒子化させると同時に表面に有機化合物にてグラフト化し、安定な一次粒子化する工程である。すなわち、例えば、機械的剪断力を前記有機化合物で表面処理したカーボンブラックに付与し、基本粒子の凝集部に亀裂を生じさせつつその部分に有機化合物をグラフト化させ、カーボンブラックの再凝集を抑制していく。当該カーボンブラックに継続して機械的剪断力を付与することにより亀裂部分を拡大させ、一次粒子化させつつ有機化合物を開裂で生じた分離面にグラフト化させ、最終的に一次粒子として分離した時点では、凝集可能な活性部が存在しない状態とさせることで安定な次粒子として存在させる工程である。この場合、添加されている有機化合物にも同様の機械的剪断力が付与されているため、有機化合物自体も機械的剪断力にて活性化されており、グラフト化が促進される。

【0032】

なお、本明細書でいう「有機化合物をグラフト化させたカーボンブラック」とは、カーボンブラック部分に有機化合物部分がグラフト化されたカーボンブラックをいう。さらに、ここでいう「グラフト化」とは、ドネ(Jean-Baptiste Donnet)らとその著書「カーボンブラック」(1978年5月1日株式会社講談社発行)にて定義しているように、カーボンブラックのような基質に対する有機化合物の不可逆的な付加のことである。

【0033】

10

20

30

40

50

上記グラフト工程は、少なくとも亀裂部分に活性遊離基を有するかまたは生成することができる有機化合物をグラフト化させる工程であるが、亀裂部分以外に同時にグラフト化が起きているもよい。また、上記の表面処理工程進行中に同時にまたは別工程として実行されても良い。

【0034】

上記の亀裂をおこすための手段としては、超音波、マイクロ波、紫外線、赤外線などの電磁波の照射、オゾン作用、酸化剤の作用、化学的作用、機械的剪断力作用などさまざまな形態がとりうる。

本発明では、少なくとも機械的剪断力を付与することによって、亀裂を起こさせることが好ましい。有機化合物で表面処理されたカーボンブラック（ストラクチャ）を、機械的剪断力が作用する場におき、表面処理されたカーボンブラックをストラクチャから一次粒子に調整することが望ましい。この機械的剪断力を付与する際には、他の上記に記載された亀裂を起こすための手段を合わせて使用してもよい。ここでの機械的剪断力とは前述の表面処理工程での機械的剪断力と同様な剪断力を加えることが好ましい。

10

【0035】

前述のように、機械的剪断力の作用はカーボンブラックを凝集体から一次粒子に微粒化させるばかりではなく、カーボンブラック内部の鎖を断裂させて活性遊離基を生成させる事も行う。本発明で使用される遊離基を備えているかまたは生成することができる有機化合物は、例えば機械的剪断力場の作用を受けて断裂して活性遊離基を有するかまたは生成することができる有機化合物を含む。機械的剪断力の作用下だけで十分に活性遊離基が形成できない場合には、超音波、マイクロ波、紫外線、赤外線などの電磁波の照射下、オゾンの作用下、または酸化剤の作用下において、活性遊離基数を補完することができる。

20

【0036】

機械的剪断力を与える装置としては、ポリラボシステムミキサ（サーモエレクトロン社製）、リファイナ、単軸押出機、二軸押出機、遊星軸押出機、錐形軸押出機、連続混練機、密封ミキサー、Z形ニーダーなどを使用することができる。なお、この機械的剪断力を付与する条件としては前述の表面処理と同様の条件とすることが機械的剪断力を効果的に付与する観点で好ましい。また、これら装置を使用することにより、効果的、且つ、連続的に機械的エネルギーを粒子全体に均一に付与することができるため、グラフト化を効率的、且つ、均一に行うことができる点で好ましい。

30

【0037】

上記の表面処理工程とグラフト工程においては、添加する有機化合物は、有機化合物が所定の量となるように、徐々に連続的又は断続的に添加してもよいし、上記表面工程開始時に予め所定量を添加しておき、グラフト工程まで実行してもよい。

【0038】

表面処理の材料として表面処理工程に使用される有機化合物とグラフト反応させる材料としてグラフト工程に使用される有機化合物は、同じであっても異なっても良い。

【0039】

上述のグラフト工程は、使用される有機化合物の融点以上の条件において実施されることが望ましい。温度条件の上限としては特に有機化合物の融点+200 以内、さらには、融点+150 以内であることが、グラフト反応、一次粒子の分裂を促進する観点で好ましい。尚、複数種類の有機化合物が混合される場合は最も融点の高い有機化合物の融点に対して温度設定がされることが好ましい。

40

【0040】

上述の機械的剪断力作用させる時間は、試料の量やスケールにもよるが、工程を十分に実行するために、1分以上100分以内であることが反応の均一性を向上する観点で好ましい。

【0041】

上述の製造方法では、カーボンブラックと後述する有機化合物を溶媒を使用せずに混合させて機械的剪断力を付与することが好ましい。反応として有機化合物の溶融温度以上に

50

て切断力を付与するため、有機化合物が液状となるため、固体であるカーボンブラック表面に均一になじみ、反応を効果的に進行させることができる。溶媒を使用した場合には、均一性は向上するものの、機械的切断力を付与する際のエネルギーの伝達が低下するため、活性化のレベルが低下してしまい、グラフト化を効果的に進行させることができにくくなると推定される。

【0042】

2) 出発原料としてのカーボンブラック

使用可能なカーボンブラックとしては、例えば、ファーネスブラック、チャンネルブラック、アセチレンブラック、ランプブラック等、いずれの市販のものが使用できるが、凝集体構造を有しているカーボンブラックである。この凝集体構造とは、基本粒子である一次粒子が凝集して形成されて、ストラクチャ構造を有するもので、いわゆる一次粒子の凝集体からなる、二次粒子化されたカーボンブラックを意味する。また、カーボンブラックへの有機化合物の表面処理やグラフト反応を円滑にするために、カーボンブラックの表面に十分なカルボキシル基、キノン基、フェノール基やラクトン基などの酸素含有官能基及び層面周縁の活発な水素原子が多く存在していることが望ましい。そのため、本発明で使用されるカーボンブラックについて、酸素含有量が0.1%以上であり、水素含有量は0.2%以上であることが好ましい。特に、酸素含有量が、10%以下、水素含有量は、1%以下である。ここで酸素含有量、水素含有量はそれぞれ、酸素元素数又は水素元素数を全元素数(炭素、酸素、水素の元素の和)で割った値で求められる。

このような範囲を選択することにより、カーボンブラックへの有機化合物の表面処理やグラフト反応を円滑にすることができる。

【0043】

また、上述の範囲を選択することによって、遊離基を備えているかまたは生成することができる有機化合物を確実にグラフトさせることができ、再凝集防止効果が高くなる。カーボンブラック表面の酸素含有量及び水素含有量が前記範囲を下回る場合には、加熱空気酸化やオゾン酸化などの気相酸化、または硝酸、過酸化水素、過マンガン酸カリウム、次亜塩素酸ナトリウム、臭素水などによる液相酸化処理によりカーボンブラックの酸素含有量及び水素含有量を増加させてもよい。

【0044】

3) 有機化合物

表面処理工程でカーボンブラックを表面処理するために、もしくはグラフト工程でカーボンブラックにグラフト化するために使用する有機化合物は、遊離基を備えているかまたは生成することができる有機化合物である。

遊離基を生成することができる有機化合物において、遊離基を生成する条件は特に制限がないが、本発明で使用される有機化合物の場合は、グラフト工程中には、遊離基を有している状態となる必要がある。当該有機化合物は、少なくとも電子移動により遊離基を生成可能な化合物、熱分解により遊離基を生成可能な化合物、せん断力等により化合物の構造が断裂された結果、遊離基を生成可能な化合物が好ましい。

【0045】

本発明で使用される遊離基を備えているかまたは生成することができる有機化合物については、その分子量が50以上であることが好ましく、上限としては1500以下であることが好ましい。このような分子量の範囲の有機化合物を採用することによって、ある程度大きい分子量の有機化合物で表面を置換したカーボンブラックとすることができ、形成された一次粒子の再凝集を抑制することができる。また、分子量として1500以下のものとすることにより、過度な表面改質とならず、表面にグラフト化された有機化合物の特性が過度に発揮されることなく、カーボンブラック自体の保有する特性を十分に発揮させることができる。

【0046】

上記表面処理工程とグラフト工程で使用される前記有機化合物は同一でも、異なっても良いし、それぞれの工程に複数種の有機化合物を添加しても良い。反応温度の制御や

10

20

30

40

50

その他の条件を簡素化するために、表面処理工程とグラフト工程で使用する有機化合物は同一であるほうが望ましい。

【 0 0 4 7 】

前記有機化合物の例としては、フェノール系化合物、アミン系化合物、リン酸エステル系化合物、チオエーテル系化合物のカーボンブラック表面の遊離基を捕捉することができる有機化合物をあげることができる。

【 0 0 4 8 】

これらの有機化合物としては、いわゆる酸化防止剤、光安定剤が好ましい。さらに好ましくは、ヒンダードフェノール、ヒンダードアミン系をあげることができる。また、リン酸エステル系化合物、チオール系化合物、チオエーテル系化合物の酸化防止剤も使用することができる。これらの有機化合物は複数組み合わせ使用してもよい。その組み合わせにより、表面処理の特性を種々発揮させることもできる。

また、これらの有機化合物は、反応を確実に制御するために、イソシアネート基を持たないことが好ましい。すなわち、過度な反応性を有する有機化合物を使用した場合には均一なグラフト化反応が形成されにくくなってしまい、反応時間や有機化合物量を多量に使用しなくてはならなくなる場合がある。この理由として明確ではないが、前述の様な反応性の高い有機化合物を使用した場合には、表面活性点以外にも反応が進行してしまい、本来の目的である機械的剪断力により形成された活性点への反応が不十分となってしまいうためと推定される。

【 0 0 4 9 】

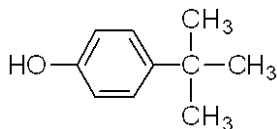
前記有機化合物の具体例を以下に示す。

【 0 0 5 0 】

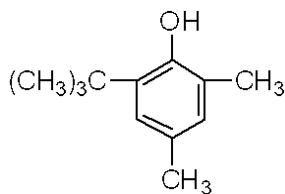
フェノール系化合物

(有機化合物 1 ~ 8 8)

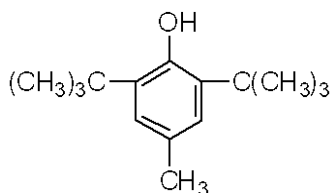
(有機化合物 1)



(有機化合物 2)



(有機化合物 3)



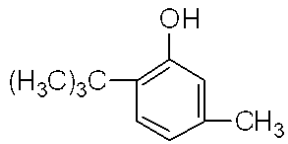
(有機化合物 4)

10

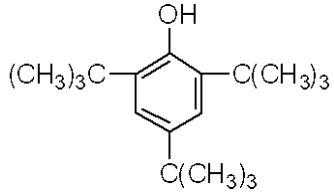
20

30

40

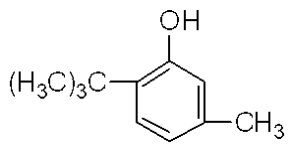


(有機化合物 5)

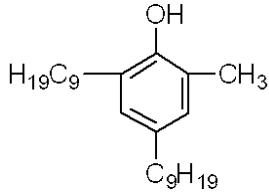


10

(有機化合物 6)

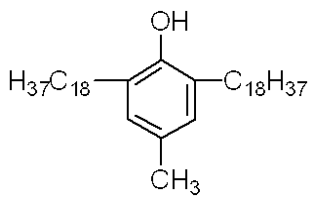


(有機化合物 7)



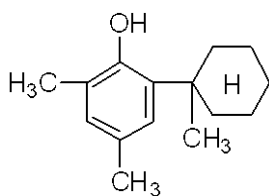
20

(有機化合物 8)



30

(有機化合物 9)



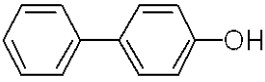
40

(有機化合物 10)

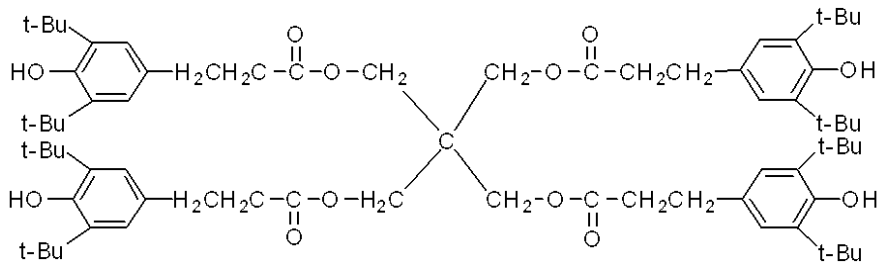


50

(有機化合物 1 1)

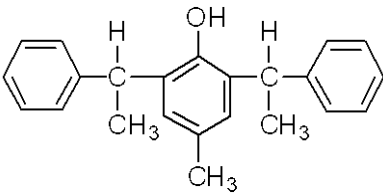


(有機化合物 1 2)



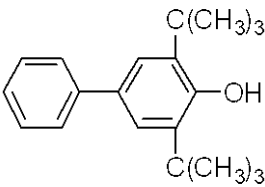
10

(有機化合物 1 3)



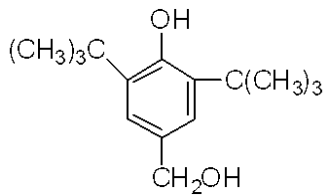
20

(有機化合物 1 4)

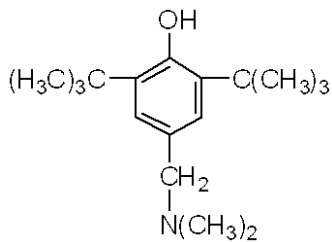


30

(有機化合物 1 5)

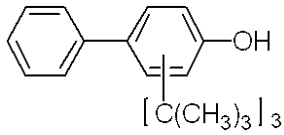


(有機化合物 1 6)

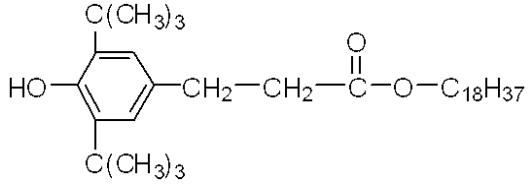


40

(有機化合物 1 7)

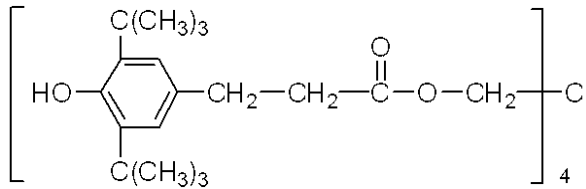


(有機化合物 18)



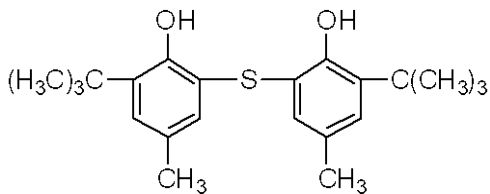
10

(有機化合物 19)

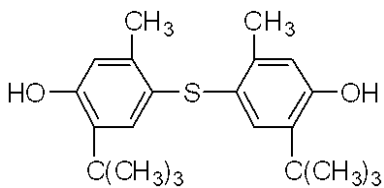


20

(有機化合物 20)

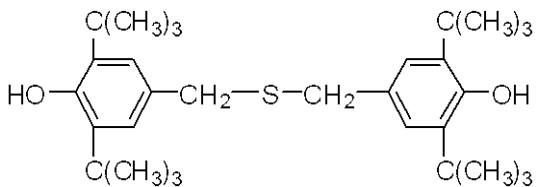


(有機化合物 21)



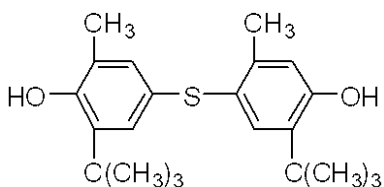
30

(有機化合物 22)



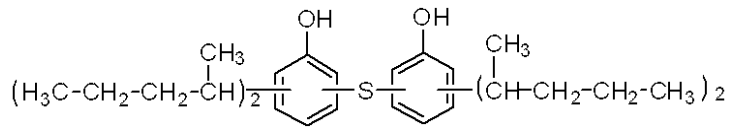
40

(有機化合物 23)

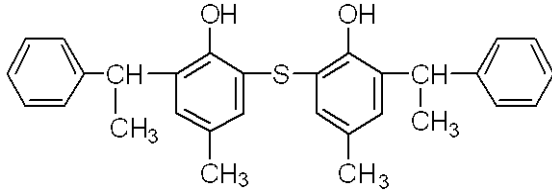


(有機化合物 24)

50

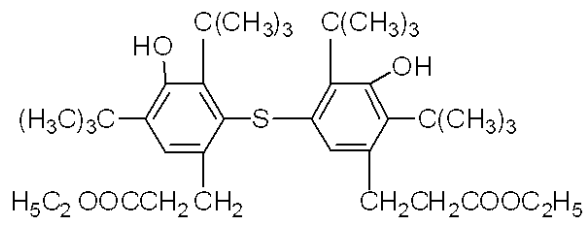


(有機化合物 2 5)



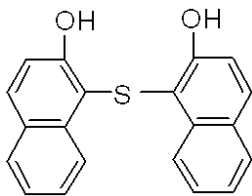
10

(有機化合物 2 6)

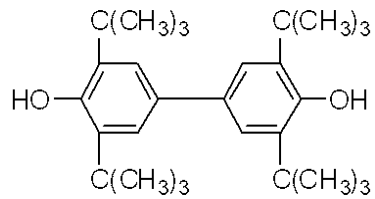


20

(有機化合物 2 7)

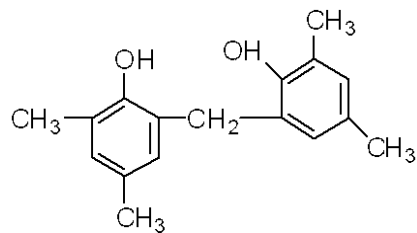


(有機化合物 2 8)



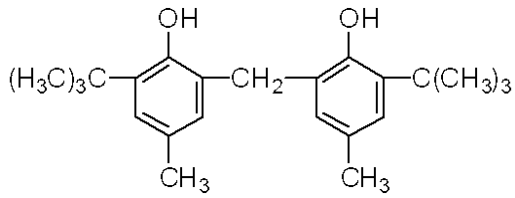
30

(有機化合物 2 9)

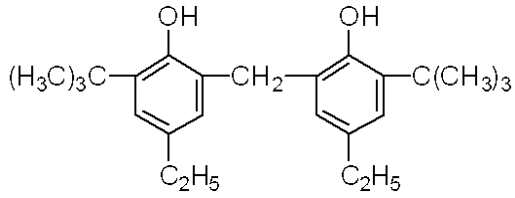


40

(有機化合物 3 0)

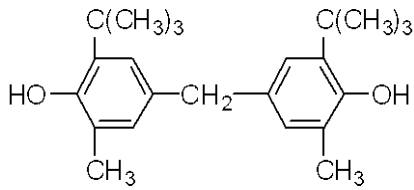


(有機化合物 3 1)



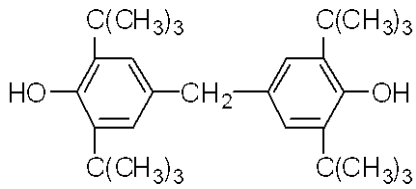
10

(有機化合物 3 2)

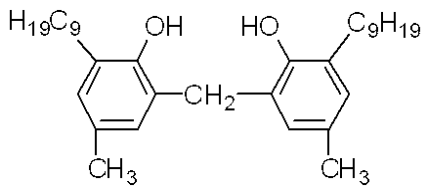


20

(有機化合物 3 3)

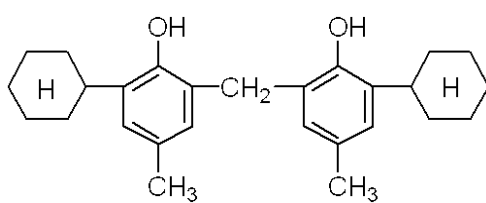


(有機化合物 3 4)



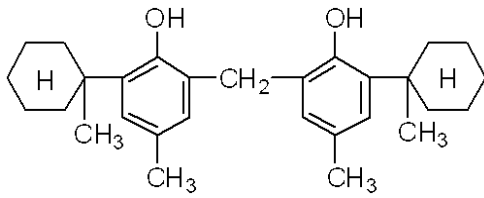
30

(有機化合物 3 5)

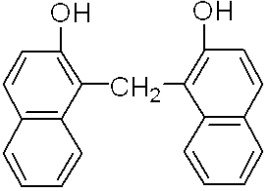


40

(有機化合物 3 6)

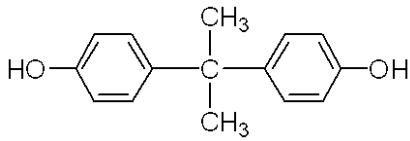


(有機化合物 37)



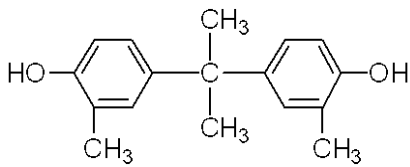
10

(有機化合物 38)

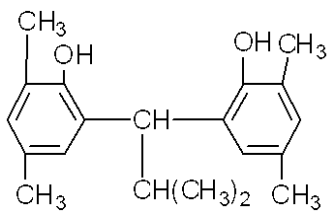


20

(有機化合物 39)

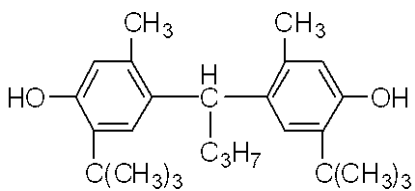


(有機化合物 40)



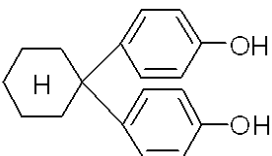
30

(有機化合物 41)



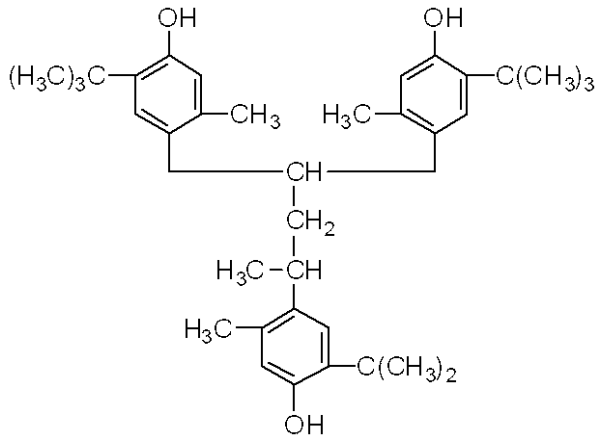
40

(有機化合物 42)



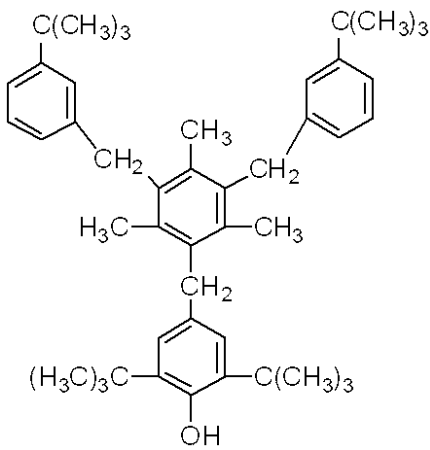
50

(有機化合物 4 3)



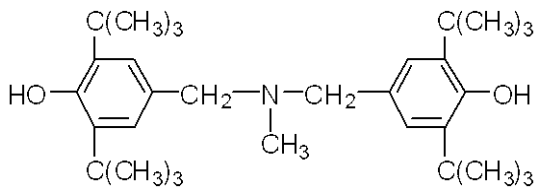
10

(有機化合物 4 4)



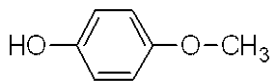
20

(有機化合物 4 5)



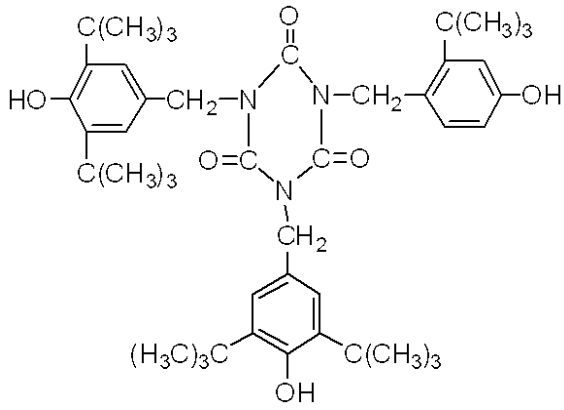
30

(有機化合物 4 6)



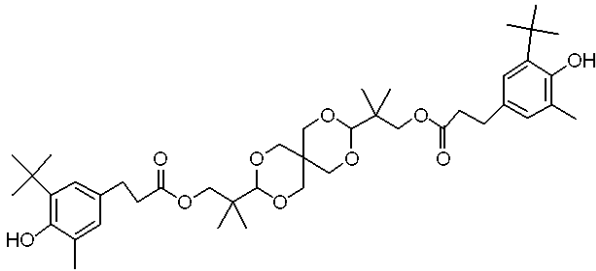
40

(有機化合物 4 7)



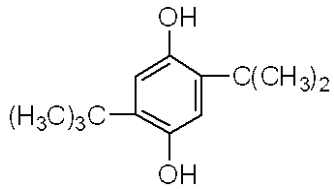
10

(有機化合物 48)



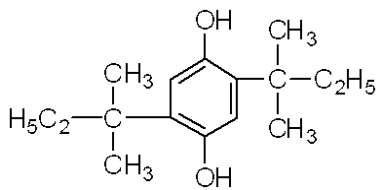
20

(有機化合物 49)

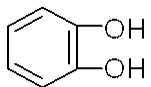


(有機化合物 50)

30

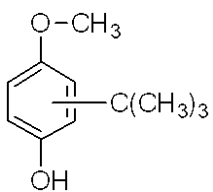


(有機化合物 51)

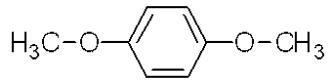


40

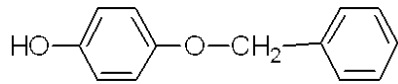
(有機化合物 52)



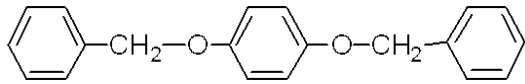
(有機化合物 53)



(有機化合物 5 4)

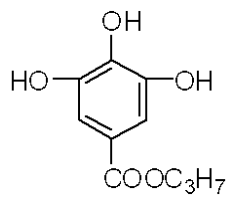


(有機化合物 5 5)



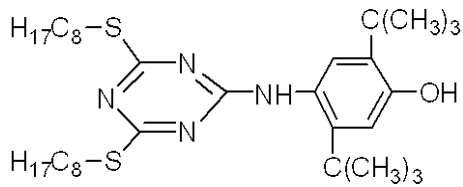
10

(有機化合物 5 6)

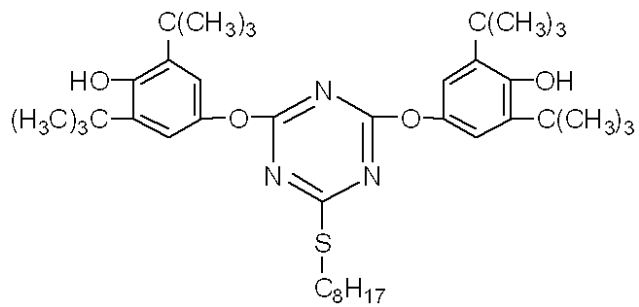


20

(有機化合物 5 7)

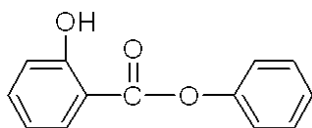


(有機化合物 5 8)



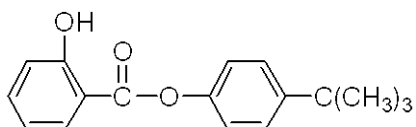
30

(有機化合物 5 9)



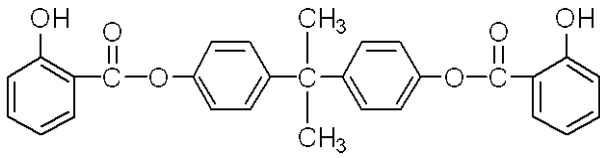
40

(有機化合物 6 0)

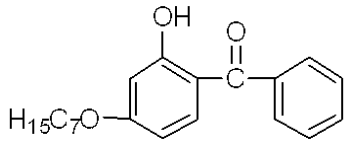


50

(有機化合物 6 1)

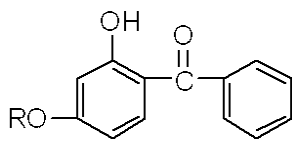


(有機化合物 6 2)



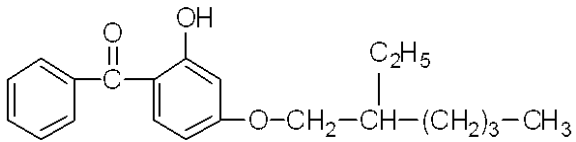
10

(有機化合物 6 3)

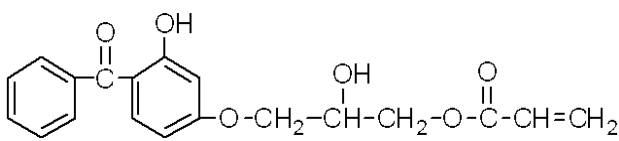


20

(有機化合物 6 4)

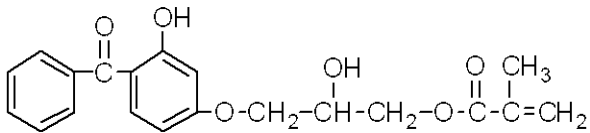


(有機化合物 6 5)



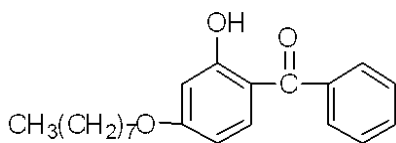
30

(有機化合物 6 6)

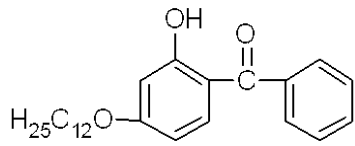


40

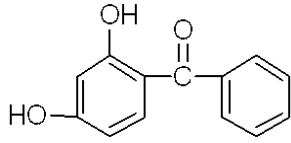
(有機化合物 6 7)



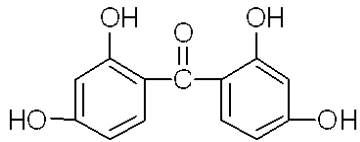
(有機化合物 6 8)



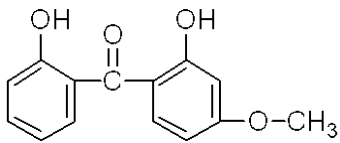
(有機化合物 69)



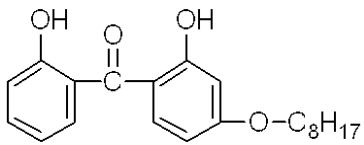
(有機化合物 70)



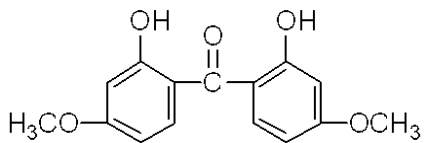
(有機化合物 71)



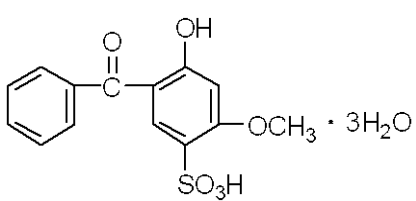
(有機化合物 72)



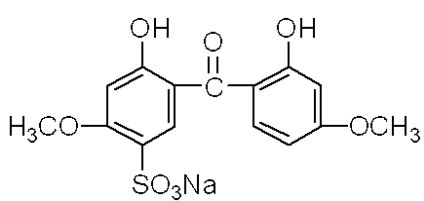
(有機化合物 73)



(有機化合物 74)



(有機化合物 75)



10

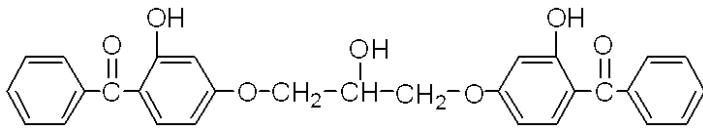
20

30

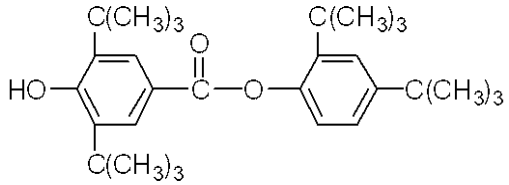
40

50

(有機化合物 7 6)

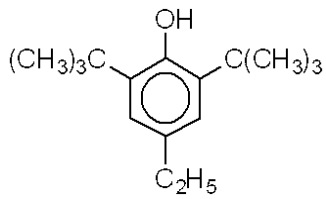


(有機化合物 7 7)



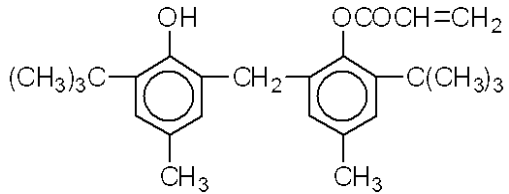
10

(有機化合物 7 8)



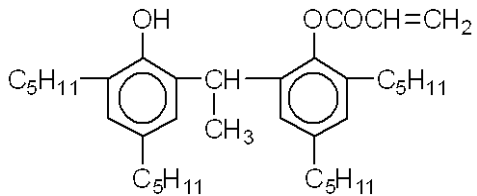
20

(有機化合物 7 9)

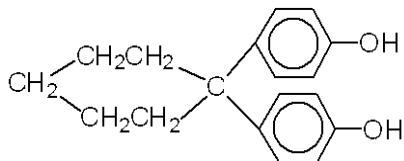


30

(有機化合物 8 0)

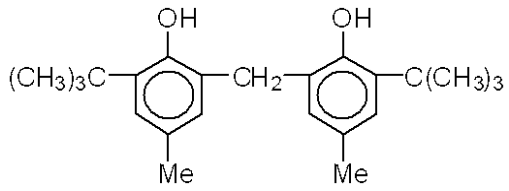


(有機化合物 8 1)

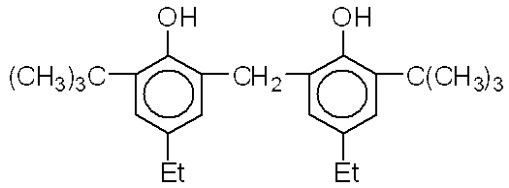


40

(有機化合物 8 2)

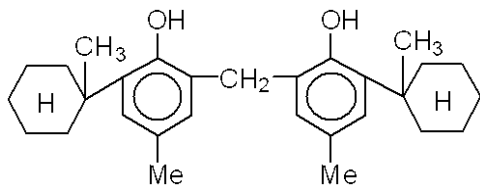


(有機化合物 8 3)



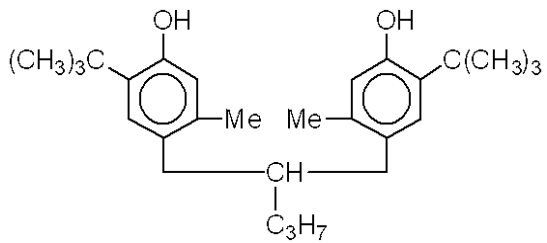
10

(有機化合物 8 4)



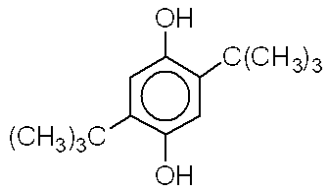
20

(有機化合物 8 5)

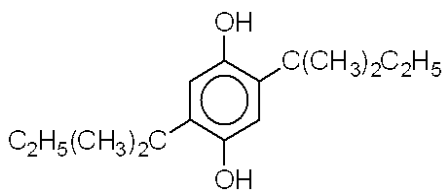


(有機化合物 8 6)

30

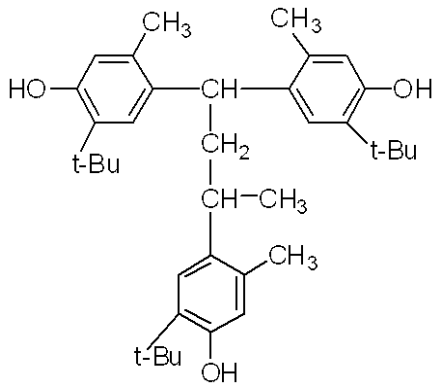


(有機化合物 8 7)



40

(有機化合物 8 8)

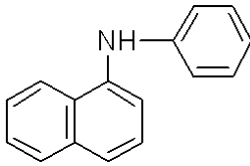


10

アミン系化合物

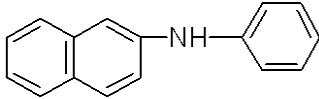
(有機化合物 89 ~ 144)

(有機化合物 89)

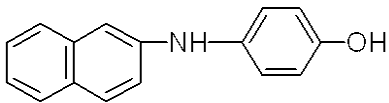


20

(有機化合物 90)

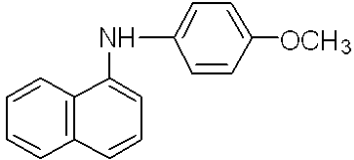


(有機化合物 91)

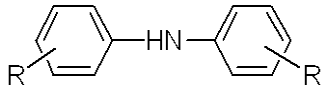


30

(有機化合物 92)

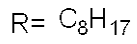
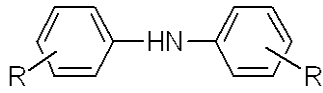


(有機化合物 93)

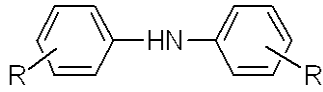
R = C₇H₁₅

40

(有機化合物 94)

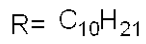
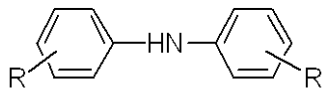


(有機化合物 9 5)



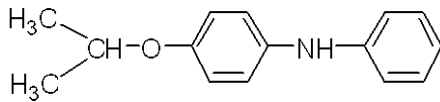
10

(有機化合物 9 6)

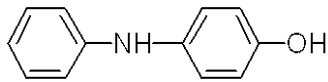


20

(有機化合物 9 7)

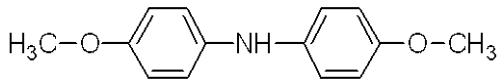


(有機化合物 9 8)

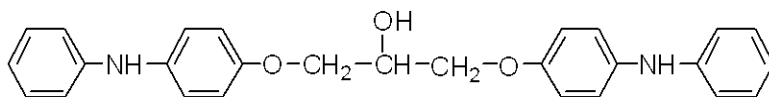


30

(有機化合物 9 9)

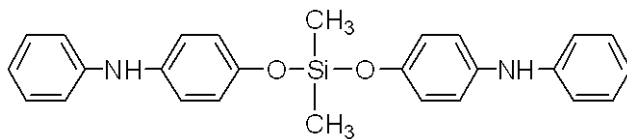


(有機化合物 1 0 0)

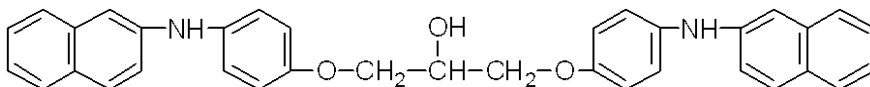


40

(有機化合物 1 0 1)

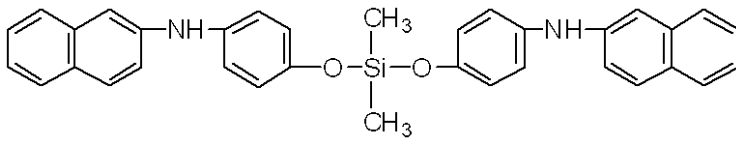


(有機化合物 1 0 2)

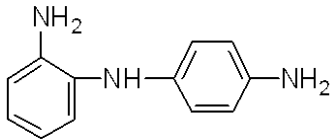


50

(有機化合物 1 0 3)

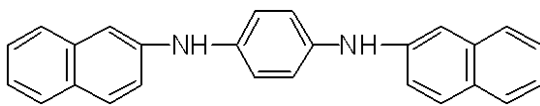


(有機化合物 1 0 4)

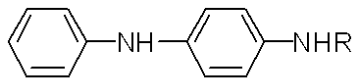


10

(有機化合物 1 0 5)

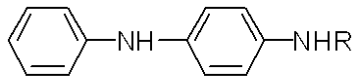


(有機化合物 1 0 6)

R = C₇H₁₅

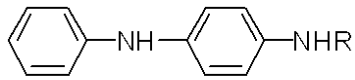
20

(有機化合物 1 0 7)

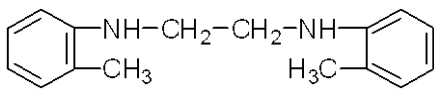
R = C₈H₁₇

30

(有機化合物 1 0 8)

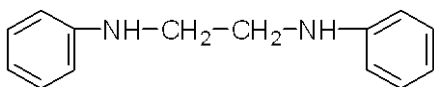
R = C₉H₁₉

(有機化合物 1 0 9)

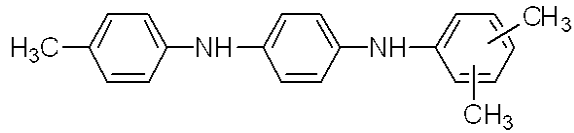


40

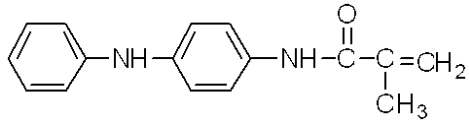
(有機化合物 1 1 0)



(有機化合物 1 1 1)

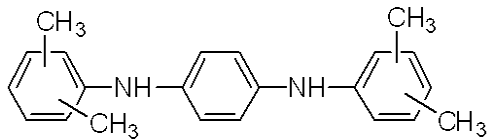


(有機化合物 1 1 2)

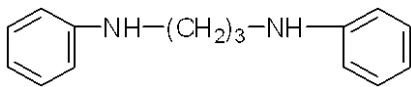


10

(有機化合物 1 1 3)

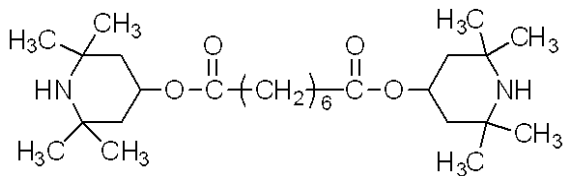


(有機化合物 1 1 4)

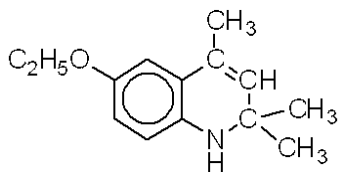


20

(有機化合物 1 1 5)

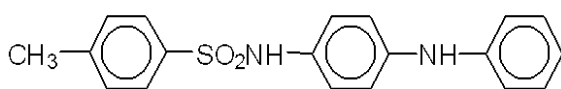


(有機化合物 1 1 6)



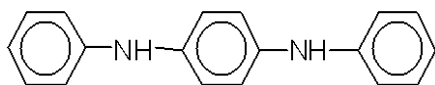
30

(有機化合物 1 1 7)

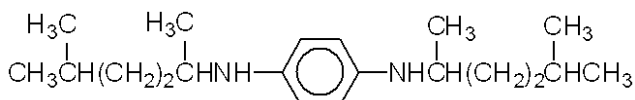


40

(有機化合物 1 1 8)

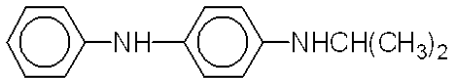


(有機化合物 1 1 9)

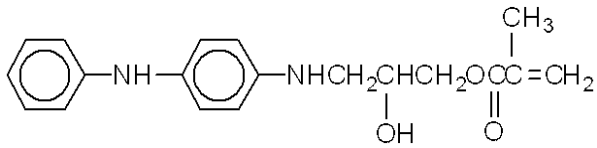


50

(有機化合物 1 2 0)

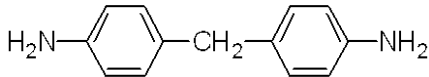


(有機化合物 1 2 1)

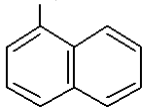


10

(有機化合物 1 2 2)

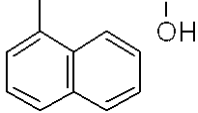


(有機化合物 1 2 3)

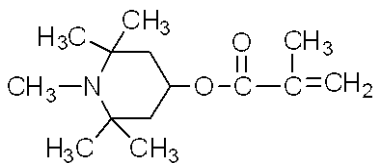
N(CH=CHCHOHCH₃)₂

20

(有機化合物 1 2 4)

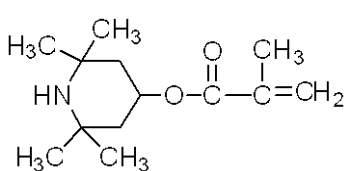
N=CHCH₂CH(OH)CH₃

(有機化合物 1 2 5)



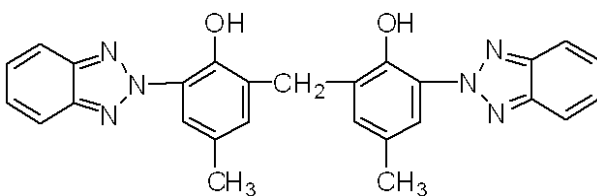
30

(有機化合物 1 2 6)



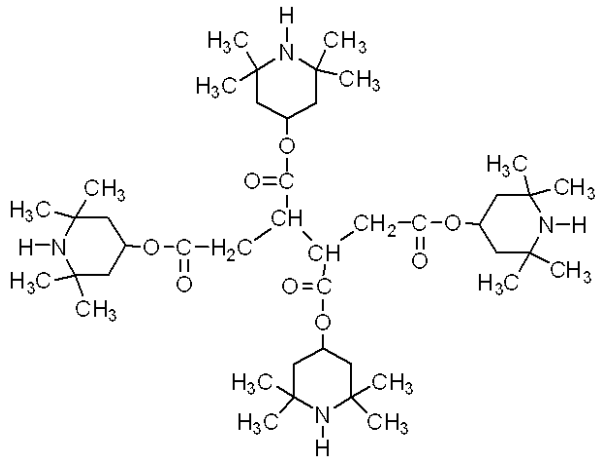
40

(有機化合物 1 2 7)



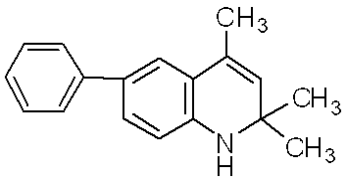
50

(有機化合物 1 2 8)



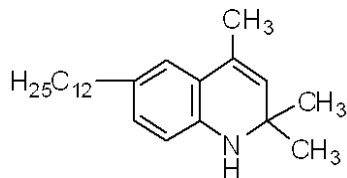
10

(有機化合物 1 2 9)



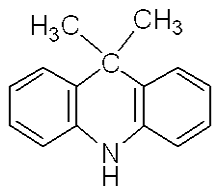
20

(有機化合物 1 3 0)

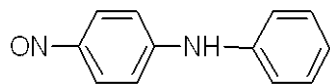


30

(有機化合物 1 3 1)

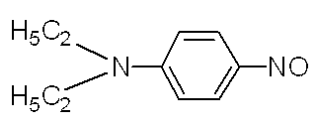


(有機化合物 1 3 2)

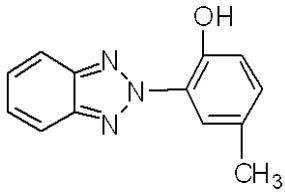


40

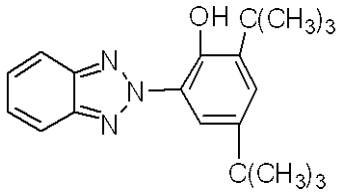
(有機化合物 1 3 3)



(有機化合物 1 3 4)

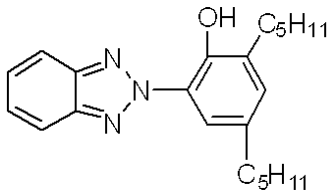


(有機化合物 1 3 5)



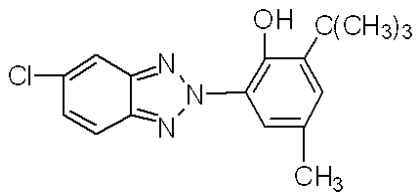
10

(有機化合物 1 3 6)



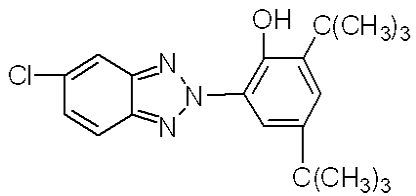
20

(有機化合物 1 3 7)

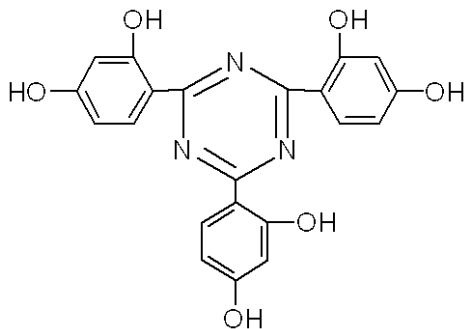


30

(有機化合物 1 3 8)



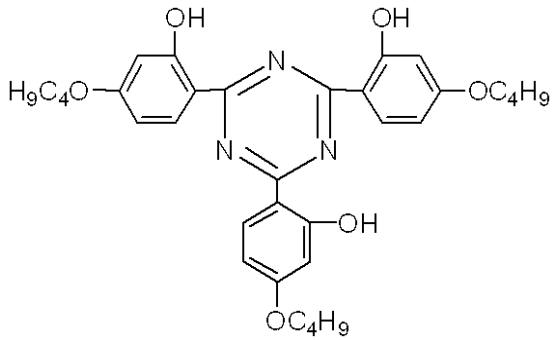
(有機化合物 1 3 9)



40

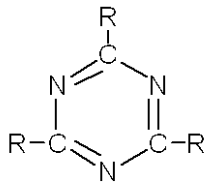
50

(有機化合物 1 4 0)



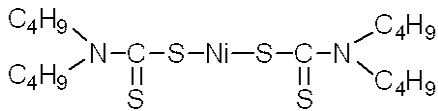
10

(有機化合物 1 4 1)

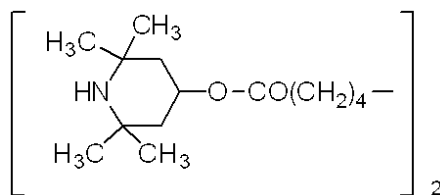
R = $-\text{NHC}_6\text{H}_4\text{NHC}_6\text{H}_5$ 、 $-\text{OC}_6\text{H}_4\text{NHC}_6\text{H}_5$

20

(有機化合物 1 4 2)

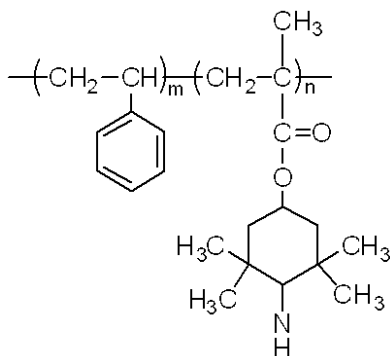


(有機化合物 1 4 3)



30

(有機化合物 1 4 4)



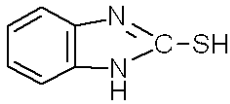
40

チオール系及びチオエーテル系化合物

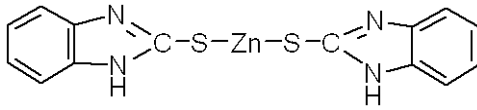
(有機化合物 1 4 5 ~ 1 5 3)

(有機化合物 1 4 5)

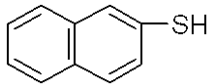
50



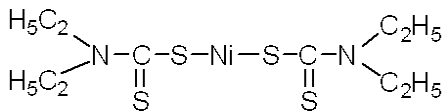
(有機化合物 1 4 6)



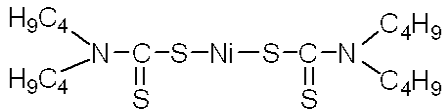
(有機化合物 1 4 7)



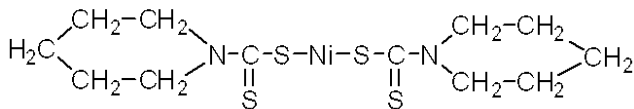
(有機化合物 1 4 8)



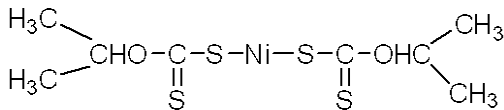
(有機化合物 1 4 9)



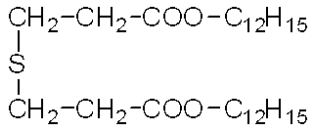
(有機化合物 1 5 0)



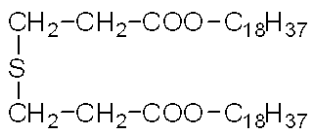
(有機化合物 1 5 1)



(有機化合物 1 5 2)



(有機化合物 1 5 3)



リン酸エステル系化合物

(有機化合物 1 5 4 ~ 1 6 0)

(有機化合物 1 5 4)

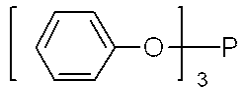
10

20

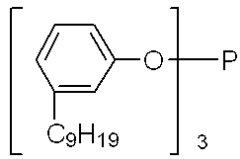
30

40

50

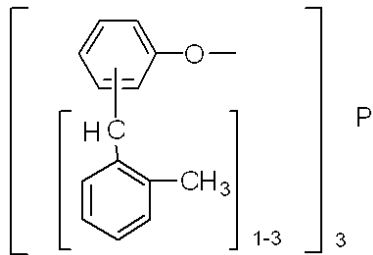


(有機化合物 1 5 5)



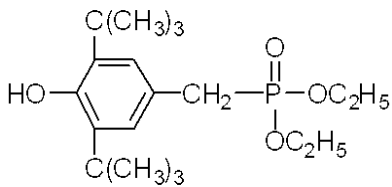
10

(有機化合物 1 5 6)

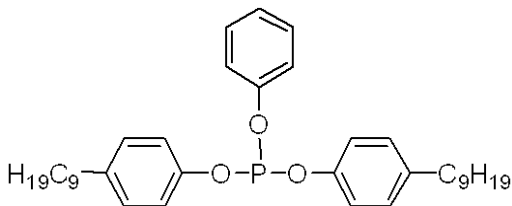


20

(有機化合物 1 5 7)

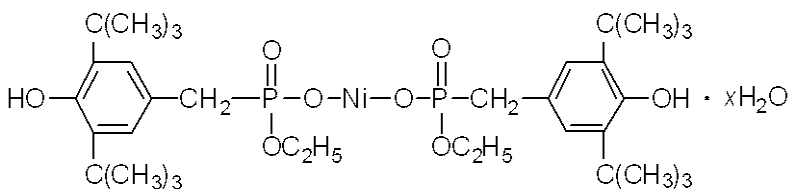


(有機化合物 1 5 8)



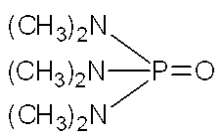
30

(有機化合物 1 5 9)

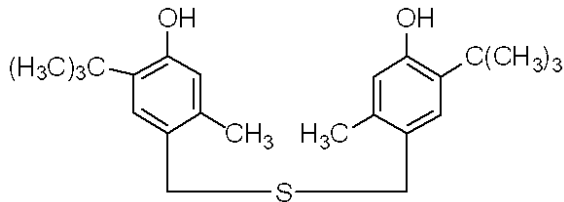


40

(有機化合物 1 6 0)



(有機化合物 161)



【0051】

本発明のカーボンブラックは、様々な分野の組成物に適用することが可能である。また本発明のカーボンブラックは各種のビヒクル中での分散性が優れていると同時に優れた機械的特性を引き出すため、優れたゴム組成物を得ることができ、また劣化しにくい樹脂組成物を得ることができる。

10

【0052】

なお、様々な分野の組成物を得るには、本発明のカーボンブラックを含有する以外は、公知の各種の方法を採用して所望の組成物を調製することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0053】

以下においては実施例に基づき本発明について更に記述する。本実施例は本発明を限定するものではない。

【0054】

20

[実施例 1]

カーボンブラック (N220、三菱化学株式会社製：フェレ径の個数平均粒径 = 210 nm) 100 重量部と、同カーボンブラックに対して有機化合物 48 (分子量 = 741、融点 = 125) 50 重量部を添加し、バッチ式二軸押し出し機に投入した。この二軸押し出し機は、2本のスクリューにて混合するもので、PCM-30 (池貝製作所製) を使用した。連続的に混練できる構成とはせず、出口を密閉し2本のスクリューにて攪拌することができるように改造したものである。両者を攪拌時に充満度が94%となるように装置内に投入後、第一温度 (Tp1) 160 (融点 + 35) に加熱した状態で、攪拌を行った。第一攪拌速度 (Sv1) は、スクリュー回転を毎分30回転とし、第一処理時間 (T1) は、10分間として、攪拌処理を実施した。この処理後、サンプリングをし、ソックスレー抽出にてグラフト化の状態を確認すると、約30%のグラフト化率であることがわかった。すなわち、カーボンブラック表面にグラフト化が進行している状態となることが確認された。

30

ついで、混合装置の攪拌条件として第二攪拌速度 (Sv2) をスクリューの回転数を毎分50回転とし、第二温度 (Tp2) を180 (融点 + 55) とし、より機械的剪断力が高い条件へ変更し、第二処理時間 (T2) を60分間とし処理を行った。その後、冷却し、処理されたカーボンブラックを取り出した。そのカーボンブラックの表面には前記有機化合物が91%のグラフト化率でグラフト化されていた。また、一次粒子が65個数%存在していた。また、カーボンブラックのフェレ径の個数平均粒径は42nmであった。このカーボンブラックを「本発明カーボンブラック1」とする。

40

【0055】

[実施例 2 ~ 4]

実施例1において、条件を、表1及び表2に示す通りとした以外は同様にして本発明のカーボンブラック2, 3, 4を得た。

【0056】

[実施例 5]

カーボンブラック (N220、三菱化学株式会社製) 100 重量部と、同カーボンブラックに対して有機化合物 47 (分子量 = 784、融点 = 221) 80 重量部を充満度が94%となるように、実施例1で使用した二軸押し出し機に投入した。ついで、240 (融点 + 19) (Tp1) に加熱した状態で、攪拌を行った。攪拌は、攪拌速度 (Sv

50

1) をスクリュウ回転で毎分35回転とし、15分間(T1) 攪拌処理を実施した。この状態でサンプリングをし、ソックスレー抽出にてグラフト化の状態を確認すると、約32%のグラフト化率であることがわかった。すなわち、表面にグラフト化が進行している状態となっていることが確認された。ついで、攪拌条件として、攪拌速度(Sv2) をスクリュウの回転数で毎分55回転とし、加熱温度(第二温度Tp2) を270 (融点+49) とし、より機械的剪断力が高い条件へ変更し、処理時間(T2) として70分間、処理を行った。その後、冷却し、処理されたカーボンブラックを取り出した。表面には前記有機化合物が72%のグラフト化率でグラフト化されていた。また、一次粒子が53個数%存在していた。また、フェレ径の個数平均粒径は48nmであった。このカーボンブラックを「本発明カーボンブラック5」とする。

10

【0057】

[実施例6~9]

実施例1において、条件を、表1及び表2に示す通りとした以外は同様にして本発明のカーボンブラック6~9を得た。

【0058】

[実施例10]

実施例1において、カーボンブラック(N220、三菱化学株式会社製)の代わりにRaven1035(コロンビア化学工業社製)とし、その他の条件を、表1及び表2に示す通りとした以外は同様にして本発明のカーボンブラック10を得た。

【0059】

20

[実施例11]

実施例5において、カーボンブラック(N220、三菱化学株式会社製)の代わりにRaven1035(コロンビア化学工業社製)とし、その他の条件を、表1及び表2に示す通りとした以外は同様にして本発明のカーボンブラック11を得た。

【0060】

[比較例1]

表面処理及びグラフト工程を受けていないカーボンブラック(N220、三菱化学株式会社製)を「比較用カーボンブラック1」とする。

【0061】

[比較例2]

30

実施例1において、第一処理時間(T1) 1分経過後、試料を取り出した。このものを「比較用カーボンブラック2」とする。

【0062】

[比較例3]

実施例1において、有機化合物を、遊離基が発生しないステアリン酸(分子量=284、融点=70) (比較化合物1) に変更した以外は、同様に処理した。このものを「比較用カーボンブラック3」とする。

【0063】

[実施例12]

本発明のカーボンブラック1を100部に対して、上記「比較用カーボンブラック2」を100部混合した。これを「本発明のカーボンブラック12」とする。

40

【0064】

各本発明カーボンブラック1~11、比較用カーボンブラック1~3におけるカーボンブラックのフェレ径の個数平均粒径、カーボンブラックのCV値、一次粒子のフェレ径の個数平均粒径、一次粒子のCV値、一次粒子の個数割合を表3に示した。

【0065】

【表 1】

	有機化合物				第一温度 Tp1 (°C)	有機化合物 融点との 差 (°C)	充満度 (%)	第一攪拌 速度 (回転数/分) Sv1	第一処理 時間(分) T1	第一処理 終了時グラ フト化率 (%)
	番号	融点 (°C)	分子量	添加量 (部)						
実施例 1	48	125	741	50	160	+35	94	30	10	30
実施例 2	48	125	741	50	150	+25	98	30	10	25
実施例 3	48	125	741	50	150	+25	98	30	10	25
実施例 4	48	125	741	50	150	+25	98	40	10	40
実施例 5	47	221	784	80	240	+19	94	35	15	32
実施例 6	88	186	545	50	216	+30	98	35	15	35
実施例 7	115	84	481	50	104	+20	97	30	5	32
実施例 8	127	195	659	50	215	+20	98	35	5	36
実施例 9	128	132	791	50	145	+13	91	30	5	26
実施例 10	48	125	741	50	150	+25	94	30	10	33
実施例 11	47	221	784	80	231	+10	98	30	10	35
比較例 1	なし	—	—	—	—	—	—	—	—	—
比較例 2	48	125	741	50	150	+25	94	30	1	2
比較例 3	比較 化合物 1	70	284	50	105	+35	94	30	10	0

【 0 0 6 6 】

10

20

30

40

【表 2】

	第二温度条件 (°C)Tp2	有機化合物 融点との差 (°C)	第二攪拌速度 (回転数/分) Sv2	第二処理時間 (分)T2	第二処理時間 終了時グラフト率
実施例1	180	+55	50	60	91
実施例2	190	+65	55	60	93
実施例3	220	+95	60	60	95
実施例4	220	+65	65	60	97
実施例5	270	+49	55	70	72
実施例6	266	+80	60	70	83
実施例7	174	+90	55	40	93
実施例8	265	+70	50	60	94
実施例9	210	+78	50	40	91
実施例10	190	+65	60	40	94
実施例11	250	+29	55	40	90
比較例1	—	-	—	—	—
比較例2	—	-	—	—	2
比較例3	125	+55	50	30	0

10

20

【0067】

〔評価〕

評価1)分散性

上記の「本発明カーボンブラック1~12」及び「比較用カーボンブラック1~3」をそれぞれ1重量部とり、それぞれ100重量部のアセトンを加えて、25の温度条件にて10分間超音波分散させ、それぞれのカーボンブラック分散液を得た。その後、5mlの分散液をサンプリングし、遠心分離機を使用して4000rpmで遠心沈降実験を行った。遠心分離を60分間行い、途中、遠心分離機を10分ごとに停止させ、当分散液の分散状態を目視判定した。

30

60分遠心分離しても沈降がみられなかったものをAとし、沈降がみられたものについては見られた時間を表3に示す。

【0068】

評価2)樹脂中への分散性評価

上記「本発明カーボンブラック1~12」及び「比較用カーボンブラック1~3」についてポリスチレン樹脂と混合し、樹脂中の分散性を評価した。評価方法は、ポリスチレン樹脂100重量部に対して前述のカーボンブラック10重量部を添加し、二本ロールにて混練し、そのものを平滑な板状に成形し、その板の光沢度を光沢計(日本電色工業株式会社製)を用いて評価をおこなった。表面光沢度を測定角20°で測定した。これら評価1)

40

【0069】

これらの結果を表3に示す。

【表 3】

	フェレ系の個 数平均粒径 (nm)	カーボンブ ラックのCV 値(%)	一次粒子の フェレ径の個 数平均粒径 (nm)	一次粒子 のCV値 (%)	一次粒子の 個数割合 (%)	分散性	表面 光沢度 (%)
実施例1	42	18	25	8	65	A	43
実施例2	40	18	25	8	72	A	52
実施例3	39	15	25	8	89	A	62
実施例4	28	10	25	8	98	A	65
実施例5	48	16	28	8	53	A	49
実施例6	47	14	28	8	87	A	61
実施例7	41	14	28	8	89	A	57
実施例8	28	12	28	8	97	A	66
実施例9	36	11	28	8	77	A	58
実施例10	32	16	28	8	87	A	61
実施例11	33	16	28	8	83	A	57
実施例12	77	28	25	8	33	A	35
比較例1	210	38	-	-	0	10分	7
比較例2	210	35	測定できず	同左	1	20分	11
比較例3	210	38	-	-	0	10分	8

【0070】

「本発明カーボンブラック1～12」では、60分間、遠心沈降実験を行っても均一な分散性が良好に維持されていた。それに対し、比較用カーボンブラック1, 2, 3では、それぞれ、10分、20分、10分でカーボンブラックが沈降しており、比較用カーボンブラック1, 2, 3については優れた分散性は示されなかった。

【0071】

また、「本発明カーボンブラック1～12」では、表面光沢度においても優れた性能が確認されたのに対し、比較用カーボンブラック1, 2, 3では、優れた性能を得ることができなかった。

【0072】

[発明の効果]

本発明のフェレ径の個数平均粒径とその平均粒径のCV値を満たすカーボンブラックは、より強度があり、表面光沢、仕上がりが優れた樹脂またはゴム成型物を提供することを可能とした。また、従来なしえなかった、一次粒子を安定に存在させることにより、さまざまな工業分野への適用も期待できる。

本発明のカーボンブラックは比較的良好な分散性、流動性及び相容性を備えているばかりではなく、透明導電材料、輻射防止材料、油性インク、粉末インク、塗料など多くの領域で使用することができる。当該カーボンブラックの製造方法は工程が簡単で、コストは低く、汚染は発生しないばかりではなく、大ロットの連続生産も可能である。

【図面の簡単な説明】

【0073】

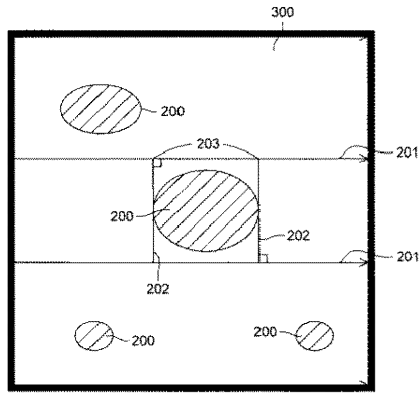
【図1】フェレ径の説明図

【図2】二次粒子と基本粒子の説明図

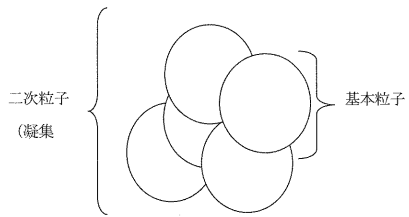
【図3】一次粒子の説明図

【図4】従来のカーボンブラックの説明図

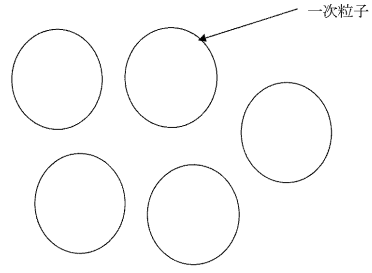
【 図 1 】



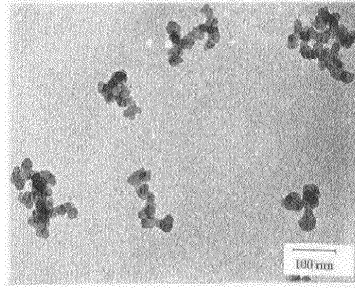
【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】



フロントページの続き

(72)発明者 浅井 真吾

東京都千代田区丸の内一丁目6番1号 コニカミノルタビジネステクノロジー株式会社内

(72)発明者 呉 馳飛

中華人民共和国200237シャanghai、メイロン・ロード、ナンバー130番 華東理工大学内

審査官 天野 宏樹

(56)参考文献 カーボンブラック協会編，カーボンブラック便覧，1995年 4月15日，第三版，p.61-84，
167-175

(58)調査した分野(Int.Cl.，DB名)

C09C1/48

C09C3/08