



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109836851 A

(43)申请公布日 2019.06.04

(21)申请号 201811442195.X

(22)申请日 2018.11.29

(30)优先权数据

10-2017-0161399 2017.11.29 KR

(71)申请人 OCI有限公司

地址 韩国首尔

(72)发明人 李在锡

(74)专利代理机构 北京品源专利代理有限公司

11332

代理人 吕琳 宋东颖

(51)Int.Cl.

C09C 1/56(2006.01)

C09C 3/06(2006.01)

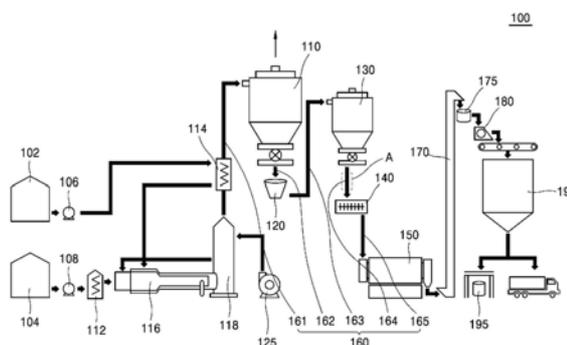
权利要求书1页 说明书8页 附图1页

(54)发明名称

碳黑的氧化方法及包括其的碳黑的制备方法

(57)摘要

本发明涉及可防止或缓解表面氧化改性后因残留臭氧而使碳黑的表面氧化度发生变化的碳黑的氧化方法以及使其包括在单一连续工序中的碳黑的制备方法。



1. 一种碳黑的氧化方法,其特征在于,包括:  
步骤(a),在臭氧产生器中由氧气产生臭氧来获得氧气和臭氧的混合气体;  
步骤(b),向分别设置有投入口和排出口的氧化反应器内投入上述混合气体来对上述氧化反应器内的碳黑进行氧化处理;  
步骤(c),通过上述排出口排出上述氧化反应器内的混合气体;以及  
步骤(d),去除在氧化处理的碳黑中残留的臭氧。
2. 根据权利要求1所述的碳黑的氧化方法,其特征在于,上述步骤(d)为通过向上述氧化反应器内投入非活性吹扫气体来执行。
3. 根据权利要求2所述的碳黑的氧化方法,其特征在于,上述非活性吹扫气体为选自氮气、氩气、氦气及氟气中的至少一种。
4. 根据权利要求1所述的碳黑的氧化方法,其特征在于,上述步骤(d)为通过使上述氧化反应器内的温度升温来执行。
5. 根据权利要求4所述的碳黑的氧化方法,其特征在于,上述步骤(d)为通过使上述氧化反应器内的温度升温至300℃以上来执行。
6. 根据权利要求1所述的碳黑的氧化方法,其特征在于,上述步骤(d)为通过使上述氧化反应器旋转来执行。
7. 根据权利要求1所述的碳黑的氧化方法,其特征在于,上述步骤(d)在用于输送经氧化处理的碳黑的螺旋加料器内执行。
8. 根据权利要求7所述的碳黑的氧化方法,其特征在于,通过使上述螺旋加料器内的温度升温至300℃以上来执行。
9. 根据权利要求1所述的碳黑的氧化方法,其特征在于,相对于在上述步骤(b)之后测定的碳黑的pH,在上述步骤(d)之后测定的碳黑的pH的变化率为5%以下。
10. 一种碳黑的制备方法,其特征在于,包括:  
步骤(a),在燃烧反应器中生成碳黑;  
步骤(b),将在上述燃烧反应器中生成的碳黑移至氧化反应器;以及  
步骤(c),根据权利要求1至9中任一项所述的碳黑的氧化方法来氧化上述氧化反应器内的碳黑。

## 碳黑的氧化方法及包括其的碳黑的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及可防止或缓解表面氧化改性后因残留臭氧而使碳黑的表面氧化度发生变化的碳黑的氧化方法以及使其包括在单一连续工序的碳黑的制备方法。

### 背景技术

[0002] 碳黑是指通过不完全燃烧包含各种烃或碳的化合物来获得的非常细微的球形颗粒的集合体。碳黑在反应炉中形成初级颗粒 (Primary Particle), 这些初级颗粒彼此融合形成葡萄串形态的凝集体。

[0003] 碳黑本身为疏水性, 需要在各种应用中与其他亲水性物质混合使用的情况下, 有必要改性成亲水性来使用。例如, 将改性成亲水性的碳黑适用于墨水、油漆等用途时, 可以提高在水性溶液中的分散性。

[0004] 具有一种为了将碳黑改性为亲水性而在表面引入官能团的方法。典型的这种方法有湿式氧化处理方法和干式氧化处理方法。例如, 湿式氧化处理为用硝酸溶液氧化碳黑并将官能团引入表面的方法, 干式氧化处理方法为使活化的碳黑与臭氧气体反应来将官能团引入表面的方法。

[0005] 此时, 在完成氧化处理后在碳黑中残留的硝酸溶液或臭氧气体可作用为改变碳黑的表面氧化度的因素。

### 发明内容

[0006] 本发明要解决的技术问题

[0007] 如上所述, 本发明的目的在于, 提供一种碳黑的氧化方法, 即, 可防止或缓解在完成用于碳黑的亲水性改性的干式氧化处理后因在碳黑中残留的臭氧气体而使碳黑的表面氧化度发生变化。

[0008] 并且, 本发明的目的在于, 提供一种碳黑的制备方法, 即, 将所述的碳黑的氧化方法适用于现有的碳黑的制备工序, 可通过单一连续性工序, 来防止或缓解不仅在完成氧化处理后而且在保管碳黑的过程中碳黑的表面氧化度发生变化, 而无需分离额外的工序。

[0009] 技术方案

[0010] 根据用于解决所述的技术问题的本发明一实施方式, 提供碳黑的氧化方法, 包括: 步骤 (a), 在臭氧产生器中由氧气产生臭氧来获得氧气和臭氧的混合气体; 步骤 (b), 向分别设置有投入口和排出口的氧化反应器内投入上述混合气体来对上述氧化反应器内的碳黑进行氧化处理; 步骤 (c), 通过上述排出口排出上述氧化反应器内的混合气体; 以及步骤 (d), 去除在氧化处理的碳黑中残留的臭氧。

[0011] 并且, 根据本发明的另一实施方式, 提供将在燃烧反应器中生成的碳黑移至氧化反应器后利用上述的方法进行氧化处理的碳黑的制备方法。

[0012] 有益效果

[0013] 根据本发明, 由于可防止或缓解在完成用于碳黑的亲水性改性的干式氧化处理后

因在碳黑中残留的臭氧气体而使碳黑的表明氧化度发生变化,因而可准确地调节所制备的碳黑的目标氢离子浓度指数(pH)。

[0014] 并且,根据本发明,可通过执行去除在碳黑中残留的臭氧气体的工序,来防止或缓解不仅在氧化处理后而且在保管所制备的碳黑的过程中碳黑的表面氧化度发生变化。

[0015] 同时,根据本发明,由于可通过单一连续性工序来防止氧化处理的碳黑的表面氧化度发生变化,而无需分离额外的工序,因此在工序难度及工序费用方面是有利的。

## 附图说明

[0016] 图1为示出根据本发明一实施例的碳黑的氧化方法及执行制备方法的碳黑制备装置的示意图。

## 具体实施方式

[0017] 为了更加便于理解本发明,为方便起见,在本申请中定义特定术语。除非在本申请中另有定义,否则在本发明中使用的科学术语及技术术语可具有本技术领域普通技术人员通常所理解的含义。

[0018] 并且,除非上下文另有说明,否则单数形式的术语包括其复数形式,复数形式的术语还可包括其单数形式的术语。

[0019] 图1为示出根据本发明一实施例的碳黑的氧化方法及执行制备方法的碳黑制备装置的示意图。

[0020] 参照图1,根据本发明的实施例的碳黑制备装置100包括第一反应器110、粉碎机120、第二反应器130、制粒机140、烘干机150及输送管道160。

[0021] 第一反应器110通过由燃料烃及含氧气体的反应引起的热分解来形成未粉碎的碳黑。

[0022] 其中,为了向第一反应器110的内部供应燃料烃,碳黑制备装置100还可包括第一燃料储罐102、第一泵106及第一预热器114。此时,储存在第一燃料储罐102的内部的燃料烃借助第一泵106来抽吸并供应到第一预热器114,向第一预热器114的内部供应的燃料烃与含氧气体一起预热并供应到第一反应器110的内部。

[0023] 并且,为了向第一反应器110的内部供应含氧气体,碳黑制备装置100还可包括第二燃料储罐104、第二泵108、第二预热器112、气体反应器116、第三预热器118及鼓风机125。此时,第二燃料储罐104的内部储存原料油,原料油借助第二泵108来抽吸并供应到第二预热器112,预热后供应到气体反应器116的内部。通过这种气体反应器116的内部的原料油供应到第三预热器118,此时,与通过鼓风机125注入第三预热器118的内部的氧气反应产生含氧气体。随后,含氧气体供应到第一预热器114的内部,与燃料烃一起预热后供应到第一反应器110的内部。

[0024] 粉碎机120起到粉碎由第一反应器110形成的碳黑的作用。通过这种粉碎机120,可将碳黑粉碎成100nm以下的细微大小。

[0025] 第二反应器130用于使由粉碎机120粉碎的碳黑与水反应形成碳黑混合物。为此,第二反应器130可设置有用于从外部接收水的水供应管道(未图示)。此时,相对于100重量份的碳黑混合物,可添加50~300重量份的水,但是并不限于此。

[0026] 制粒机140通过由第二反应器130形成的碳黑混合物造粒来形成粒化碳黑。

[0027] 烘干机150用于干燥由制粒机140形成的粒化碳黑。此时,优选地,干燥至少在100℃以上实施,以去除粒化碳黑的水分,更优选地,在150~300℃实施。

[0028] 输送管道160用于连接第一反应器110、粉碎机120、第二反应器130、制粒机140及烘干机150。具体地,输送管道160可包括用于连接第一预热器114的出侧与第一反应器110的入侧的第一输送管道161、用于连接第一反应器110的出侧与粉碎机120的入侧的第二输送管道162、用于连接粉碎机120的出侧与第二反应器130的入侧的第三输送管道163、用于连接第二反应器130的出侧与制粒机140的入侧的第四输送管道164及用于连接制粒机140的出侧与烘干机150的入侧第五输送管道165。

[0029] 尤其,用于连接第二反应器130的出侧与制粒机140的入侧的输送管道的第四输送管道164包括氧化反应器。

[0030] 在这种第四输送管道164中进行对粒化碳黑的表面的臭氧氧化反应。

[0031] 另一方面,碳黑制备装置100还可包括斗式提升机170、分级机175、磁性分离器180及储存罐190。斗式提升机170起到通过垂直提升来输送干燥的粒化碳黑的作用。分级机175起到对通过斗式提升机170垂直提升的粒化碳黑进行分级的作用,磁性分离器180起到将分级的粒化碳黑分离的作用。

[0032] 储存罐190用于通过热处理由磁性分离器180分离的粒化碳黑来形成回填机195。此时,在储存罐190中热处理形成的回填机195经质量检验后,可通过装载在运输工具来出货。

[0033] 以下,对在设置于前述的第四输送管道164的氧化反应器内进行的根据本发明一实施例的碳黑的氧化方法及制备方法进行详细说明。

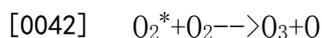
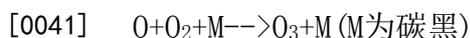
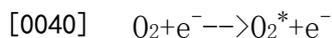
[0034] 根据本发明一实施方式,提供碳黑的氧化方法,包括:步骤(a),在臭氧产生器中由氧气产生臭氧来获得氧气和臭氧的混合气体;步骤(b),向分别设置有投入口和排出口的氧化反应器内投入上述混合气体来对上述氧化反应器内的碳黑进行氧化处理;步骤(c),通过上述排出口排出上述氧化反应器内的混合气体;以及步骤(d),去除在氧化处理的碳黑中残留的臭氧。

[0035] 其中,步骤(a)为产生用作碳黑的氧化剂的臭氧的步骤。

[0036] 若供氧气器通过臭氧产生器供应氧气,则从臭氧产生器中产生臭氧,产生的臭氧以与氧气混合在一起的混合气体状态供应到氧化反应器。

[0037] 在臭氧产生器中,例如,以空气或氧气为主原料,可通过等离子放电如高压电弧放电来产生臭氧。氧气是用压缩机压缩空气后仅分离氧气来使用。

[0038] 作为产生臭氧的另一例,还可借助无声放电,如电晕放电。在借助等离子放电的情况下,例如,在电极之间放置电解质如玻璃或陶瓷并吹入空气或氧气,向电极施加高电压(6kv至15kv),在放电空间通过如下反应产生臭氧。



[0043] 若在臭氧产生器中产生臭氧,则获得臭氧与氧气混合在一起的状态混合气体,混

合气体中作为载气的氧气与臭氧一同被投入反应器。

[0044] 向氧化反应器内投入在步骤(a)中产生的混合气体之前,预先投入碳黑,此时,为了使碳黑和混合气体中臭氧的均匀地反应,优选地供给占氧化反应器内部空间的1/2以下的体积的碳黑。

[0045] 步骤(b)为通过使为氧化反应器内碳黑与向氧化反应器内投入的混合气体中臭氧反应来氧化碳黑的表面的步骤。

[0046] 向氧化反应器内投入混合气体时,可调节混合气体的投入速度,以防止碳黑因气体的流速而飞溅。

[0047] 并且,根据氧化反应器内的碳黑的堆积密度可调节浓度及每小时投入的混合气体的体积。

[0048] 具体地,可按 $15\text{g}/\text{m}^3$ 至 $200\text{g}/\text{m}^3$ 的浓度投入混合气体,并可根据氧化反应器的大小调节投入速度。例如,以2.5L的氧化反应器为基准,能够以0.5L/分钟至5L/分钟的速度向上述反应器中投入。在另一例中,以70L的氧化反应器为基准,能够以5L/分钟至50L/分钟的速度向氧化反应器内投入混合气体。可通过所述的树脂范围内的流入速度投入混合气体来提高碳黑的氧化效率。

[0049] 在本申请中,使用于碳黑的氧化的氧化反应器设置有投入口和排出口,由投入口投入混合气体,完成碳黑的氧化处理后通过排出口排出混合气体。例如,在氧化反应器呈圆柱形桶的情况下,投入口和排出口可设置于桶的两侧。

[0050] 若向氧化反应器内投入混合气体,则与预先放置类型注入氧化反应器内的碳黑接触。

[0051] 混合气体中臭氧与碳黑反应,以碳黑成亲水性的方式对表面进行改性后,并被还原成氧气通过排出口排出。

[0052] 此时,碳黑的表面改性为在向碳黑的表面引入可阻止电子的移动的极性官能团的步骤。

[0053] 对于极性官能团的种类没有特别限制,但是例如,可具有氨基、卤素基、磺酸基、膦酸基、磷酸基、硫醇基、烷氧基、酰胺基、醛基、酮基、羧基、酯基、羟基、酸酐基、酰卤基、氰基和唑基等。

[0054] 但是,在本申请中,步骤(b)的氧化处理作为采用臭氧的氧化处理,通过步骤(b)向碳黑的表面能够引入的极性官能团可以为包含氧气的官能团。

[0055] 其中,在步骤(b)的氧化处理之前碳黑的pH值可以约为9.0至10.0,但并不一定限定于此,根据成为原料的碳黑的制备工序,可将碳黑的pH值调至上述范围之外。但是,在普通的氧化处理之前,碳黑的pH值可具有相对于中性(7.0)接近碱性的pH值。

[0056] 碳黑经步骤(b)的氧化处理可具有相对于中性(7.0)接近酸性的pH值,优选为5以下,更优选地可具有3以下的pH值。

[0057] 接着,在完成对碳黑的氧化处理后,通过设置于氧化反应器的排出口去除留在氧化反应器内的混合气体(步骤(c))。

[0058] 此时从氧化反应器的排出口排出的混合气体与作为载气包含在混合气体的氧气和碳黑反应后,主要包含由臭氧产生的氧气。并且,不与碳黑反应的残留臭氧也可以通过排出口从氧化反应器排出。

[0059] 并且,根据本申请,还可执行吹扫在步骤(c)后氧化处理的碳黑中残留的臭氧的步骤(d)。

[0060] 步骤(d)不同于在完成对碳黑的氧化处理后去除氧化反应器内的混合气体的步骤(c),是独立于步骤(c)执行的气体吹扫步骤。

[0061] 具体地,步骤(d)为去除在碳黑中残留的作为氧化性气体的臭氧的步骤,而不是去除氧化反应器内形成气体气氛的混合气体。

[0062] 在碳黑的情况下,通常,多个初级颗粒以彼此融合成葡萄串的形态凝集体存在,对碳黑氧化处理后,即使从氧化反应器排出混合气体,但碳黑凝集体中的气孔或者凝集体之间的空间中的气孔等中还可残留臭氧。

[0063] 即使在碳黑凝集体中的气孔或者凝集体之间的空间中的气孔等中残留的臭氧为微量,但可用作改变是碳黑的表面氧化度的因素。例如,不仅在氧化处理后,而且在氧化处理的碳黑的储存期间,残留臭氧可对碳黑进一步进行氧化反应。

[0064] 并且,因在碳黑凝集体中的气孔或凝集体之间的空间中的气孔等中残留的臭氧,有可能测定的碳黑的氧化度更大。例如,尽管氧化处理的碳黑的实际pH值为3.0,因在碳黑凝集体中的气孔或凝集体之间的空间中的气孔等中残留的臭氧,有可能测定的碳黑的pH值小于3.0。

[0065] 为此,在本申请中,额外执行吹扫在碳黑中残留的臭氧的步骤(d),从而防止或缓解表面氧化处理的碳黑的氧化度发生变化或者可防止或缓解碳黑的氧化度因残留臭氧而被测的更大。

[0066] 在一实施例中,步骤(d)可通过向氧化反应器内投入非活性吹扫气体来执行。

[0067] 此时,非活性吹扫气体可选自氮气、氩气、氦气及氖气中的至少一种。即,非活性吹扫气体在不影响氧化处理的碳黑的表面特性的范围下,可作为多种组合气体来提供。

[0068] 并且,根据本发明的再一实施例,步骤(d)通过减压氧化反应器内的压力,同时可促进在碳黑凝集体中的气孔或凝集体之间的空间中的气孔等中残留的臭氧通过排出口向氧化反应器外部排出。

[0069] 进一步地,步骤(d)向氧化反应器内投入非活性吹扫气体的同时,以规定速度旋转氧化反应器,从而可更有效地去除在碳黑凝集体中的气孔或凝集体之间的空间中的气孔等中残留的臭氧。

[0070] 此时,氧化反应器能够以3rpm至7rpm的速度旋转。氧化反应器的旋转速度小于3rpm时,即,过慢的情况下,由于通过氧化反应器的旋转来提高碳黑的堆积密度的效果不足,因此存在在碳黑凝集体中的气孔或凝集体之间的空间中的气孔等中残留的臭氧的去除效果不足的隐患。

[0071] 并且,步骤(d)可随着使氧化反应器内的温度升温来执行。此时,氧化反应器内的温度可升温至300℃,因氧化反应器的升温,可以由热分解形式去除在碳黑凝集体中的气孔或凝集体之间的空间中的气孔等中残留的臭氧。根据本发明的另一实施例,步骤(d)可在将氧化处理的碳黑移至另一工序单元的螺旋加料器内执行。其中,另一工序单元可以为造粒碳黑的制粒机或者干燥碳黑的烘干机。螺旋加料器是指借助设置于圆柱形的输送管道中的螺栓来将进入输送管道的一侧料斗中的碳黑移至另一侧的装置。其中,螺旋加料器为设置有一轴或二轴螺栓的进料器,借助单螺栓或双螺栓旋转来输送的碳黑的堆积密度有可能增

加,由此可物理性去除在碳黑凝集体中的气孔或凝集体之间的空间中的气孔等中残留的臭氧。

[0072] 并且,步骤(d)为可升温螺旋加料器内的温度的同时执行。此时,螺旋加料器内的温度可升温至300℃,可借助氧化反应器的升温,来以热分解方式去除在碳黑凝集体中的气孔或凝集体之间的空间中的气孔等中残留的臭氧。

[0073] 根据本实施例,利用连接氧化处理工序单元和后续工序单元的输送单元可在螺旋加料器内去除碳黑中残留臭氧,而无需通过提取氧化处理的碳黑并移至额外的反应器来去除残留臭氧,在此方面可确保工序的连续性。

[0074] 经去除所述的碳黑中残留臭氧的工序,相对于在步骤(b)之后测定的碳黑的pH,在上述步骤(d)之后测定的碳黑的pH的变化小于0.2,或者pH变化率可以为5%以下。

[0075] 并且,根据本发明的另一实施方式,提供将在燃烧反应器中生成的碳黑移至氧化反应器后,采用所述的方法进行氧化处理的碳黑的制备方法。

[0076] 在本申请中,可通过向燃烧反应器投入原料油、燃料油及助燃气体后通过热处理来生成碳黑。

[0077] 燃料油为用于达到可对应于生成碳黑的反应条件的高温而燃烧的燃料,可包括选自自由液体燃料,如轻油、煤油、燃料C油、石油类流化催化裂化(FCC,Fluid catalytic cracking)、杂酚油、软沥青、煤类煤焦油、萘、羧酸、流化催化裂化(FCC)油;气体燃料,如天然气、煤气;以及它们的组合组成的组中的一种。

[0078] 原料油为生成碳黑的种子(seed)的物质,可报考选自液体燃料,如汽油、轻油、煤油、燃料C油、石油类流化催化裂化、杂酚油、软沥青、煤类煤焦油、萘、羧酸、流化催化裂化油;气体燃料,如天然气、煤气;以及它们的组合组成的组中的一种。

[0079] 助燃气体例如可以为空气或氧气。

[0080] 由此制备的碳黑从燃烧反应器移至氧化反应器,可在氧化反应器内通过前述的步骤(a)至步骤(d)来被氧化处理。

[0081] 像这样,将可防止或缓解在完成用于碳黑的亲水性改性的干式氧化处理后,因在碳黑中残留的臭氧气体使碳黑的表面氧化度发生变化的方法,适用于现有连续式碳黑的制备工序,即使无需额外的工序分离,也可恒定保持碳黑的表面氧化度。

[0082] 以下,提出本发明的具体实施例。但是,以下描述的实施例仅用于具体例示或说明本发明,而本发明不应限于此。

[0083] 碳黑的制备方法

[0084] 实施例1

[0085] 准备设置有燃烧反应器及连接在上述燃烧反应器的氧化反应器的装置后,在燃烧反应器中生成50kg的N234等级的碳黑。作为原料油使用杂酚油,作为燃料油使用石油类流化催化裂化及空气,原料油投入速度设为2800kg/小时,燃料油投入速度设为250kg/小时,空气投入速度设为4560Nm<sup>3</sup>/小时。

[0086] 将生成的50g的碳黑移至氧化反应器,以1L/分钟的速度投入包含臭氧及氧气的混合气体并氧化处理2小时,以使臭氧的浓度为84g/m<sup>3</sup>。

[0087] 氧化处理后排出氧化反应器内的混合气体,然后向氧化反应器内以0.5L/分钟的速度投入氮气及氩气混合气体并吹扫1小时。此时,氧化反应器内的温度保持在常温。

[0088] 实施例2

[0089] 氮气吹扫时,除了以3rpm的速度旋转氧化反应器之外,与实施例1相同的方式制备了碳黑。

[0090] 实施例3

[0091] 氮气吹扫时,除了以5rpm的速度旋转氧化反应器之外,与实施例1相同的方式制备了碳黑。

[0092] 实施例4

[0093] 氮气吹扫时,除了以7rpm的速度旋转氧化反应器之外,与实施例1相同的方式制备了碳黑。

[0094] 实施例5

[0095] 准备设置有燃烧反应器及连接在上述燃烧反应器的氧化反应器的装置后,在燃烧反应器中生成50kg的N234等级的碳黑。作为原料油使用杂酚油,作为燃料油使用石油类FCC及空气,原料油投入速度设为2800kg/小时,燃料油投入速度设为250kg/小时,空气投入速度设为4560Nm<sup>3</sup>/小时。

[0096] 将生成的50g的碳黑移至氧化反应器,以1L/分钟的速度投入包含臭氧及氧气的混合气体并氧化处理2小时,以使臭氧的浓度为84g/m<sup>3</sup>。

[0097] 氧化处理后排出氧化反应器内的混合气体,然后以3rpm的速度旋转氧化反应器1小时。此时,将氧化反应器内的温度升温并保持在300℃。

[0098] 实施例6

[0099] 除了将氧化反应器内的温度升温至350℃之外,以与实施例5相同的方式制备了碳黑。

[0100] 实施例7

[0101] 准备设置有燃烧反应器及连接在上述燃烧反应器的氧化反应器的装置后,在燃烧反应器中生成50kg的N234等级的碳黑。作为原料油使用杂酚油,作为燃料油使用石油类FCC及空气,原料油投入速度设为2800kg/小时,燃料油投入速度设为250kg/小时,空气投入速度设为4560Nm<sup>3</sup>/小时。

[0102] 将生成的50g的碳黑移至氧化反应器,以1L/分钟的速度投入包含臭氧及氧气的混合气体并氧化处理2小时,以使臭氧的浓度为84g/m<sup>3</sup>。

[0103] 氧化处理后排出氧化反应器内的混合气体,然后以10kg/小时的速度将氧化处理的碳黑投入相同咬合型反方向旋转二轴螺旋加料器并输送。螺旋加料器内螺栓以7rpm的速度运行,将螺旋加料器内的温度升温并保持在300℃。

[0104] 实施例8

[0105] 除了将螺旋加料器内的温度升温至350℃之外,以与实施例7相同的方式制备了碳黑。

[0106] 比较例1

[0107] 除了氧化处理后排出氧化反应器内的混合气体,然后不进行额外的后续处理之外,以与实施例1相同的方式制备了碳黑。

[0108] 比较例2

[0109] 除了氧化处理后排出氧化反应器内的混合气体,然后在常温条件下以5rpm旋转氧

化反应器1小时之外,以与实施例1相同的方式制备了碳黑。

[0110] 碳黑的表面氧化度评价

[0111] 实施例及比较例中制备的碳黑的按各步骤(氧化处理后立即、完成碳黑制备后立即及完成碳黑制备后24小时)表面氧化度根据ASTM D1512测定,其结果如下述表1所示。

[0112] 表1

[0113]

区分	臭氧氧化处理之前测定的 pH	臭氧氧化处理之后测定的 pH	臭氧氧化处理 24 小时后测定的 pH
实施例 1	9.2	2.7	2.76
实施例 2	9.2	2.7	2.75
实施例 3	9.2	2.7	2.74
实施例 4	9.2	2.7	2.72
实施例 5	9.2	2.7	2.74
实施例 6	9.2	2.7	2.72
实施例 7	9.2	2.7	2.73
实施例 8	9.2	2.7	2.72
比较例 1	9.2	2.7	2.92
比较例 2	9.2	2.7	2.87

[0114] 参照实施例1的结果,在氧化处理后排出氧化反应器内的混合气体后向氧化反应器内吹扫非活性气体的情况下,去除碳黑中残留臭氧,从而可确认臭氧氧化处理24小时后测定的pH的变化率小。并且,参照实施例2至实施例4的结果,在利用非活性气体吹扫的同时旋转氧化反应器的情况下,随着氧化反应器内碳黑的堆积密度增加,可进一步物理性去除碳黑中残留臭氧,因而可保持更小的碳黑的pH变化率。

[0115] 并且,参照实施例5至实施例8的结果,氧化处理后排出氧化反应器内的混合气体后,通过氧化反应器或螺旋加料器内螺栓的旋转及升温提高碳黑的堆积密度,同时可通过对碳黑中残留臭氧的物理性去除和臭氧的热分解,来保持更小的碳黑的pH变化率。

[0116] 另一方面,参照比较例1及比较例2的结果,氧化处理后排出氧化反应器内的混合气体后,在除了旋转氧化反应器之外不执行额外的后续处理的情况下,由于没有有效去除碳黑中残留臭氧,从而可确认碳黑的pH变化率相对大。

[0117] 以上,对本发明一实施例进行了说明,但是,对于本技术领域的普通技术人员而言,在不脱离发明要求保护范围中所记载的本发明的思想的范围下,可通过结构要素的附加、变更、删除或添加对本发明作出多种修改及变更,这也包括在本发明要求保护范围之内。

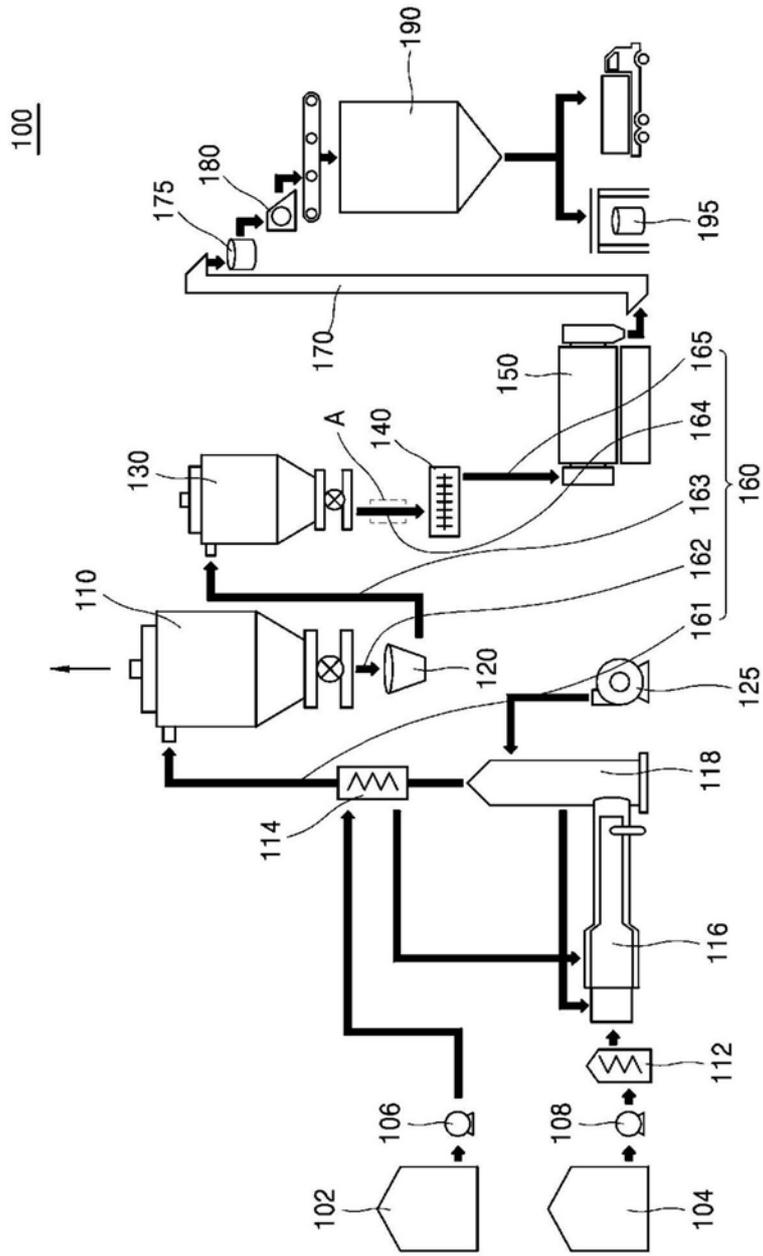


图1