



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0027313

(51)⁷ B29B 7/30; C08J 3/22; B29B 7/58

(13) B

(21) 1-2016-00832

(22) 22/07/2014

(86) PCT/CN2014/082711 22/07/2014

(87) WO 2015/018279 12/02/2015

(30) 201310337559.9 05/08/2013 CN

(45) 25/02/2021 395

(43) 25/08/2016 341A

(73) EVE RUBBER INSTITUTE CO., LTD. (CN)

No.43 Zhengzhou Road, Sifang District Qingdao, Shandong 266045, China

(72) WANG, Mengjiao (US); SONG, Jianjun (CN); DAI, Deying (CN).

(74) Công ty TNHH Sáng chế ACTIP (ACTIP PATENT LIMITED)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT HỖN HỢP MỀ CÁI CAO SU

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hỗn hợp mềm cái cao su và hỗn hợp mềm cái cao su được sản xuất bằng phương pháp này, phương pháp này bao gồm các bước: bước 1: bổ sung chất độn vào dung dịch cao su và khuấy đều để tạo ra hỗn hợp cao su/chất độn/dung môi; bước 2: hỗn hợp cao su/chất độn/dung môi ở bước 1 được đưa trực tiếp vào môi trường gia nhiệt có nhiệt độ cao hơn điểm sôi của dung môi, độ phân cực của môi trường gia nhiệt khác với độ phân cực của dung môi được sử dụng, hỗn hợp được đông tụ và khử trương nở, và dung môi bị bay hơi nhanh, để tạo ra phức hợp cao su/chất độn và dung môi chứa môi trường gia nhiệt; và bước 3: dung môi được loại bỏ và hỗn hợp được sấy khô, để thu được hỗn hợp mềm cái cao su chứa cao su và chất độn. Sáng chế không có các yêu cầu cụ thể về cao su và chất độn, do đó có phạm vi ứng dụng rộng. Thiết bị và quy trình sản xuất đơn giản, liên tục và có hiệu quả cao, và có mức tiêu thụ năng lượng thấp, ít nhân công và chi phí thấp. Hỗn hợp mềm cái được sản xuất nhờ sử dụng phương pháp này có khả năng xử lý, các đặc tính lý hóa và cơ học và chất lượng sản phẩm rất tốt.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế thuộc lĩnh vực cao su, cụ thể là đề cập đến phương pháp sản xuất hỗn hợp mủ cái cao su, hỗn hợp mủ cái cao su được sản xuất theo phương pháp này, và sản phẩm bằng cao su được sản xuất từ hỗn hợp mủ cái cao su này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong hệ cao su/chất độn/chất phụ gia/dung môi, sự đông tụ cao su/chất độn/chất phụ gia từ dung môi là bước rất quan trọng trong sản xuất hỗn hợp mủ cái cao su/chất độn/chất phụ gia. Như được mô tả trong Công bố đơn quốc tế số WO1998/58985, quy trình được thực hiện trong thiết bị bao gồm máy sấy tuabin lớn với tốc độ quay cánh tuabin là 400/1.200 vòng/phút. Tuy nhiên, tốc độ đông tụ và sấy khô theo phương pháp này chậm, nên quy trình kéo dài và tiêu thụ năng lượng cao. Xuất phát từ hạn chế nêu trên, sáng chế đề xuất phương pháp phối trộn/đông tụ tốc độ cao, trong đó môi trường đông tụ bao gồm khí, cụ thể là khí và chất lỏng ở nhiệt độ cao, được trộn đồng thời với hỗn hợp cao su/chất độn/chất phụ gia ở trạng thái chảy rối năng lượng cao, và do tác dụng của nhiệt độ cao của khí và sự chênh lệch độ phân cực giữa môi trường lỏng và dung môi, cao su/chất độn/chất phụ gia trong hỗn hợp cao su/chất độn/chất phụ gia/dung môi sẽ xảy ra hiện tượng tách dung môi (de-solvat) trong dung dịch, để thực hiện đông tụ. Nhờ tác dụng chảy rối tốc độ cao, hỗn hợp và môi trường đông tụ, tức là, môi trường tách dung môi sẽ được phối trộn trong một khoảng thời gian rất ngắn. Nhờ bề mặt tiếp xúc giữa môi trường tách dung môi và cao su/chất độn/chất phụ gia/dung môi tăng rất nhanh, tốc độ đông tụ của cao su/chất độn/chất phụ gia trong dung môi là rất nhanh, khi nhiệt độ của môi trường tách dung môi cao, dung môi sẽ nhanh chóng bay hơi trong quá trình đông tụ, nhờ đó tạo ra hạt cao su đông tụ nhỏ, nhờ đó hiệu quả bay hơi dung môi và sấy khô cao su đã đông tụ càng được đẩy nhanh. Do đó, khi so sánh với giải pháp kỹ thuật hiện có, phương pháp sấy được đề xuất theo sáng chế có khác biệt ở chỗ có hiệu quả cao, tiết kiệm năng lượng và hoạt động liên tục.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Đối với các vấn đề còn tồn tại của các giải pháp kỹ thuật hiện có, mục đích thứ

nhất của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất hỗn hợp mủ cái cao su và hỗn hợp mủ cái cao su sản xuất được. Mục đích khác của sáng chế là đề xuất sản phẩm bằng cao su được sản xuất nhờ sử dụng hỗn hợp mủ cái cao su theo sáng chế.

Phương pháp sản xuất hỗn hợp mủ cái cao su theo sáng chế có các ưu điểm sau đây:

- 1) quy trình diễn ra liên tục và có hiệu quả cao;
- 2) sự phối trộn và đông tụ nhanh và đồng nhất;
- 3) các đặc tính lý học và cơ học của cao su đã lưu hóa và chất lượng của sản phẩm bằng cao su được cải thiện đáng kể;
- 4) khi so sánh với kỹ thuật đông tụ trong phương pháp trộn ướt hiện có, phương pháp theo sáng chế không có các yêu cầu cụ thể về cao su và chất độn, do đó có phạm vi ứng dụng rộng đối với chủng loại và hàm lượng cao su, chất độn và chất phụ gia;
- 5) thiết bị sản xuất và quy trình sản xuất rất đơn giản, hoạt động liên tục và hiệu quả cao, và có mức tiêu thụ năng lượng thấp, và cần ít nhân công, do đó giá thành hạ; và
- 6) hỗn hợp mủ cái được sản xuất theo phương pháp này có khả năng gia công, các đặc tính lý học và cơ học và chất lượng sản phẩm rất tốt.

Sáng chế còn đề cập đến các phương án sau đây:

Phương pháp sản xuất hỗn hợp mủ cái cao su, bao gồm các bước:

bước 1: bổ sung chất độn vào dung dịch cao su và khuấy đều để tạo ra hỗn hợp cao su/chất độn/dung môi;

bước 2: đưa trực tiếp hỗn hợp cao su/chất độn/dung môi thu được ở bước 1 vào môi trường gia nhiệt có nhiệt độ cao hơn điểm sôi của dung môi, trong đó độ phân cực của môi trường gia nhiệt khác với độ phân cực của dung môi được sử dụng, hỗn hợp được đông tụ và khử trương nở, và dung môi được làm bay hơi nhanh để tạo ra hỗn hợp của phức cao su/chất độn và dung môi chứa môi trường gia nhiệt;

bước 3: thu hồi dung môi và sấy khô hỗn hợp để thu được hỗn hợp mủ cái cao su chứa cao su và chất độn.

Tốt hơn là, trong các bước nêu trên, bước 2 có thể được thực hiện trong thùng

chứa bất kỳ.

Tốt hơn là, trong các bước nêu trên, bước 2 có thể được thực hiện trong bình chứa, tốt nhất là bình chứa hình trụ.

Tốt hơn là, trong các bước nêu trên, dung môi được thu hồi trong bước 3 được sử dụng để tái chế.

Tốt hơn là, trong các bước nêu trên, một hoặc nhiều chất phụ gia được chọn từ dầu, tác nhân chống lão hóa, chất gắn kết, chất hoạt hóa, chất chống oxy hóa, chất chống cháy, chất ổn định nhiệt, chất ổn định dưới ánh sáng, thuốc nhuộm, chất màu, chất lưu hóa và chất gia tốc được bổ sung tùy chọn ở bước 1 và/hoặc bước 2.

Tốt hơn là, trong các bước nêu trên, môi trường gia nhiệt là hơi nước, hỗn hợp rắn thu được sau khi sấy sẽ chứa nước, sau đó nước được loại bỏ bằng cách sấy chân không, sấy nhiệt hoặc sấy đẩy nhiệt, để thu được hỗn hợp mủ cái cao su/chất độn.

Tốt hơn là, trong các bước nêu trên, môi trường gia nhiệt là nước, dung môi là dung môi hydrocarbon có điểm sôi thấp hơn 100°C , hỗn hợp rắn thu được sau khi sấy sẽ chứa nước, sau đó nước được loại bỏ nhờ sấy chân không, sấy nhiệt hoặc sấy đẩy nhiệt, để thu được hỗn hợp mủ cái cao su/chất độn.

Tốt hơn nữa là, trong các bước nêu trên, sấy nhiệt là sấy trong lò sấy hoặc sấy trong không khí.

Tốt hơn nữa là, trong các bước nêu trên, sấy đẩy nhiệt bao gồm công đoạn thứ nhất loại bỏ môi trường gia nhiệt nhờ ép đùn, sau đó thực hiện sấy thêm.

Tốt hơn nữa là, trong các bước nêu trên, việc sấy thêm là sấy trong không khí, sấy trong lò, hoặc sấy cơ học.

Tốt hơn nữa là, trong các bước nêu trên, việc sấy cơ học là sấy bằng cách sử dụng máy cán trần, máy trộn, máy nhào trộn, máy nhào trộn liên tục, máy ép đùn một trục vít, và máy ép đùn hai trục vít.

Sáng chế còn đề xuất hỗn hợp mủ cái cao su được sản xuất bằng phương pháp được đề cập ở trên.

Ngoài ra, sáng chế còn đề xuất sản phẩm bằng cao su được sản xuất bằng cách sử dụng hỗn hợp mủ cái cao su được đề cập ở trên.

Mô tả chi tiết sáng chế

Phương pháp sản xuất hỗn hợp mề cái cao su theo sáng chế bao gồm các bước sau:

bước 1: bổ sung chất độn vào dung dịch cao su và khuấy đều để tạo ra hỗn hợp cao su/chất độn/dung môi;

bước 2: hỗn hợp cao su/chất độn/dung môi ở bước 1 được đưa trực tiếp vào môi trường gia nhiệt có nhiệt độ cao hơn điểm sôi của dung môi, độ phân cực của môi trường gia nhiệt khác với độ phân cực của dung môi được sử dụng, hỗn hợp được đông tụ và khử trương nở, và dung môi được bay hơi nhanh để tạo ra hỗn hợp của phức cao su/chất độn và dung môi chứa môi trường gia nhiệt;

bước 3: loại bỏ dung môi và sấy khô hỗn hợp để thu được hỗn hợp mề cái cao su chứa cao su và chất độn.

Phương pháp sản xuất hỗn hợp mề cái cao su theo sáng chế còn tùy chọn bao gồm bước thu hồi dung môi được loại bỏ ở bước 3 để tái chế. Ngoài ra, một hoặc nhiều chất phụ gia được lựa chọn từ dầu, chất chống lão hóa, chất gắn kết, chất hoạt hóa, chất chống oxy hóa, thuốc nhuộm, chất ổn định dưới ánh sáng, chất chống cháy, chất ổn định nhiệt, chất màu, chất lưu hóa và chất gia tốc được bổ sung tùy chọn ở bước 1 và/hoặc bước 2.

Bước 1 có thể được thực hiện bằng cách sử dụng phương pháp đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật tương ứng. Việc khuấy đều trong bước 1 có thể được thực hiện trong máy khuấy thông thường, bao gồm, nhưng không giới hạn, máy khuấy kiểu mái chèo, máy khuấy dạng thùng, máy khuấy kiểu hành tinh, máy khuấy quay tay, và loại tương tự.

Bước 1 còn có thể bao gồm bước phân tán đều, bước phân tán đều này có thể được thực hiện như sau: phun hỗn hợp thu được sau khi khuấy qua vòi phun dưới áp suất cao và lực cắt cao, để cải thiện độ phân tán của chất độn và/hoặc chất phụ gia; dẫn vật liệu đã được phun vào qua ống lượn khúc để làm cho dung dịch trộn va chạm với thành ống trong ống, do đó làm tăng độ phân tán của chất độn và/hoặc chất phụ gia; hoặc dẫn vật liệu đã được phun vào qua ống có đường kính trong thay đổi bằng thất lại và mở rộng nhiều lần, để thay đổi ứng suất cắt trượt, nhờ đó làm tăng độ phân tán của chất độn và/hoặc chất phụ gia. Phạm vi áp suất được sử dụng là từ 0,1 MPa đến 60

MPa, tốt hơn là từ 10 MPa đến 40 MPa.

Hỗn hợp được tạo ra sau khi phân tán đều cũng có thể được thực hiện phân tán lại để tăng thêm độ phân tán của chất độn và/hoặc chất phụ gia trong dung dịch cao su, trong đó:

i. hỗn hợp thu được sau khi phân tán đều được bổ sung liên tục vào máy nghiền bi và/hoặc máy nghiền keo để phân tán, sao cho chất độn và/hoặc chất phụ gia được phân tán đồng đều trong dung dịch cao su;

ii. hỗn hợp thu được sau khi phân tán đều được bổ sung liên tục vào máy nghiền mịn để nghiền mịn sao cho chất độn và/hoặc chất phụ gia được phân tán thích hợp trong dung dịch cao su, máy nghiền mịn có một hoặc nhiều bộ đĩa nghiền phẳng quay ở tốc độ cao và các chốt cố định hoặc các đĩa cố định được cố định trên thân vỏ máy nghiền mịn và đan xen với các đĩa nghiền phẳng.

iii. hỗn hợp thu được sau khi phân tán đều được bổ sung liên tục vào máy nghiền mịn để nghiền mịn, máy nghiền mịn có hai lưỡi nghiền quay ngược chiều nhau, các lưỡi nghiền có rãnh thoát nước, độ phân tán của chất độn và/hoặc chất phụ gia trong dung dịch cao su được cải thiện nhờ việc quay lưỡi nghiền dưới áp suất cao. Phạm vi áp suất được sử dụng là từ 0,1 MPa đến 60 MPa, tốt hơn là từ 10 MPa đến 40 MPa.

iv. hỗn hợp thu được sau khi phân tán đều được bổ sung liên tục vào thiết bị phân tán dạng rãnh nhiều lớp áp suất cao, và được ép đùn từ rãnh giữa hai lớp dưới áp suất cao, sao cho lực cắt mạnh được tạo ra có thể cải thiện độ phân tán của chất độn và/hoặc chất phụ gia trong dung dịch cao su. Phạm vi áp suất được sử dụng là từ 0,1 MPa đến 60 MPa, tốt hơn là từ 10 MPa đến 40 MPa.

v. hỗn hợp thu được sau khi phân tán đều được bổ sung vào thiết bị phân tán bột để phân tán, các roto quay tốc độ cao trong thiết bị phân tán bột có nhiều rãnh hoặc lỗ phân tán hướng kính, hỗn hợp được keo hóa trên bề mặt của stato ở tốc độ cao để làm cho chất độn và/hoặc chất phụ gia được phân tán đồng đều trong dung dịch cao su.

Hai hoặc nhiều phương pháp trong số năm phương pháp phân tán đều ở trên có thể được sử dụng lần lượt.

Dung dịch cao su có thể thu được trực tiếp từ dây chuyền sản xuất để tạo ra cao su được trùng hợp trong dung dịch, và cũng có thể được sản xuất bằng cách hòa tan

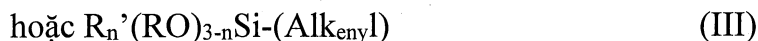
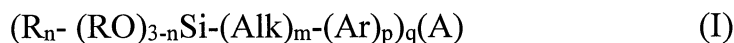
loại cao su khô bất kỳ trong dung dịch cao su. Khi điều chế dung dịch cao su với cao su khô, cao su khô có thể là loại cao su bất kỳ được sử dụng trong lĩnh vực kỹ thuật tương ứng, như polyme tự nhiên hoặc polyme tổng hợp. Polyme tự nhiên bao gồm, nhưng không giới hạn ở cao su tự nhiên, gutapeca, cao su guayule, và loại tương tự; polyme tổng hợp bao gồm, nhưng không giới hạn ở vật liệu thu được bằng cách trùng hợp monome trong dung dịch (tức là, cao su được trùng hợp trong dung dịch), vật liệu thu được bằng cách trùng hợp monome trong nhũ tương (tức là, cao su được trùng hợp trong nhũ tương), và vật liệu thu được bằng cách tự trùng hợp monome. Khi dung dịch cao su được thu trực tiếp từ dây chuyền sản xuất để sản xuất cao su được trùng hợp trong dung dịch, cao su được trùng hợp trong dung dịch là polyme đồng nhất hoặc polyme đồng trùng hợp từ monome là etylen, propylen, butylen, penten, hexen, hepten, dien có 4-7 nguyên tử cacbon hoặc trien có 6-7 nguyên tử cacbon, hoặc các alken chứa các nguyên tử hoặc các nhóm chức khác, các phân tử hoặc các nhóm chức khác bao gồm nguyên tử silic, nguyên tử flo, nguyên tử clo, nguyên tử nitơ, nguyên tử oxy, nguyên tử lưu huỳnh, nhóm este, nhóm amin este, nhóm xyano, và cũng bao gồm polyme đồng nhất và polyme đồng trùng hợp chứa các monome được đề cập ở trên, bao gồm, nhưng không giới hạn ở polybutadien, polyisopren, cao su styren butadien, cao su etylen-propylen, cao su butyl, cao su butadien nitrin, neopren, cao su silic, cao su flo, cao su polyuretan, cao su closulfonat polyetylen, cao su acrylat, và loại tương tự. Cao su có trọng lượng phân tử từ 1.000 đến 40 triệu, tốt hơn là từ 5.000 đến 30 triệu, và tốt nhất là từ 10.000 đến 8 triệu.

Các dung môi trong dung dịch cao su là các dung môi tốt cho nhiều loại cao su khác nhau. Cụ thể là, dung môi có thể là dung môi hydrocarbon béo, dung môi hydrocarbon thơm, dung môi hydrocarbon clorinat, dung môi xeton, dung môi ete, và dung môi este, dung môi hydrocarbon béo bao gồm, nhưng không giới hạn ở nhiều loại dung môi xăng khác nhau, xycloalkan, xycloalkan thế, và n-alkan, dung môi hydrocarbon thơm bao gồm, nhưng không giới hạn, benzen ở toluen, xylen, và styren, dung môi hydrocarbon clorinat bao gồm, nhưng không giới hạn ở metylen clorua, clorofom, cacbon tetracloet, đicloetan, clobenzen, tetracloetylen, và clotoluen. Nồng độ cao su trong dung dịch là trong khoảng từ 1% đến 60% theo trọng lượng, tốt hơn là từ 5% đến 40% theo trọng lượng, và tốt hơn nữa là từ 10% đến 30% theo trọng lượng.

Chất độn bao gồm, nhưng không giới hạn ở các loại chất tăng cường dạng bột rắn

khác nhau và các chất độn được dùng trong cao su, ví dụ như các loại muối cacbon, oxit silic, các oxit kim loại, các loại muối, các loại nhựa khác nhau và các vật liệu kích thước nano từ các chất độn được đề cập ở trên. Trong các chất độn này, oxit kim loại bao gồm, nhưng không giới hạn ở nhôm oxit, magie oxit, kẽm oxit, và oxit tương tự, muối bao gồm, nhưng không giới hạn ở canxi cacbonat, sét sành, và các vật liệu kích thước nano từ các chất độn được đề cập ở trên. Diện tích bề mặt cụ thể của chất độn là từ 0,1 đến 800 m²/g, tốt hơn là từ 1 đến 500 m²/g, và tốt hơn nữa là từ 5 đến 300 m²/g. Đối với muối cacbon, và oxit silic (muối cacbon trắng), chúng có giá trị hấp phụ dầu là từ 20 đến 250 ml/100 g, tốt hơn là từ 25 đến 200 ml/100 g, và tốt hơn nữa là từ 30 đến 150 ml/100 g, trong đó chất độn bao gồm hỗn hợp của chúng, ví dụ như chất độn nhiều pha, bao gồm, nhưng không giới hạn ở chất độn hai pha hoặc chất độn nhiều pha gồm có muối cacbon, oxit silic, oxit nhôm, magie oxit, kẽm oxit, canxi oxit, titan oxit, bo oxit và loại tương tự. Đối với chất độn hai pha hoặc nhiều pha, chúng có giá trị hấp phụ dầu từ 20 đến 250 ml/100 g, tốt hơn là từ 25 đến 200 ml/100 g, và tốt hơn nữa là từ 30 đến 150 ml/100 g. Lượng chất độn được sử dụng là giữa 5 và 300 phần trọng lượng (dựa trên 100 phần trọng lượng cao su), tốt hơn là từ 10 đến 200 phần trọng lượng, và tốt hơn nữa là từ 30 đến 150 phần trọng lượng. Chất độn còn bao gồm kết hợp của hai hoặc nhiều chất độn được đề cập ở trên.

Chất độn cũng bao gồm chất độn đã biến tính ở bề mặt của nó. Trong các chất độn này, sự biến tính ở bề mặt có thể được thực hiện nhờ phản ứng hóa học để gắn một số nhóm chức lên bề mặt của chất độn hoặc bằng cách phối trộn hoặc hấp phụ để kết hợp vật lý tác nhân cải biến lên trên bề mặt chất độn. Về mặt biến tính, tác nhân cải biến có thể được hòa tan trong dung môi, sau đó được trộn với chất độn để thực hiện biến tính pha lỏng, ví dụ như phương pháp được mô tả trong Wang W, Nanse G, Vidal, A, et al., K. G. K. [J], 1994, 47:493, và tác nhân cải biến cũng có thể được trộn với chất độn và nung nóng để thực hiện biến tính pha rắn, ví dụ như phương pháp được mô tả trong Wang MJ, Wolff S. R.C.T [J], 1992, 65:715. Sự biến tính bề mặt cũng có thể được thực hiện trước khi bổ sung chất độn vào trong dung dịch cao su, hoặc trong suốt quá trình thêm tác nhân cải biến vào hỗn hợp chứa dung dịch cao su và chất độn. Tác nhân cải biến là tác nhân cải biến thông thường trong lĩnh vực kỹ thuật tương ứng, ví dụ như chất tạo liên kết silan hữu cơ được minh họa bằng công thức tổng quát sau đây:



trong đó, khi $q = 1$, thì A là -SCN, -SH, -Cl, -NH₂;

khi $q = 2$, thì A là -S_x-;

R và R' là các nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh hoặc phenol có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, R và R' có thể giống hoặc khác nhau;

n là 0, 1 hoặc 2;

Alk là alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon;

Alkenyl là alkenyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon;

m là 0 hoặc 1;

Ar là aryl có từ 6 đến 12 nguyên tử cacbon;

p là 0 hoặc 1, p và n không thể cùng bằng 0;

x là giá trị từ 2 đến 8;

trong số đó, chất tạo liên kết silan hữu cơ thường được sử dụng nhất là bis(trietoxy propyl silan)tetrasulfua và disulfua, 3-sulfo xyano propyl-trietoxy silan, γ-mercapto-trimetoxysilan, chất tạo liên kết este axit ziricon, chất tạo liên kết titanat, chất tạo liên kết nitro, và hợp chất rượu. Hợp chất rượu bao gồm, nhưng không giới hạn ở rượu đơn chức, rượu hai chức và rượu đa chức. Hợp chất rượu bao gồm, nhưng không giới hạn ở rượu butylic, etylen glycol, polyetylen glycol và các dẫn xuất của chúng.

Ở bước 1 của phương pháp theo sáng chế, chất độn và/hoặc chất phụ gia có thể được bổ sung trực tiếp vào dung dịch cao su, và chất độn và/hoặc chất phụ gia cũng có thể được bổ sung trước vào dung môi giống hoặc khác với dung môi của dung dịch cao su, và được phối trộn để tạo ra huyền phù đồng nhất, sau đó được bổ sung và phối trộn trong dung dịch cao su bằng cách khuấy đều. Chất phụ gia có thể tùy chọn bao gồm một hoặc nhiều chất phụ gia được chọn từ dầu, chất chống lão hóa, chất tạo liên kết, chất hoạt hóa, chất chống oxy hóa, chất ổn định nhiệt, chất ổn định trong ánh sáng, chất chống bắt lửa, thuốc nhuộm, chất màu, tác nhân lưu hóa hoặc chất gia tốc. Lượng

chất phụ gia được sử dụng là lượng thông thường, hoặc có thể được điều chỉnh theo yêu cầu của trường hợp thực tế.

Ở bước 2, hỗn hợp cao su/chất độn/dung môi ở bước 1 hoặc hỗn hợp đã được phân tán đều được đưa trực tiếp vào môi trường gia nhiệt có nhiệt độ cao hơn điểm sôi của dung môi. Khi môi trường gia nhiệt có các đặc tính khác với dung môi được sử dụng, cụ thể là độ phân cực, hỗn hợp được đông tụ và khử trương nở, và khi nhiệt độ của môi trường gia nhiệt cao hơn điểm sôi của dung môi, dung môi bị bay hơi nhanh để tạo ra hỗn hợp mẻ cái chứa môi trường gia nhiệt. Hỗn hợp mẻ cái được làm nóng để loại bỏ môi trường gia nhiệt và tạo ra sản phẩm hỗn hợp mẻ cái, dung môi bị bay hơi trong quy trình này và monome chưa phản ứng trong quá trình tổng hợp cao su được đưa vào bình ngưng và tháp tách phân đoạn để thu hồi, hỗn hợp đông tụ thu được được lọc và tách khỏi môi trường gia nhiệt, sau đó được sấy để thu sản phẩm hỗn hợp mẻ cái. Môi trường gia nhiệt được đề cập ở trên bao gồm, nhưng không giới hạn ở nước. Khi nước được sử dụng làm môi trường gia nhiệt, dung môi là dung môi có nhiệt độ sôi thấp hơn 100°C. Sau đó, dung môi bay hơi và monome chưa phản ứng trong quá trình tổng hợp cao su cũng như hơi nước được dẫn vào bình ngưng và tháp tách phân đoạn để thu hồi. Bước sấy có thể là sấy chân không, bao gồm sấy chân không ở nhiệt độ thường, sấy thăng hoa - chân không và sấy nóng chân không, và cũng có thể là chế độ sấy thông thường, ví dụ như sấy trong lò hoặc sấy trong không khí. Bước sấy cũng có thể bao gồm loại bỏ môi trường gia nhiệt trước nhờ ép đùn sau đó thực hiện sấy tiếp, trong đó bước sấy tiếp là sấy trong không khí, sấy trong lò hoặc sấy cơ học, và sấy cơ học là sấy bằng cách sử dụng máy cán trần, máy trộn, máy nhào trộn, máy nhào trộn liên tục, máy ép đùn một trục vít, và máy ép đùn hai trục vít.

Sự đông tụ ở bước 2 có thể được thực hiện trong thùng chứa bất kỳ; tốt nhất là máy đông tụ không có thiết kế đặc biệt. Sự đông tụ trong bước 2 có thể được thực hiện trong bình chứa, tốt nhất là bình chứa hình trụ.

Sự đông tụ ở bước 2 cũng có thể được thực hiện trong máy đông tụ có thể là máy đông tụ hình ống có một hoặc nhiều cửa cấp liệu, trong đó chiều cấp liệu của các cửa cấp liệu có thể song song với phương trục của máy đông tụ hình ống, cửa ra ở một đầu của ống, và cũng có thể ở góc 1-180° đối với phương trục của máy đông tụ hình ống, tốt hơn là 20-120°, tốt hơn nữa là 70-100°, và tốt nhất là 85-95°. Khi có nhiều cửa cấp liệu, chiều cấp liệu của một phần cửa cấp liệu song song với phương trục của máy

đồng tụ hình ống; chiều cấp liệu của các cửa cấp liệu khác có góc $1-180^\circ$ đối với phương trục của máy đồng tụ hình ống, tốt hơn là $20-120^\circ$, tốt hơn nữa là $70-100^\circ$, và tốt nhất là $85-95^\circ$, hình chiếu của chiều cấp liệu của mỗi cửa cấp liệu trên mặt cắt ngang vuông góc với trục ống là chiều bất kỳ giữa chiều hướng kính trong mặt cắt ngang và chiều tiếp tuyến của mặt cắt ngang, tốt nhất là chiều hướng kính, hoặc chiều tiếp tuyến. Tất cả các cửa cấp liệu đều ở trên cùng một bề mặt phẳng vuông góc với phương trục của ống hoặc các cửa tiếp liệu ở trên các bề mặt phẳng khác nhau.

Máy đồng tụ được sử dụng ở bước 2 cũng có thể là máy đồng tụ gồm có hai hoặc nhiều ống đồng tâm, trong đó mỗi ống có một hoặc nhiều cửa cấp liệu, chiều cấp liệu của các cửa cấp liệu song song với phương trục của ống hoặc ở hướng tiếp tuyến của ống, và cửa ra ở một đầu của ống. Chất dịch có thể được đưa vào trực tiếp hoặc được đưa vào theo chiều tiếp tuyến của thành ống. Đầu của các cửa cấp liệu của mỗi ống có thể cùng bề mặt phẳng hoặc cũng có thể dài hơn hoặc ngắn hơn tính từ trong ra ngoài.

Máy đồng tụ được sử dụng ở bước 2 cũng có thể là máy đồng tụ hình ống, trong đó máy đồng tụ hình ống chỉ có một cửa cấp liệu được bố trí trên đầu phía trên hoặc thành của máy đồng tụ hình ống, và cửa ra được bố trí ở đầu dưới của thiết bị. Chất dịch có thể được phun trực tiếp vào máy đồng tụ qua cửa cấp liệu, và cũng có thể được phun vào máy đồng tụ theo chiều tiếp tuyến dọc theo thành hình trụ của thiết bị.

Máy đồng tụ được sử dụng trong bước 2 cũng có thể có cấu trúc dạng côn có phần trên hình trụ và phần dưới hình côn, và có một hoặc nhiều cửa cấp liệu. Chiều cấp liệu của các cửa cấp liệu có thể là chiều tiếp tuyến của thành hình trụ; các cửa cấp liệu có thể nằm trên cùng một bề mặt phẳng, và cũng có thể nằm trên các bề mặt phẳng khác nhau. Chiều cấp liệu của các cửa cấp liệu cũng có thể vuông góc với phương trục của thiết bị đồng tụ hình trụ hoặc ở góc $1-180^\circ$ đối với phương trục của phần hình trụ, tốt hơn là $20-110^\circ$, tốt hơn nữa là $70-100^\circ$, và tốt nhất là $85-95^\circ$. Hình chiếu của chiều cấp liệu của mỗi cửa cấp liệu trên mặt cắt ngang vuông góc với trục hình trụ là chiều bất kỳ giữa chiều hướng kính của mặt cắt ngang và chiều tiếp tuyến của mặt cắt ngang, tốt hơn là chiều tiếp tuyến của mặt cắt ngang.

Tốt hơn là, bước 2 được thực hiện trong bình chứa có hình dạng bất kỳ, tốt hơn nữa là bình chứa hình trụ.

Phương pháp thu hồi các dung môi có thể được sử dụng là phương pháp bất kỳ

đã biết trong lĩnh vực tương ứng, ví dụ dung môi đã khí hóa được thu hồi nhờ phương pháp ngưng tụ bề mặt hoặc ngưng tụ tiếp xúc trực tiếp. Khi sử dụng phương pháp ngưng tụ tiếp xúc trực tiếp, chất làm lạnh có thể là nước.

Các đặc điểm kỹ thuật của sáng chế được liệt kê như sau:

i. các đặc điểm kỹ thuật của phương pháp theo sáng chế có khả năng thích ứng mạnh: không chỉ hỗn hợp mủ cái cao su/chất độn/chất phụ gia có thể được sản xuất bằng cách trộn dung dịch cao su với quy trình đơn giản và độ phân tán chất độn và hiệu suất sản phẩm thấp hơn không đáng kể, với các chất độn và các chất phụ gia, và sử dụng phương pháp đun nóng trực tiếp, mà hỗn hợp mủ cái cao su/chất độn/chất phụ gia có giá thành cao hơn và hiệu quả tốt hơn có thể được sản xuất bằng cách sử dụng thiết bị phân tán được thiết kế đặc biệt, máy đông tụ kết hợp và phương pháp sấy khô cơ học; hỗn hợp mủ cái được sản xuất bằng các quy trình khác nhau có thể đáp ứng các yêu cầu của các loại sản phẩm cao su khác nhau.

ii. các đặc điểm kỹ thuật của sáng chế là các chế độ đông tụ và hòa tan hỗn hợp cao su/chất độn/chất phụ gia/dung môi: hỗn hợp cao su/chất độn/chất phụ gia/dung môi được đưa trực tiếp vào môi trường lỏng có đặc tính khác dung môi được sử dụng, cụ thể là độ phân cực để làm cho hỗn hợp không bị trương nở và được đông tụ, và khi nhiệt độ của môi trường cao hơn điểm sôi của dung môi, dung môi bị bay hơi nhanh để tạo ra hỗn hợp mủ cái chứa môi trường gia nhiệt. Hỗn hợp mủ cái được làm nóng để loại bỏ môi trường gia nhiệt để tạo ra sản phẩm hỗn hợp mủ cái. Chất lỏng được sử dụng làm môi trường gia nhiệt bao gồm, nhưng không giới hạn ở nước.

iii. các đặc điểm kỹ thuật của sáng chế là quy trình đông tụ đơn giản, không đòi hỏi máy đông tụ với kết cấu phức tạp, và giá thành thiết bị thấp.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được mô tả chi tiết hơn dựa trên các ví dụ dưới đây, tuy nhiên phạm vi của sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ đó.

1. Dữ liệu thực nghiệm ở các ví dụ được xác định bằng cách sử dụng các thiết bị và phương pháp đo sau đây:

Bảng 1. Danh mục thiết bị sản xuất các mẫu cao su

Số thứ tự	Tên thiết bị	Số Model	Nhà sản xuất
-----------	--------------	----------	--------------

1	Máy nhào trộn	XSM-1/10-120	Shanghai Kechuang Rubber Plastic Mechanical Equipment Co., Ltd.
2	Máy cán trần	152.5*320	Guangdong Zhanjiang Machinery Factory
3	Máy lưu hóa dạng phẳng	XLB-D600*600	Zhejiang Huzhou Dongfang Machinery Co., Ltd.

Bảng 2. Phương pháp và thiết bị thử nghiệm các đặc tính vật lý của cao su lưu hóa

Số thứ tự	Thử nghiệm	Tiêu chuẩn thử nghiệm	Tên thiết bị	Số Model	Nhà sản xuất
1	Độ phân tán chất độn trong hợp chất cao su	--	Thiết bị thử nghiệm phân tán muối cacbon	GT-505-CBD	Gotech Testing Machines Inc.
2	Độ cứng	GB/T 531.1-2008	Máy đo độ cứng (Shore A)	LX-A	Shanghai Liuling Instrument Factory
3	Độ bền kéo đứt (MPa)	GB/T 528-2009	Thiết bị thử nghiệm độ bền kéo điều khiển trợ động	A1-3000	Gotech Testing Machines Inc.
4	Độ giãn dài đến khi đứt (%)	GB/T 528-2009	Thiết bị thử nghiệm độ bền kéo điều khiển trợ động	A1-3000	Gotech Testing Machines Inc.
5	Độ bật nảy (%)	GB/T 1681-2009	Thiết bị thử nghiệm độ đàn hồi	GT-7042-RE	Gotech Testing Machines Inc.
6	Nhiệt tạo ra do sự mài mòn vật liệu	GB/T 1687-1993	Đàn hồi kế	RH-2000N	Gotech Testing Machines Inc.
7	Thử nghiệm mài mòn	GB/T1689-1998	Thiết bị thử nghiệm độ mài mòn DIN	GT7012-A	Gotech Testing Machines Inc.

2. Ví dụ và ví dụ so sánh

Nguyên liệu thô:

Cao su polyisopren tổng hợp, IR-70, Qingdao Yikesi New Material Co., Ltd.;

Muộn than trắng, NEWSIL1165-MP, Wuxi Quechen Silicon Chemical Co., Ltd.;

Kẽm oxit, Dalian zinc oxide Co., Ltd.;

Axit stearic, PF1808, Malaysia Integrated Fortune Sdn. Bhd.;

Chất chống lão hóa 4020, Jiangsu Sinorgchem Technology Co.,Ltd.;

Chất tạo liên kết silan Si69, Nanjing Shuguang Chemical Group Co.,Ltd.;

Chất gia tốc CZ, Shandong Sunsine Chemical Co., Ltd.;

Chất gia tốc DPG, Shandong Shanxian County Chemical Co., Ltd.;

Lưu huỳnh, Wudi Jinsheng Chemical Co., Ltd.

Ví dụ so sánh 1

56 phần muối cacbon trắng và 5,6 phần chất tạo liên kết silan Si69 được bổ sung vào 100 phần cis-polyisopren tổng hợp trong máy nhào trộn để kết hợp, sau khi các chất độn được trộn trong cao su, bổ sung 3,5 phần kẽm oxit, 2 phần axit stearic, và 2 phần chất chống lão hóa 4020, sau đó thực hiện kết hợp trong thời gian 4 phút, đưa ra khỏi máy nhào trộn, sau đó cán và tạo khối trong máy cán trần để thu được cao su được kết hợp sơ bộ. Sau khi để yên trong thời gian 8 giờ, 2 phần chất gia tốc CZ, 1 phần chất gia tốc DPG và 1,8 phần lưu huỳnh được bổ sung vào cao su đã được kết hợp sơ bộ trong máy cán trần để tạo ra cao su kết hợp. Sau khi vật liệu cao su thu được được tạo khối trong máy cán trần và để yên sau 8 giờ, cao su được lưu hóa trong thiết bị lưu hóa dạng phẳng (Flat Vulcanizer) ở nhiệt độ 150°C cho đến khi đạt đến điểm lưu hóa tối ưu, để tạo ra cao su lưu hóa khô 1.

Ví dụ 1

56 phần muối cacbon trắng, 5,6 phần chất tạo liên kết silan Si69, và 3,5 phần kẽm oxit được bổ sung vào 100 phần cis-polyisopren 12% trong n-hexan, hỗn hợp cao su/muối cacbon trắng/Si69/n-hexan được phối trộn sơ bộ trong máy khuấy kiểu mái chèo, hỗn hợp được phun vào ống lượn khúc qua vòi phun để làm cho dung dịch hỗn hợp keo tụ với thành ống ở phía trong ống, do đó làm tăng độ phân tán chất độn. Sau đó hỗn hợp được bổ sung liên tục vào máy nghiền mịn để phân tán đều để thu được hỗn hợp phân tán đều, sau đó hỗn hợp được phun trực tiếp vào nước ở nhiệt độ khoảng 95°C dưới áp suất 0,2 MPa liên tục để thực hiện đông tụ. Các hạt cao su đã đông tụ và tách dung môi được lọc và sấy khô để thu được hỗn hợp mẻ cái 1.

Ví dụ 2

56 phần muối cacbon trắng, 5,6 phần chất tạo liên kết silan Si69, và 3,5 phần kẽm oxit được bổ sung vào 100 phần cis-polyisopren 12% trong n-hexan, hỗn hợp cao su/muối cacbon trắng/Si69/n-hexan được trộn sơ bộ trong máy khuấy kiểu mái chèo, sau đó hỗn hợp được phun vào ống lượn khúc qua vòi phun để làm cho dung dịch đã

trộn đều keo hóa với thành ống ở phía trong ống, nhờ đó làm tăng độ phân tán chất độn. Sau đó hỗn hợp được bổ sung liên tục vào máy nghiền mịn để phân tán đều để thu được hỗn hợp phân tán đều. Sau đó hỗn hợp được phun trực tiếp vào nước ở nhiệt độ 95°C dưới áp suất 30 MPa để thực hiện đông tụ. Các hạt cao su đã đông tụ và tách dung môi được lọc và sấy khô để thu được hỗn hợp mẻ cái 2.

Ví dụ so sánh 2

56 phần muối cacbon trắng, 5,6 phần chất tạo liên kết silan Si69, và 3,5 phần kẽm oxit được bổ sung vào 100 phần cis-polyisopren 12% trong dung dịch n-hexan, hỗn hợp cao su/muối cacbon trắng/Si69/n-hexan được trộn sơ bộ trong máy khuấy kiểu mái chèo, sau đó hỗn hợp được phun vào ống lượn khúc thông qua vòi phun để làm cho hỗn hợp đã trộn keo hóa với thành ống ở phía trong ống, nhờ đó làm tăng độ phân tán của chất độn. Sau đó hỗn hợp được bổ sung liên tục vào máy nghiền mịn để phân tán đều để thu được hỗn hợp phân tán đều. Sau đó hỗn hợp được phun qua hai cửa cấp liệu của máy đông tụ hình côn có bốn cửa cấp liệu dưới áp suất 30 MPa, và đồng thời, nitơ ở nhiệt độ 180°C cũng được bổ sung vào qua hai cửa cấp liệu còn lại của máy đông tụ hình côn. Hỗn hợp thu được được phun liên tục vào máy sấy đã chứa đầy khí nitơ ở nhiệt độ khoảng 150°C, được loại dung môi và sấy khô để tạo ra vật liệu bột rắn, tức là hỗn hợp mẻ cái 3.

Trong thiết bị phối trộn, bổ sung vào các hỗn hợp mẻ cái từ 1 đến 3 thu được ở trên 2 phần axit stearic và 2 phần chất chống lão hóa 4020, sau đó được kết hợp trong thời gian 4 phút, và lấy ra khỏi thiết bị phối trộn, sau đó các hợp chất cao su được cán và tạo khối trong máy cán trần. Sau khi kết hợp và để yên trong thời gian 8 giờ, 2 phần chất gia tốc CZ, 1 phần chất gia tốc D và 1,8 phần lưu huỳnh được bổ sung vào thiết bị phối trộn, sau đó được kết hợp trong thời gian 1,5 phút, và đưa ra khỏi thiết bị phối trộn. Vật liệu cao su thu được được tạo khối trong máy cán trần, để yên trong thời gian 8 giờ, sau đó lưu hóa trong thiết bị lưu hóa dạng phẳng ở nhiệt độ 150°C đến khi đạt được điểm lưu hóa tối ưu, để lần lượt tạo ra cao su lưu hóa ướt 1, 2 và 3, tương ứng.

Bảng 3. Đặc tính vật lý của cao su lưu hóa

	Cao su lưu hóa khô	Cao su lưu hóa ướt 1	Cao su lưu hóa ướt 2	Cao su lưu hóa ướt 3
Độ phân tán muối cacbon trắng	4,0	7,8	8,0	8,0

Độ cứng, RT, Shore A.	70,0	63,5	62,5	64,4
Độ bền kéo, Mpa	28,0	28,5	29,0	29,2
Độ giãn dài tới khi đứt, %	480	450	463	430
Độ bật nảy, 23°C, %	53,1	55,8	56,3	57,0
Độ bật nảy, 60°C, %	63,4	65,9	66,5	67,8
Sự tăng nhiệt độ đáy, °C	21,7	18,2	17,0	16,4
Chỉ số mài mòn, %	100	102	107	110

Như được thể hiện trong Bảng 3, dưới các công thức giống nhau, do các phương pháp đông tụ khác nhau được sử dụng trong cao su kết hợp ướt, các đặc tính của cao su lưu hóa thu được cũng khác nhau. Bằng cách so sánh hỗn hợp mẻ cái ướt với hỗn hợp mẻ cái khô, độ phân tán chất độn trong cao su được cải thiện rất nhiều, độ bền kéo, độ bật nảy và độ chống mài mòn của các loại cao su lưu hóa được cải thiện đáng kể, và nhiệt tạo ra do nén được giảm xuống. Các loại cao su lưu hóa ướt 1 và 2 có ít đặc tính khác biệt so với cao su lưu hóa ướt 3. Tuy nhiên, khi so sánh về phương pháp sản xuất ở ví dụ so sánh 2, các phương pháp sản xuất ở các ví dụ 1 và 2 không sử dụng máy đông tụ với thiết kế đặc biệt, do đó có ưu điểm là chi phí thấp.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất hỗn hợp mề cái cao su bao gồm các bước sau:

bước 1: bổ sung 56 phần muối cacbon trắng, 5,6 phần chất tạo liên kết silan Si69, và 3,5 phần kẽm oxit vào 100 phần cis-polyisopren 12% trong n-hexan và khuấy đều để tạo ra hỗn hợp cao su/muối cacbon trắng/Si69/n-hexan;

bước 2: hỗn hợp cao su/muối cacbon trắng/Si69/n-hexan ở bước 1 được đưa trực tiếp vào môi trường gia nhiệt có nhiệt độ cao hơn điểm sôi của n-hexan, độ phân cực của môi trường gia nhiệt khác với độ phân cực của n-hexan, hỗn hợp được đông tụ và khử trương nở, và n-hexan bị bay hơi nhanh, để tạo ra phức hợp cao su/muối cacbon trắng/Si69 và n-hexan chứa môi trường gia nhiệt;

trong đó môi trường gia nhiệt ở bước 2 là hơi nước; hoặc

trong đó môi trường gia nhiệt ở bước 2 là nước;

trong đó bước 2 được thực hiện trong bình chứa; và

bước 3: n-hexan được loại bỏ và hỗn hợp được sấy khô bằng cách sấy chân không, sấy nhiệt hoặc sấy đẩy nhiệt, để thu được hỗn hợp mề cái cao su chứa cao su/muối cacbon trắng/Si69.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bình chứa trong bước 2 là bình chứa hình trụ.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó n-hexan được loại bỏ ở bước 3 được thu hồi tùy chọn để tái chế.

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó một hoặc nhiều chất phụ gia được chọn từ dầu, chất chống lão hóa, chất tạo liên kết, chất hoạt hóa, chất chống oxy hóa, chất chống bắt lửa, chất ổn định nhiệt, chất ổn định trong ánh sáng, thuốc nhuộm, chất màu, chất lưu hóa và chất gia tốc được bổ sung tùy chọn trong bước 1 và/hoặc bước 2.

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó việc sấy nóng là sấy trong lò hoặc sấy ngoài không khí.

6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó việc sấy đẩy nhiệt bao gồm việc loại bỏ môi trường gia nhiệt trước nhờ ép đùn, sau đó thực hiện sấy thêm.

7. Phương pháp theo điểm 6, trong đó bước sấy thêm là sấy trong không khí, sấy trong lò hoặc sấy cơ học.

8. Phương pháp theo điểm 7, trong đó việc sấy cơ học là sấy nhờ sử dụng máy trộn, máy ép đùn một trục vít, hoặc máy ép đùn hai trục vít.