



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

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

(11)



2-0002818

(51) C09D 121/00
2020.01

(13) **Y**

(21) 2-2020-00088

(22) 04/03/2020

(45) 25/02/2022 407

(43) 25/05/2020 386AHI

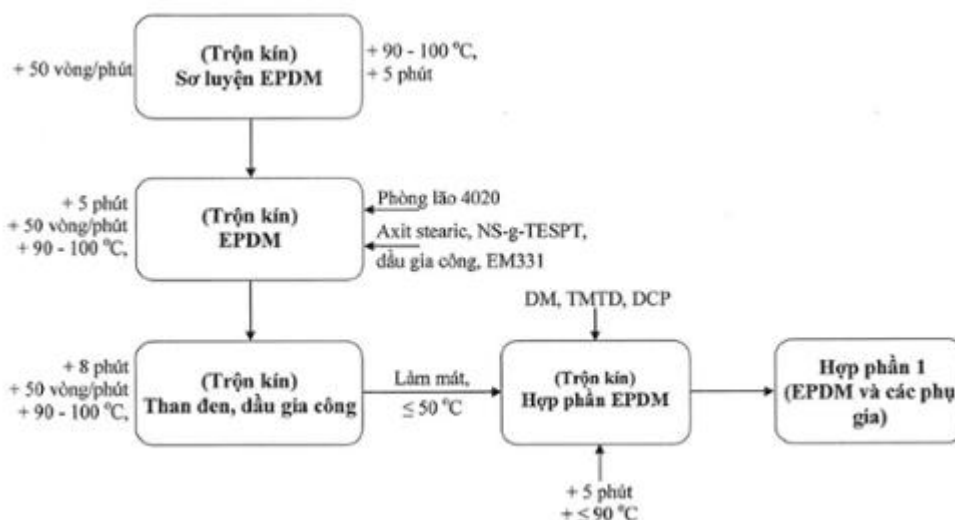
(73) **TRƯỜNG ĐẠI HỌC BÁCH KHOA HÀ NỘI (VN)**

Số 1, đường Đại Cồ Việt, quận Hai Bà Trưng, thành phố Hà Nội

(72) Nguyễn Thanh Liêm (VN); Nguyễn Phạm Duy Linh (VN); Nguyễn Huy Tùng (VN);
Bùi Chương (VN); Bạch Trọng Phúc (VN); Đỗ Quang Minh (VN); Đỗ Trung Sỹ
(VN); Đỗ Quốc Việt (VN); Phạm Ngọc Dũng (VN).

(54) **QUY TRÌNH SẢN XUẤT VẬT LIỆU CAO SU CHỊU NHIỆT VÀ BỀN KIỀM, VẬT LIỆU
CAO SU CHỊU NHIỆT VÀ BỀN KIỀM**

(57) Giải pháp hữu ích đề cập đến quy trình sản xuất vật liệu cao su bền nhiệt, bền kiềm trên cơ sở hỗn hợp cao su etylen-propylen-đien với cao su clorobutyl với một lượng nhỏ chất tăng cường liên kết ngang EM331, gia cường phối hợp nanosilic oxit đã biến tính bề mặt với bis-(3-trietoxysilylpropyl) tetrasulfit (TESPT) với than đen N330. Bằng phương pháp trộn ngược ở giai đoạn phối hợp hỗn hợp EPDM với than đen N330 để chế tạo hợp phần 1 và trộn chéo để chế tạo vật liệu cao su nanocompozit trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR. Vật liệu cao su bền nhiệt, bền kiềm được tạo ra bởi quy trình này cũng được đề xuất.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích thuộc lĩnh vực vật liệu cao su nanocompozit được gia cường phối hợp bằng chất phụ gia cỡ nanomet và micromet, cụ thể là đề cập tới quy trình chế tạo vật liệu cao su nanocompozit trên cơ sở hỗn hợp gồm cao su monome etylen-propylen-đien (EPDM) và cao su clorobutyl (chlorobutyl - CIIR) được gia cường bằng nanosilic oxit phối hợp với than đen bằng phương pháp trộn 2 giai đoạn. Vật liệu này có khả năng bền nhiệt và tính năng cơ lý, đặc biệt là khả năng chịu nhiệt và tính chịu kiềm vượt trội so với các loại vật liệu trên cơ sở cao su EPDM được chế tạo theo các phương pháp thông thường.

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Cao su monome etylen-propylen-đien có khả năng bền môi trường cao, bền ozon, ánh sáng tử ngoại, v.v., song lại có tính năng cơ học thấp (độ bền kéo khi đứt chỉ khoảng dưới 10 MPa), khả năng bám dính thấp. Mặt khác, giá thành cao su này lại cao. Chính vì vậy, khả năng ứng dụng của nó trong các lĩnh vực kỹ thuật còn bị hạn chế.

Để nâng cao tính năng cơ lý, mở rộng khả năng ứng dụng của vật liệu này, thường người ta biến tính nó bằng một số loại cao su khác như cao su thiên nhiên (CSTN), nhựa polypropylen (PP), polyetylen (PE), cao su bromobutyl (BIIR), v.v. hoặc được gia cường bằng các loại phụ gia cỡ nanomet, micromet khác nhau như than đen, silic oxit (nano hoặc micro), ống nanocarbon (CNT), bột nhẹ, v.v.. Tuy nhiên, các loại vật liệu chế tạo được cũng chỉ đạt được độ bền nhiệt và tính năng cơ lý chưa được cao (hệ số già hóa nhiệt ở 150°C trong thời gian 5 ngày mới chỉ đạt quanh mức 0,7. Độ bền kéo khi đứt cũng chỉ khoảng 15 MPa - 18 MPa) và do vậy chưa đáp ứng được yêu cầu chế tạo các sản phẩm cao su ứng dụng trong công nghệ cao như bền nhiệt, bền môi trường và tính năng cơ học cao như các loại băng tải chịu nhiệt độ cao, phụ tùng ô tô, máy bay, v.v..

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Mục đích của giải pháp hữu ích là nhằm giải quyết các tồn tại nêu trên là tạo ra vật liệu cao su bền nhiệt, tính năng cơ học cao trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR.

Theo đó, giải pháp hữu ích đề cập tới quy trình sản xuất vật liệu cao su bền nhiệt có tính năng cơ học cao, cụ thể là bền kiềm và vật liệu cao su thu được từ quy trình này. Quy trình sản xuất vật liệu cao su bền nhiệt, bền kiềm theo giải pháp hữu ích trên cơ sở trộn hợp cao su etylen-propylen-đien với cao su clorobutyl (chlorobutyl) và than đen N330 cùng với nanosilic oxit đã biến tính bề mặt bằng bis-(3-trietoxysilylpropyl) tetrasulfít (TESPT) còn được viết một cách ngắn gọn là NS-g-TESPT và các chất phụ gia khác thường có trong đơn phối liệu của cao su.

Giải pháp hữu ích theo khía cạnh thứ nhất là đề xuất quy trình sản xuất vật liệu cao su chịu nhiệt và bền kiềm bao gồm các bước:

a) chuẩn bị vật liệu bao gồm:

- hợp phần 1:

Thành phần	Hàm lượng (phần khối lượng)
Cao su EPDM (monome etylen-propylen-đien)	100
Axit stearic	1,5-2,5
Chất phòng lão	1,5-3,0
ZnO	5,0-7,0
Than đen	35-50
NS-g-TESPT	5,0-7,0
Tetrametyl thiuram đisulfít (TMTD)	0,7-2,0
Đibenzothiazyl đisulfít (DM)	1,5-3,0
Đicumyl peroxit (DCP)	2,5-5,0
Nhựa EM331 (trimetylopropan trimetacrylat)	1,5-3,0
Dầu gia công	9-15
Tổng số	163,2-197,6

- hợp phần 2:

Thành phần	Hàm lượng (phần khối lượng)
Cao su Clorobutyl (CIIR)	100
Axit stearic	1,5-2,5
Chất phòng lão	1,5-3,0
ZnO	5,0-7,0

Than đen	35-50
NS-g-TESPT	5,0-7,0
Nhựa EM331(trimetylopropan trimetacrylat)	1,5-3,0
Tetrametyl thiuram đisulfit (TMTD)	2,0-3,0
EZ	3,0-4,0
S	2,5-4,0
Tổng số	157,0-183,5

b) chế tạo các hợp phần cao su theo công thức pha chế của từng loại như trên như sau:

- chế tạo hợp phần 1 và các chất phụ gia bằng cách trộn ngược ở giai đoạn phối hợp với than đen, bao gồm các bước: đầu tiên EPDM được cắt mạch sơ bộ, phối trộn với axit stearic, chất phòng lão, chất hóa dẻo, nanosilic oxit đã biến tính bằng TESPT, trimetylopropan trimetacrylat (EM331), oxit kẽm; lấy ra, để nguội, cắt nhỏ, cho tiếp vào máy trộn kín bên trong đã có than đen N330 và một phần chất hóa dẻo ở 90°C - 100°C, trộn đều với tốc độ 50 vòng/phút trong thời gian 8 phút rồi để nguội xuống dưới 50°C, cho xúc tiến, lưu hóa, trộn đều, lấy ra thu được hợp phần 1 (trộn ngược ở giai đoạn phối hợp hỗn hợp cao su với than đen N330);

- chế tạo hợp phần 2 bao gồm các bước: cắt mạch sơ bộ CIIR; bổ sung axit stearic, chất phòng lão và các chất phụ gia khác, để nguội xuống dưới 50°C, cho xúc tiến, lưu hóa, trộn đều, lấy ra thu được hợp phần 2;

c) chế tạo bán thành phẩm cao su nanocompozit trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR đã gia cường phối hợp bằng nanosilic oxit và than đen bằng phương pháp trộn chéo theo tỷ lệ:

hợp phần 1 (từ EPDM và các chất phụ gia): 100 pkl

hợp phần 2 (từ CIIR và các chất phụ gia): 10,7 pkl

trong máy trộn kín ở nhiệt độ 80°C - 90°C, với tốc độ trộn 50 vòng/phút trong thời gian 6 phút, để cho bán thành phẩm cao su dạng tấm;

d) lưu hóa bán thành phẩm cao su này trong khuôn lưu hóa ở nhiệt độ 160°C, áp suất 6 kg/cm² trong thời gian 20 phút (đối với mẫu dày 3mm), để thu được sản phẩm.

Giải pháp theo khía cạnh thứ hai là đề xuất vật liệu cao su chịu nhiệt và bền kiềm có thể được tạo ra bởi quy trình nêu trên, trong đó vật liệu cao su này có các thành phần dưới đây tính theo phần khối lượng (pkl) so với 100 pkl của hỗn hợp cao

su có tỷ lệ khối lượng giữa cao su EPDM (monome etylen-propylen-đien) và cao su clorobutyl (CIIR) là 90:10:

Thành phần	Hàm lượng (phần khối lượng)
Hỗn hợp cao su EPDM/CIIR	100
Axit stearic	1,5
Chất phòng lão	1,5
Dầu gia công	8,1
ZnO	5
Than đen	35
NS-g-TESPT	5
Nhựa EM331 (trimetylopropan trimetacrylat)	1,5
Tetrametyl thiuram đisulfit (TMTD)	0,83
Đibenzothiazyl đisulfit (DM)	1,35
EZ	0,3
Đicumyl peroxit (DCP)	2,25
Lưu huỳnh (S)	0,25

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 mô tả sơ đồ công nghệ chế tạo hợp phần cao su trên cơ sở EPDM và các chất phụ gia (hợp phần 1). Theo đó, EPDM được cắt nhỏ, đưa vào máy trộn kín để cắt mạch sơ bộ ở nhiệt độ 90°C - 100°C, với tốc độ trộn 50 vòng/phút, trong 5 phút, tiếp đó cho dầu gia công, axit stearic, chất phòng lão, nanosilic oxit đã biến tính, ZnO và EM331.

Hỗn hợp EPDM và các chất phụ gia thu được lấy ra, cắt nhỏ và cho dần vào máy trộn kín (trong đã có than đen N330 và phần dầu chất hóa dẻo còn lại) ở nhiệt độ 90°C - 100°C, trộn tiếp với tốc độ trộn 50 vòng/phút trong thời gian 8 phút. Để nguội xuống dưới 50°C, tiếp tục cho các chất xúc tiến DM, TMTD, Đicumyl peroxit (DCP) (lưu ý: nhiệt độ không được quá 90°C). Kết thúc quá trình, đã thu được hợp phần 1 là EPDM cùng với các chất phụ gia theo đơn phối liệu ở bảng 1.

Hình 2 là ảnh chụp bằng kính hiển vi điện tử quét trường phát xạ (FESEM) bề mặt gãy của vật liệu cao su bền nhiệt, bền kiềm trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR có 1,5 pkl chất khâu mạch EM331 đã gia cường phối hợp 35 pkl than đen N330 với 5 pkl nanosilic oxit đã biến tính bằng TESPT theo giải pháp hữu ích. Trong đó các chất

gia cường nanosilic oxit, than đen được phân tán đồng đều trong nền hỗn hợp cao su trên cơ sở EPDM/CIIR và các chất phụ gia, hầu hết các hạt có kích thước dưới 100 nm là các hạt nanosilic oxit đã biến tính và than đen.

Hình 3 là ảnh chụp bằng kính hiển vi điện tử quét trường phát xạ (FESEM) bề mặt gãy vật liệu cao su nanocompozit trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR có 1,5 phl chất khâu mạch EM331 đã gia cường phối hợp 30 phl than đen N330 với 10 phl NS-g-TESPT. Trong đó các chất gia cường nanosilic oxit, than đen được phân tán không đồng đều, có nhiều kích thước lớn hơn 100 nm trong nền hỗn hợp cao su, vật liệu có cấu trúc kém chặt chẽ.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Dưới đây, giải pháp hữu ích mô tả chi tiết các phương án thực hiện và các ví dụ cụ thể, tuy nhiên, các phương án này chỉ nhằm mục đích để bộc lộ giải pháp hữu ích chứ không nhằm mục đích hạn chế phạm vi yêu cầu bảo hộ của giải pháp hữu ích.

Giải pháp hữu ích đề cập đến quy trình sản xuất vật liệu cao su bền nhiệt, bền kiềm, trong đó quy trình này bao gồm các bước:

1) Chuẩn bị vật liệu bao gồm các thành phần theo tỷ lệ phần khối lượng, còn được viết tắt là phl, so với 100 phần khối lượng của cao su như các bảng dưới đây:

Bảng 1: Thành phần đơn phối liệu ban đầu cao su EPDM (hợp phần 1)

Thành phần	Hàm lượng (phần khối lượng)
Cao su EPDM	100
Axit stearic	1,5
Dầu gia công	9
Chất phòng lão 4020	1,5
ZnO	5
Nhựa EM331 (trimetylopropan trimetacrylat)	1,5
Than đen N330	35
NS-g-TESPT	5
Tetrametyl thiuram đisulfit (TMTD)	0,7
Đibenzothiazyl đisulfit (DM)	1,5
Đicumyl peroxit (DCP)	2,5
Tổng số	163,2

Bảng 2: Thành phần đơn phối liệu ban đầu cao su Clorobutyl (hợp phần 2)

Thành phần	Hàm lượng (phần khối lượng)
Cao su Clorobutyl	100
Axit stearic	1,5
Chất phòng lão 4020	1,5
ZnO	5
Than đen N330	35
NS-g-TESPT	5
Nhựa EM331(trimetylopropan trimetacrylat)	1,5
Tetrametyl thiuram đisulfít (TMTD)	2
EZ	0,2-0,5
S	2,5
Tổng số	157,0

2) Chế tạo hợp phần cao su theo công thức pha chế của từng loại như bảng 1 và bảng 2 theo các bước dưới đây:

a) Chế tạo hợp phần cao su trên cơ sở cao su EPDM và các chất phụ gia bằng phương pháp trộn ngược ở giai đoạn phối hợp với than đen N330.

Ở phương pháp trộn truyền thống, cao su được đưa vào trước, và liên tục sơ luyện cùng với một phần dầu gia công, sau khi đạt độ dẻo cần thiết tiếp tục cho các hóa chất vào theo thứ tự chất chất hóa dẻo, chất phòng lão, axit stearic, chất độn gia cường (than đen), và sau cùng là xúc tiến và chất lưu hóa. Khi hàm lượng cao su đưa vào liên tục tăng thì thể tích tự do trong buồng trộn giảm xuống dẫn tới mômen xoắn tăng lên. Sau khi được đưa vào, cao su bị cắt mạch, dẻo hóa dưới sự tác động của chất chất hóa dẻo. Ngay sau đó có sự kết hợp giữa cao su với than làm mômen xoắn tăng lên. Trong quá trình trộn vừa có sự cắt mạch cao su vừa có sự kết hợp với than momen xoắn dao động mạnh, liên tục và không ổn định cho thấy độ nhớt của cao su cao dẫn đến khả năng phân tán hóa chất kém vì EPDM ban đầu rất rời rạc (bở). Chính vì vậy, quy trình này không phù hợp khi phối trộn hợp phần trên cơ sở EPDM với các chất phụ gia, đặc biệt với than đen. Chính vì vậy, hợp phần cao su EPDM (hợp phần 1) chế tạo bằng phương pháp trộn ngược theo các bước sau:

- Cắt mạch sơ bộ cao su nền và tạo hỗn hợp cao su EPDM bằng cách cắt cao su thành miếng nhỏ cho dần dần vào máy trộn kín (ở nhiệt độ 90 °C - 100°C) với tốc độ trộn 50 vòng phút trong thời gian 5 phút.

- Tiếp tục bổ sung axit stearic, một phần chất hóa dẻo (4,5 pkl), chất phòng lão 4020, oxit kẽm, nanosilic oxit đã biến tính bằng TESPT, EM331 và trộn trong thời gian 5 phút cho đều ở nhiệt độ 90°C - 100°C, với tốc độ trộn 50 vòng/phút.

- Hỗn hợp được lấy ra, để nguội, cắt nhỏ rồi cho dần vào máy trộn kín bên trong đã có than đen N330 và 4,5 pkl chất chất hóa dẻo còn lại. Trộn đều ở nhiệt độ 90 °C - 100°C, với tốc độ trộn 50 vòng/phút trong thời gian 8 phút.

- Để nguội xuống dưới 50°C, cho các chất xúc tiến DM (Đibenzothiazyl đisulfit), TMTD (Tetrametyl thiuram đisulfit) và chất nối mạch DCP (Đicumyl peroxit) và trộn tiếp trong thời gian 5 phút cho đều. Chú ý nhiệt độ trộn không chế không được vượt quá 90°C.

Từ đây, thu được hợp phần cao su trên cơ sở EPDM và các chất phụ gia (hợp phần 1) để chuẩn bị phối trộn với hợp phần 2 để chế tạo vật liệu cao su trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR bằng phương pháp trộn chéo.

b) Chế tạo hợp phần cao su trên cơ sở CIIR (hợp phần 2) theo phương pháp trộn thông thường (truyền thống) trong máy trộn kín gồm các bước:

- Cắt mạch sơ bộ cao su nền và tạo hỗn hợp cao su CIIR bằng cách cắt thành miếng nhỏ cho dần dần vào máy trộn kín (ở nhiệt độ 80 °C - 90°C) với tốc độ trộn 50 vòng phút trong thời gian 5 phút.

- Tiếp tục bổ sung axit stearic, chất phòng lão 4020, oxit kẽm, nanosilic oxit đã biến tính bằng TESPT, than đen N330, EM331 và trộn trong thời gian 10 phút cho đều ở nhiệt độ 80°C - 90°C, với tốc độ trộn 50 vòng/phút.

- Để nguội xuống dưới 50°C, cho các chất xúc tiến CZ, TMTD, và lưu huỳnh và trộn tiếp trong thời gian 5 phút. Chú ý nhiệt độ trộn không chế không được vượt quá 90°C.

Thu được hợp phần cao su trên cơ sở CIIR và các chất phụ gia (hợp phần 2) để chuẩn bị phối trộn chế tạo vật liệu cao su nanocompozit trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR bằng phương pháp trộn chéo (phối hợp hai hợp phần với nhau theo tỷ lệ yêu cầu).

3) Chế tạo bán thành phẩm cao su nanocompozit trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR đã gia cường phối hợp bằng nanosilic oxit và than đen bằng phương pháp trộn chéo.

Ở giai đoạn phối hợp chế tạo hỗn hợp cao su theo tỷ lệ của hai loại cao su tính ra tỷ lệ của hợp phần tương ứng, căn cứ công thức pha chế (bảng 1 và bảng 2) cho thấy cứ 163,2 phần khối lượng (pkl) hợp phần 1 thì có 100 pkl EPDM và 157,0 pkl hợp phần 2 thì có 100 pkl CIIR. Như vậy để có tỷ lệ hỗn hợp cao su EPDM/CIIR là 90/10 thì cứ 100 pkl hợp phần 1 (có 61,270 pkl EPDM) thì phối hợp với 10,7 pkl hợp phần 2 (có 6,808 pkl CIIR). Thành phần chế tạo vật liệu cao su nanocompozit trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR (90/10) gia cường than đen phối hợp nanosilic oxit đã biến tính như sau:

Hợp phần 1 (từ EPDM và các chất phụ gia): 100 pkl

Hợp phần 2 (từ CIIR và các chất phụ gia): 10,7 pkl

Các hợp phần cao su sau khi chế tạo xong ở giai đoạn 1, lấy ra khỏi máy trộn, để nguội xuống khoảng 50°C, cắt thành miếng nhỏ. Định lượng theo tỷ lệ 100 pkl hợp phần 1 sẽ phối hợp với 10,7 pkl hợp phần 2. Cho vào máy trộn kín để trộn kín ở nhiệt độ 80°C - 90°C, với tốc độ trộn 50 vòng/phút trộn trong thời gian 6 phút cho đều (chú ý: nhiệt độ không chế để không vượt quá 90°C). Lấy bán thành phẩm cao su ra, xuất tấm (độ dày tùy yêu cầu chế tạo mẫu hoặc sản phẩm), thu được bán thành phẩm cao su bền nhiệt, bền kiềm trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR (90/10) gia cường phối hợp than đen và nanosilic oxit, để ở nhiệt độ thường khoảng 24 giờ.

4) Lưu hóa, thu vật liệu cao su bền nhiệt, bền kiềm

Cho bán thành phẩm vào khuôn lưu hóa ở nhiệt độ 160°C, áp suất 6 kg/cm² trong thời gian 20 phút (đối với mẫu dày 3 mm). Sau khi lưu hóa, đã thu được vật liệu cao su bền nhiệt, bền kiềm trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR (90/10) và 1,5 pkl EM331 đã gia cường phối hợp 35 pkl than đen N330 và 5 pkl Nanosilic oxit đã biến tính bằng TESPT (NS-g-TESPT).

Theo đó, giải pháp hữu ích đề cập tới quy trình sản xuất vật liệu cao su bền nhiệt tính năng cao và vật liệu cao su nanocompozit thu được từ quy trình này. Quy trình sản xuất vật liệu cao su bền nhiệt, bền kiềm theo giải pháp hữu ích trên cơ sở trộn hợp EPDM, CIIR có 1,5 pkl EM331 với than đen N330 và nanosilic oxit đã biến tính bề mặt bằng bis-(3-trietoxysilylpropyl) tetrasulfit (NS-g-TESPT). Vật liệu thu được có

khả năng làm việc lâu dài ở nhiệt độ cao và tính năng cơ học vượt trội so với vật liệu trên cơ sở EPDM cũng như hỗn hợp của EPDM hiện có.

Theo khía cạnh thứ nhất, giải pháp hữu ích đề cập đến quy trình sản xuất vật liệu cao su bền nhiệt, bền kiềm, trong đó quy trình này bao gồm các giai đoạn:

- 1) Chuẩn bị nguyên vật liệu theo công thức pha chế của từng loại.
- 2) Chế tạo hợp phần cao su theo công thức pha chế của từng loại.
- 3) Chế tạo bán thành phẩm cao su trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR bằng phương pháp trộn chéo.
- 4) Lưu hóa, thu vật liệu cao su nanocompozit bền nhiệt, tính năng cao.

Trong bước chuẩn bị vật liệu, các thành phần nguyên liệu được sử dụng để sản xuất vật liệu cao su bền nhiệt, bền kiềm theo giải pháp hữu ích bao gồm các thành phần theo tỷ lệ phần khối lượng cho các hợp phần như sau:

Hợp phần 1:

Cao su EPDM	100 pkl
Axit stearic	1,5 pkl
Chất phòng lão 4020	1,5 pkl
ZnO	5 pkl
Nhựa EM331	1,5 pkl
Dầu gia công	9 pkl
Than đen N330	35 pkl
NS-g-TESPT	5 pkl
TMTD	0,7 pkl
DM	1,5 pkl
DCP	2,5 pkl
Tổng số	163,2

Hợp phần 2:

Cao su Clorobutyl	100 pkl
Axit stearic	1,5 pkl
Chất phòng lão 4020	1,5 pkl
ZnO	5 pkl
Than đen N330	35 pkl
NS-g-TESPT	5 pkl

Nhựa EM331	1,5 pkl
TMTD	2 pkl
EZ	0,2-0,5 pkl
S	2,5 pkl
Tổng số	157,0 pkl

Hợp phần 1 từ cao su monome etylen-propylen-đien (EPDM) được chế tạo bằng phương pháp trộn ngược (ở giai đoạn phối hợp hỗn hợp cao su với than đen) như được thể hiện dưới dạng sơ đồ trên Hình 1. EPDM sử dụng theo giải pháp hữu ích là loại cao su tổng hợp với lượng đien từ đixyclopentadien thấp và độ nhớt Mooney cao. Các loại cao su EPDM thích hợp được sử dụng theo giải pháp hữu ích là các loại cao su có bán trên thị trường, ví dụ cao su có tên thương mại Keltan 6160D của hãng Lanxess, Đức. Đây là loại cao su EPDM bán kết tinh có các chỉ tiêu cơ bản như sau: Độ nhớt Mooney ML (1+4) 125°C là 63 MU; Hàm lượng etylen là 64%; Hàm lượng DCPD (đixyclopentadiene) là 1,2%. Người có hiểu biết trong lĩnh vực kỹ thuật này hoàn toàn có thể sử dụng các loại cao su thương phẩm trên thị trường với các thông số tương đương hoặc điều chỉnh các thông số tương ứng để sử dụng làm vật liệu ban đầu theo giải pháp hữu ích. Tỷ lệ hàm lượng cao su etylen-propylen-đien (EPDM) sử dụng theo giải pháp hữu ích nằm trong khoảng từ 90 pkl. Theo một phương án ưu tiên, lượng cao su etylen-propylen-đien (EPDM) sử dụng theo giải pháp là 90 pkl so với 100 pkl cao su.

Nanosilic oxit là loại silic oxit cỡ hạt nano, tốt nhất loại nanosilic oxit được sử dụng theo giải pháp hữu ích có diện tích bề mặt riêng $200 \pm 20 \text{ m}^2/\text{g}$, cỡ hạt từ khoảng 12 đến 50 nm, khối lượng riêng khoảng 50 g/l. Một ví dụ về nanosilic oxit thích hợp sử dụng làm nguyên liệu sản xuất vật liệu theo giải pháp là nanosilic oxit thương mại có tên Reolosil của hãng Akpa (Thổ Nhĩ Kỳ). Vật liệu này được biến tính bằng cách ghép TESPT lên bề mặt (NS-g-TESPT) theo quy trình thông thường tại Trung tâm nghiên cứu vật liệu cao su, composit và giấy (đại học Bách khoa Hà Nội). Tỷ lệ hàm lượng NS-g-TESPT sử dụng theo giải pháp hữu ích nằm trong khoảng từ 4 pkl - 7 pkl (so với cao su) Theo một phương án ưu tiên, hàm lượng NS-g-TESPT được sử dụng theo giải pháp hữu ích là 5 pkl so với cao su.

Các thành phần bao gồm axit stearic, chất phòng lão 4020, oxit kẽm, than đen

N330, dầu gia công, các chất xúc tiến, Đicumyl peroxit (DCP) là các hóa chất đã biết và được sử dụng rộng rãi trong lĩnh vực sản xuất cao su, các chất đó đóng vai trò chất bổ sung nhằm tăng cường độ bền nhiệt, khả năng phân tán, đặc tính của cao su, giúp cao su bền trong điều kiện môi trường hoặc trợ giúp cho quá trình lưu hóa. Ví dụ về than đen N330 với lượng từ 30 phl - 50 phl (so với cao su, tốt nhất là 35 phl, và đóng vai trò làm chất độn gia cường. Đicumyl peroxit, oxit kẽm và các hóa chất khác có thể mua được từ Sae Kwang Chemical IND. Co. Ltd (Hàn Quốc) hoặc của hãng Zincollied, Ấn Độ. Tỷ lệ hàm lượng Đicumyl peroxit để lưu hóa cao su nằm trong khoảng từ 2 phl - 4 phl so với cao su, theo một phương án ưu tiên, tỷ lệ Đicumyl peroxit dùng trong hợp phần này là 2,5 phl so với cao su (EPDM).

Chất phụ gia như N-(1,3-đimetylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylen điamin còn được gọi là chất chất phòng lão 4020 là loại hóa chất được sử dụng làm các chất phòng chống oxy hóa giúp ngăn quá trình lão hóa cho cao su và được sử dụng rộng rãi trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các chất xúc tiến được sử dụng nhằm tăng tốc độ lưu hóa cao su, ví dụ, đibenzothiazyl disulfide (DM) và tetrametyl thiuram đisulfit còn được gọi là chất xúc tiến TMTD là các chất xúc tiến. Các chất xúc tiến này có thể mua được trên thị trường, ví dụ các chất xúc tiến DM hoặc TMTD có thể mua từ Hàn Quốc hoặc Trung Quốc. Các chất chất phòng lão 4020 được sử dụng với lượng 1-2%. Theo một phương án ưu tiên, các chất chất phòng lão được sử dụng là 1,5% trọng lượng vật liệu.

Chất hỗ tăng cường liên kết ngang, trợ tương hợp EM331 (Trimetylopropan trimetacrylat) có tác dụng làm tăng liên kết ngang, có tác dụng đồng khâu mạch hai loại cao su EPDM và CIIR, thông qua đó làm các thành phần cao su liên kết nhau tốt hơn. Mặt khác, hợp chất này còn có tác dụng thay đổi độ cứng sản phẩm, tăng độ bền nhiệt, khả năng chịu mài mòn, chịu dung môi hữu cơ. Chất sử dụng trong giải pháp hữu ích là của công ty Eternal Material Co. LTD (Đài Loan). Tỷ lệ được sử dụng theo giải pháp hữu ích nằm trong khoảng từ 1% đến 2%. Theo một phương án ưu tiên, chất tương hợp được sử dụng là 1,5% trọng lượng nguyên liệu.

Hợp phần 2 từ cao su clorobutyl (CIIR) được chế tạo bằng phương pháp trộn truyền thống (đã trình bày rõ ở phần đầu). Vật liệu CIIR có độ nhớt Mooney ở 125°C là 38+4, hàm lượng clor 1,25+0,1 phl, hàm lượng chất bay hơi < 0,5, hàm lượng tro < 0,5, khối lượng riêng 0,92 g/cm³. Loại CIIR sử dụng trong giải pháp hữu ích là Clorobutyl 1240 của hãng Lanxess (sản xuất tại Bỉ). Chất xúc tiến EZ là chất xúc tiến

thuộc họ đithiocarbamat. Đây là chất xúc tiến cực mạnh, tạo nên vận tốc kết mạng nhanh. Thường trong công nghiệp cao su hàm lượng EZ sử dụng từ 0,2 pkl – 0,5 pkl so với cao su. EZ dùng trong giải pháp này là của hãng Lanxess với hàm lượng 3 pkl so với cao su. Tỷ lệ hàm lượng lưu huỳnh để lưu hóa cao su nằm trong khoảng từ 2 pkl - 3 pkl. Theo một phương án ưu tiên trong giải pháp, tỷ lệ lưu huỳnh là 2,5 pkl so với cao su. Còn các chất phụ gia khác đã được nêu rõ ở phần trên. Riêng nanosilic oxit đã biến tính bằng Bis-(3-trietoxysilylpropyl) tetrasulfít (TESPT) là đã biết phổ biến đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, nên không được trình bày lại ở đây.

Mặc dù nhiều thành phần thường được sử dụng trong quá trình phát triển vật liệu, đặc biệt là vật liệu tổ hợp cao su, tuy nhiên, để thu được đặc tính cao su mong muốn, việc điều chỉnh thành phần, tỷ lệ và các chất phụ gia là rất quan trọng. Các tác giả đã nghiên cứu, trên cơ sở điều chỉnh, lựa chọn các thành phần, đặc tính vật liệu thích hợp. Do đó, đã đưa ra được tỷ lệ tối ưu các thành phần nguyên liệu để sản xuất vật liệu cao bền nhiệt, tính năng cao trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR với 1,5 pkl EM331 đã gia cường bằng nanosilic oxit đã biến tính phối hợp với than đen N330 và các chất phụ gia khác bằng phương pháp trộn ngược với hợp phần từ EPDM (ở giai đoạn phối hợp hỗn hợp cao su với than đen) và trộn chéo để chế tạo bán thành phẩm vật liệu.

Trong bước tạo các hợp phần cao su nền, tiến hành cắt thành phần cao su EPDM và CIIR thành miếng nhỏ và đưa vào thiết bị trộn kín để cắt mạch sơ bộ. Thiết bị tốt nhất có tốc độ trộn 50 vòng/phút. Sau khi gia nhiệt đến nhiệt độ 80°C - 90°C và trộn đều thành phần cao su, tiếp tục bổ sung thành phần axit stearic, chất phòng lão 4020, dầu gia công, ZnO, nanosilic oxit đã biến tính, EM331, v.v.. Riêng hợp phần 1 (từ EPDM) đến đây thì dừng lại, cắt thành miếng để trộn tiếp với than đen N330 và một phần dầu gia công bằng phương pháp trộn ngược. Còn hợp phần 2 từ cao su CIIR thì trộn tiếp với than đen N330 cho đều. Các hỗn hợp cao su sau khi phối trộn đều với các chất phụ gia (trừ các chất xúc tiến và lưu hóa) thì để nguội xuống dưới 50°C tiếp tục cho các chất xúc tiến, lưu hóa trộn tiếp trong 5 phút cho đều. Đã thu được các hợp phần cao su và các chất phụ gia. Hợp phần 1 là cao su EPDM và các chất phụ gia, hợp phần 2 là cao su CIIR và các chất phụ gia.

Trong bước chế tạo bán thành phẩm cao su nanocompozit trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR đã gia cường phối hợp bằng nanosilic oxit và than đen bằng phương

pháp trộn chéo, các hợp phần cao su được cắt thành miếng, cho vào máy trộn kín ở tỷ lệ 100 pkl hợp phần 1 trộn với 10,7 pkl hợp phần 2 ở nhiệt độ 80°C - 90°C ở tốc độ trộn 50 vòng/phút trong thời gian 6 phút cho các cấu tử trộn đều vào nhau (Chú ý, trong quá trình trộn không được để nhiệt độ vượt quá 90°C). Dừng máy, lấy hỗn hợp cao su ra, cán xuất tấm bán thành phẩm cao su nanocompozit bền nhiệt, tính năng cao trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR gia cường nanosilic oxit và than đen, để ổn định 24 giờ.

Trong bước lưu hóa, bán thành phẩm vật liệu cao su được cho vào khuôn lưu hóa ở nhiệt độ 160±2°C, áp suất 6 kg/cm² trong thời gian 20 phút (đối với mẫu dày 3mm). Sau khi lưu hóa, đã thu được vật liệu cao su bền nhiệt, bền kiềm trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR (90/10) đã gia cường phối hợp bằng 35 pkl than đen N330 và 5 pkl nanosilic oxit đã biến tính.

Theo một phương án ưu tiên, trong đó các thành phần để sản xuất vật liệu cao su bền nhiệt, bền kiềm trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR bao gồm 2 hợp phần cao su trên cơ sở EPDM (hợp phần 1) và hợp phần cao su trên cơ sở CIIR (hợp phần 2) và các thành phần khác theo tỷ lệ phần khối lượng như sau:

Hợp phần 1:

Cao su EPDM	100 pkl
Axit stearic	1,5 pkl
Chất phòng lão 4020	1,5 pkl
ZnO	5 pkl
Than đen N330	35 pkl
NS-g-TESPT	5 pkl
Nhựa EM331	1,5 pkl
Dầu gia công	9 pkl
TMTD	0,7 pkl
DM	1,5 pkl
DCP	2,5 pkl

Hợp phần 2:

Cao su Clorobutyl	100 pkl
Axit stearic	1,5 pkl

Chất phòng lão 4020	1,5 pkl
ZnO	5 pkl
Than đen N330	35 pkl
NS-g-TESPT	5 pkl
Nhựa EM331	1,5 pkl
TMTD	2 pkl
EZ	0,2-0,5 pkl
S	2,5 pkl

Theo một phương án ưu tiên, trong đó hai hợp phần cần trộn riêng ở giai đoạn 1 vì một mặt hệ lưu hóa khác nhau, mặt khác do EPDM bở, khó phối trộn nên cần phải phối trộn theo quy trình ngược (ở giai đoạn cho chất gia cường than đen). Sau đó mới phối trộn hai hợp phần để chế tạo bán thành phẩm vật liệu cao su bền nhiệt, bền kiềm theo tỷ lệ hợp phần 1 là 100 pkl và hợp phần 2 là 10,7 pkl.

Theo khía cạnh thứ hai, giải pháp hữu ích đề cập đến vật liệu cao su bền nhiệt, bền kiềm, trong đó vật liệu này bao gồm các thành phần theo tỷ lệ phần khối lượng được tính từ thành phần các hợp phần ra như sau:

Cao su EPDM	90 pkl
Cao su CIIR	10 pkl
Axit stearic	1,5 pkl
Chất phòng lão 4020	1,5 pkl
Dầu gia công	8,1 pkl
ZnO	5 pkl
NS-g-TESPT	5 pkl
Nhựa EM331	1,5 pkl
Than đen N330	35 pkl
TMTD	0,83 pkl
DM	1,35 pkl
EZ	0,2-0,5 pkl
DCP	2,25 pkl
Lưu huỳnh	2,5

Vật liệu cao su bền nhiệt, bền kiềm theo giải pháp hữu ích có tính năng cơ học rất cao với độ bền kéo khi đứt tới 28,26MPa, độ giãn dài khi đứt tới 828,3%, độ mài mòn 0,021 cm³/1,61 km, độ bền xé đạt 79,00 N/mm và độ cứng 58 Shore A và đặc biệt còn có khả năng bền nhiệt cao với hệ số già hóa ở 150°C sau thời gian 120 giờ là 0,78 và sau 168 giờ là 0,71. Vật liệu này có thể ứng dụng trong chế tạo các loại băng tải chịu nhiệt độ cao, tải trọng lớn.

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Ví dụ 1: sản xuất vật liệu cao su bền nhiệt tính năng cao trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR

Bước 1: cân 45 kg cao su EPDM loại Keltan 6160D của hãng Lanxess, cắt miếng đưa vào máy trộn kín ở nhiệt độ 90°C - 100°C tốc độ trộn 50 vòng/phút để cắt mạch sơ bộ trong 5 phút. Bổ sung 0,675 kg axit stearic; 0,675 kg chất phòng lão 4020 (N-(1,3-đimetylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylendi-amin); 2,025 kg dầu gia công (dầu parafin); 2,25 kg nanosilic oxit đã biến tính bằng TESPT; 2,25 kg oxit kẽm và 0,675 kg EM331. Tiến hành trộn trong 5 phút để thu được hỗn hợp cao su nền từ EPDM đồng nhất. Lấy ra, để nguội, cắt miếng.

Cho 15,75 kg than đen N330 cùng với 2,025 kg dầu gia công còn lại vào buồng trộn, nâng nhiệt lên 90°C; cho hỗn hợp cao su EPDM đã cắt miếng ở trên vào trộn tiếp ở nhiệt độ 90°C - 100°C, với tốc độ trộn 50 vòng/phút trong thời gian 8 phút cho đều.

Để nguội vật liệu thu được đến 50°C. Tiếp đó, bổ sung 0,675 kg đi 2-benzothiazolildisunfit (chất xúc tiến D), 0,315 kg tetrametyl thiuram disulfít (chất xúc tiến TMTD) và 1,125 kg đicumyl peroxit. Tiến hành trộn kín với tốc độ quay của trục trộn là 50 vòng/phút trong 5 phút (lưu ý nhiệt độ không vượt quá 90°C). Sau khi trộn đã thu được hợp phần 1. Cắt miếng chuẩn bị chế tạo bán thành phẩm cao su bền nhiệt, bền kiềm.

Bước 2: cân 10 kg cao su CIIR loại clorobutyl 1240 của hãng Lanxess (Bi), cắt miếng cho vào máy trộn kín ở nhiệt độ 80°C - 90°C, với tốc độ trộn 50 vòng/phút trong 5 phút để cắt mạch sơ bộ. Bổ sung 0,075 kg axit stearic; 0,075 kg chất phòng lão 4020 (N-(1,3-đimetylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylendi-amin); 0,25 kg nanosilic oxit đã biến tính bằng TESPT; 0,25 kg oxit kẽm; 0,075 kg EM331 và 1,75 kg than đen N330. Tiến hành trộn trong 10 phút cho đều.

Để nguội hỗn hợp vật liệu thu được đến 50°C. Tiếp đó, bổ sung 0,1 kg tetrametyl

thiuram đisulfit (chất xúc tiến TMTD), 0,15 kg xúc tiến EZ và 0,125 kg lưu huỳnh. Tiến hành trộn kín với tốc độ quay của trục trộn là 50 vòng/phút trong 5 phút (lưu ý nhiệt độ không vượt quá 90°C). Sau khi trộn đã thu được hợp phần 2. Cắt miếng chuẩn bị chế tạo bán thành phẩm cao su bền nhiệt, bền kiềm.

Bước 3: chế tạo bán thành phẩm cao su bền nhiệt, bền kiềm. Các hợp phần 1 và 2 thu được ở phần trên được cắt miếng cho vào máy trộn kín ở nhiệt độ 80°C - 90°C, trộn ở tốc độ 50 vòng/phút trong thời gian 6 phút cho đều (lưu ý nhiệt độ không được quá 90°C). Thu được bán thành phẩm cao su bền nhiệt, bền kiềm trên cơ sở hỗn hợp trộn EPDM/CIIR đã gia cường phối hợp bằng than đen với nanosilic oxit. Xuất tẩm, để ổn định trong 24 giờ để đem ép lưu hóa.

Bán thành phẩm này được lưu hóa ở nhiệt độ 160±2°C trong thời gian 20 phút, áp suất 6 kg/cm² để tạo hình, thu được vật liệu thành phẩm.

Ví dụ 2: đánh giá đặc tính vật liệu cao su với tỷ lệ thành phần nanosilic oxit đã biến tính khác nhau.

Để xác định hàm lượng tối ưu của các chất gia cường là than đen N330 phối hợp nanosilic oxit. Trước hết ảnh hưởng của hàm lượng than đen tới tính chất cơ lý của vật liệu được khảo sát từ 20 phl đến 50 phl và sau đó là khảo sát ảnh hưởng vật liệu lên độ bền của sản phẩm thu được. Từ đó, xác định được hàm lượng thích hợp của than đen gia cường cho hỗn hợp cao su EPDM/CIIR (90/10) là 40 phl so với cao su. Tiếp theo đó, khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng nanosilic oxit đã biến tính bằng TESPT thay thế than đen tới tính chất cơ lý của vật liệu theo tỷ lệ than đen/nanosilic oxit đã biến tính bằng TESPT (Na-g-TESPT) từ 40/0, 39/1, ..., 30/10. Tiến hành sản xuất các vật liệu như nêu trong Ví dụ 1. Các phương pháp đánh giá bao gồm:

- Tính chất kéo (độ bền kéo đứt, độ giãn dài khi đứt) được xác định theo TCVN 4509 : 2006 (ISO 37 – 2006), thực hiện trên máy INSTRON (Mỹ).

- Tính chất xé của vật liệu được xác định theo tiêu chuẩn TCVN 1592 – 87 với tốc độ kéo mẫu 500 mm/phút, thực hiện trên máy INSTRON (Mỹ).

- Độ cứng cao su được xác định theo TCVN 1595-1: 2007 (ISO 7619-1: 2004) được xác định bằng dụng cụ đo độ cứng shore A Teclock 709N (Nhật Bản).

- Độ mài mòn của vật liệu được xác định theo tiêu chuẩn Việt Nam TCVN 1594-87 được đo bằng thiết bị đo độ mài mòn APCI của hãng Gotech (Đài Loan).

Kết quả khảo sát được thể hiện trong các bảng 3 dưới đây.

Bảng 3: Ảnh hưởng của hàm lượng nanosilic oxit tới tính chất cơ học của vật liệu

Hàm lượng Nanosilic oxit đã biến tính, pkl	Độ bền kéo khi đứt, MPa	Độ giãn dài khi đứt, %	Độ mài mòn, cm ³ /1,6 1km	Độ bền xé, N/mm	Độ cứng, Shore A
0	25,85	808,05	0,120	70,23	58,5
1	26,28	812,34	0,084	72,00	58,3
2	26,73	815,13	0,068	73,17	58,2
3	27,24	819,10	0,051	75,06	58,1
4	27,75	822,51	0,036	77,04	58,0
5	28,26	828,23	0,021	79,00	58,0
6	27,81	820,35	0,025	76,05	57,8
7	27,43	804,15	0,030	74,07	57,6
8	26,91	785,16	0,035	71,19	57,5
9	26,55	770,22	0,041	68,04	57,3
10	26,18	755,10	0,048	65,07	57,0

Căn cứ kết quả bảng 3 cho thấy, vật liệu gia cường than đen N330 phối hợp nanosilic oxit đã biến tính bằng TESPT cho độ bền tốt nhất khi gia cường 35 pkl than đen N330 phối hợp 5 pkl nanosilic oxit đã biến tính bằng TESPT.

Ví dụ 3: đánh giá khả năng bền nhiệt và cấu trúc hình thái của vật liệu

Vật liệu có thành phần tối ưu thu được từ ví dụ 2 được đánh giá có tính chất cơ học cao nhất và do vậy sẽ có cấu trúc đều đặn và chặt chẽ cũng như khả năng bền nhiệt cao nhất.

- Khả năng bền nhiệt của vật liệu được đánh giá theo tiêu chuẩn Việt Nam TCVN 2229-2007. Phương pháp thử nghiệm già hóa nhiệt trong môi trường không khí ở nhiệt độ 150°C trong thời gian 120 giờ (5 ngày) và 168 giờ (7 ngày) trong tủ sấy Memert (CHLB Đức).

- Cấu trúc hình thái của vật liệu được nghiên cứu bằng kính hiển vi điện tử quét trường phát xạ (FESEM) thực hiện trên máy S-4800 của hãng Hitachi (Nhật Bản).

Kết quả đánh giá được trình bày trong các bảng 4.

Bảng 4: Hệ số già hóa của vật liệu trong môi trường không khí ở nhiệt độ 150°C sau thời gian 120 giờ và 168 giờ

Mẫu	Độ bền kéo khi đứt, MPa	Độ giãn dài khi đứt, %	Hệ số già hóa
Ban đầu	28,26	828,23	-
Sau 120 giờ thử nghiệm	25,56	712,17	0,78
Sau 168 giờ thử nghiệm	24,39	681,12	0,71

Kết quả bảng 4 cho thấy rằng, sau 5 ngày thử nghiệm, hệ số già hóa của vật liệu là 0,78 và sau 7 ngày thử nghiệm, hệ số già hóa của vật liệu vẫn còn khá cao với giá trị là 0,71. Như vậy có thể thấy vật liệu cao su nanocompozit trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR (90/10) gia cường phối hợp nanosilic oxit với than đen gia công theo quy trình trên có độ bền nhiệt rất cao.

Hình thái cấu trúc của vật liệu được chụp và đánh giá bằng phương pháp hiển vi điện tử quét trường phát xạ (FESEM). Kết quả được thể hiện trong Hình 2 và Hình 3. Theo đó các mẫu cao su gia cường với tỷ lệ thích hợp (35 pkl than đen phối hợp với 5 pkl Na-g-TESPT) có cấu trúc đều đặn và chặt chẽ nhất (Hình 2), các vật liệu khác cho kết cấu kém chặt chẽ hơn như vật liệu gia cường phối hợp 30 pkl than đen N330 với 10 pkl nanosilic oxit có cấu trúc kém chặt chẽ hơn (Hình 3). Điều này giải thích độ bền cơ học của mẫu gia cường 35 pkl than đen với 5 pkl Na-g-TESPT là vượt trội.

Từ những kết quả trên cho thấy rằng, vật liệu theo giải pháp có khả năng bền nhiệt và tính năng cơ học rất cao khi gia cường phối hợp than đen với nanosilic oxit đã biến tính với tỷ lệ thích hợp cho hỗn hợp cao su EPDM/CIIR (90/10) có 1,5 pkl EM331 bằng phương pháp gia công thích hợp là trộn riêng rẽ từng hợp phần (trộn ngược cho hợp phần cao su EPDM khi phối hợp EPDM với than đen) và trộn chéo để chế tạo vật liệu cao su nanocompozit trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR (90/10) có 1,5 pkl EM331 gia cường phối 35 pkl than đen và 5 pkl nanosilic oxit đã biến tính bằng TESPT.

Hiệu quả đạt được của giải pháp hữu ích

Quy trình chế tạo vật liệu cao su bền nhiệt, bền kiềm theo giải pháp hữu ích cho phép phân tán được nanosilic oxit, than đen một cách đồng đều trong nền hỗn hợp cao su trên cơ sở EPDM/CIIR cũng như việc sử dụng một lượng nhỏ (1,5 pkl) chất đồng khâu mạch EM331 để tăng liên kết giữa EPDM và CIIR để thu được vật liệu cao su có đặc tính bền nhiệt, tính năng cao vượt trội so với các vật liệu trên cơ sở cao su EPDM

hiện nay. Quy trình đơn giản, có khả năng thực hiện với các thiết bị trộn thông thường mà không cần các thiết bị chuyên dụng phức tạp.

Vật liệu cao su bền nhiệt tính năng cao trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR chế tạo được có tính năng cơ học vượt trội với độ bền kéo khi đứt đạt được 28,26 MPa, Độ dẫn dài khi đứt 828% trong khi các vật liệu từ EPDM chỉ đạt độ bền kéo khi đứt dưới 20 MPa và độ dẫn dài khi đứt khoảng 700%. Đặc biệt hệ số già hóa ở 150°C trong môi trường không khí sau 5 ngày đạt 0,78 (trong khi các vật liệu cao su khác chỉ đạt dưới 0,7). Vật liệu chế tạo được đáp ứng yêu cầu chế tạo các sản phẩm cao su kỹ thuật ứng dụng trong công nghệ cao như bền nhiệt, bền oxy hóa và chịu tải trọng cao như các loại băng tải chịu nhiệt.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất vật liệu cao su chịu nhiệt và bền kiềm bao gồm các bước:

a) chuẩn bị các hợp phần cao su dưới đây bao gồm các thành phần được tính theo phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của cao su:

- hợp phần 1:

Thành phần	Hàm lượng (phần khối lượng)
Cao su EPDM (monome etylen-propylen-đien)	100
Axit stearic	1,5-2,5
Chất phòng lão	1,5-3,0
ZnO	5,0-7,0
Than đen	35-50
NS-g-TESPT	5,0-7,0
Tetrametyl thiuram đisulfit (TMTD)	0,7-2,0
Đibenzothiazyl đisulfit (DM)	1,5-3,0
Đicumyl peroxit (DCP)	2,5-5,0
Nhựa EM331 (trimetylopropan trimetacrylat)	1,5-3,0
Dầu gia công	9-15
Tổng số	163,2-197,6

- hợp phần 2:

Thành phần	Hàm lượng (phần khối lượng)
Cao su Clorobutyl (CIIR)	100
Axit stearic	1,5-2,5
Chất phòng lão	1,5-3,0
ZnO	5,0-7,0
Than đen	35-50
NS-g-TESPT	5,0-7,0
Nhựa EM331(trimetylopropan trimetacrylat)	1,5-3,0
Tetrametyl thiuram đisulfit (TMTD)	2,0-3,0
EZ	3,0-4,0

S	2,5-4,0
Tổng số	157,0-183,5

b) chế tạo các hợp phần cao su theo công thức pha chế của từng loại như trên như sau:

- chế tạo hợp phần 1 bằng cách trộn ngược ở giai đoạn phối hợp với than đen bao gồm các bước: đầu tiên EPDM được cắt mạch sơ bộ, phối trộn với axit stearic, chất phòng lão, chất hóa dẻo, nanosilic oxit đã biến tính bằng TESPT, EM331, oxit kẽm; lấy ra, để nguội, cắt nhỏ, cho tiếp vào máy trộn kín bên trong đã có than đen và một phần chất hóa dẻo ở 90°C - 100°C, trộn đều với tốc độ 50 vòng/phút trong thời gian 8 phút rồi để nguội xuống dưới 50°C, cho xúc tiến, lưu hóa, trộn đều, lấy ra thu được hợp phần 1 (trộn ngược ở giai đoạn phối hợp hỗn hợp cao su với than đen N330);

- chế tạo hợp phần 2 bao gồm các bước: cắt mạch sơ bộ CIIR; bổ sung axit stearic, chất phòng lão và các chất phụ gia khác, để nguội xuống dưới 50°C, cho xúc tiến, lưu hóa, trộn đều, lấy ra thu được hợp phần 2;

c) chế tạo bán thành phẩm cao su nanocompozit trên cơ sở hỗn hợp cao su EPDM/CIIR đã gia cường phối hợp bằng nanosilic oxit và than đen bằng phương pháp trộn chéo theo tỷ lệ:

hợp phần 1: 100 pkl

hợp phần 2: 10,7 pkl

trong máy trộn kín ở nhiệt độ 80°C - 90°C, với tốc độ trộn 50 vòng/phút trong thời gian 6 phút, để cho bán thành phẩm cao su dạng tấm;

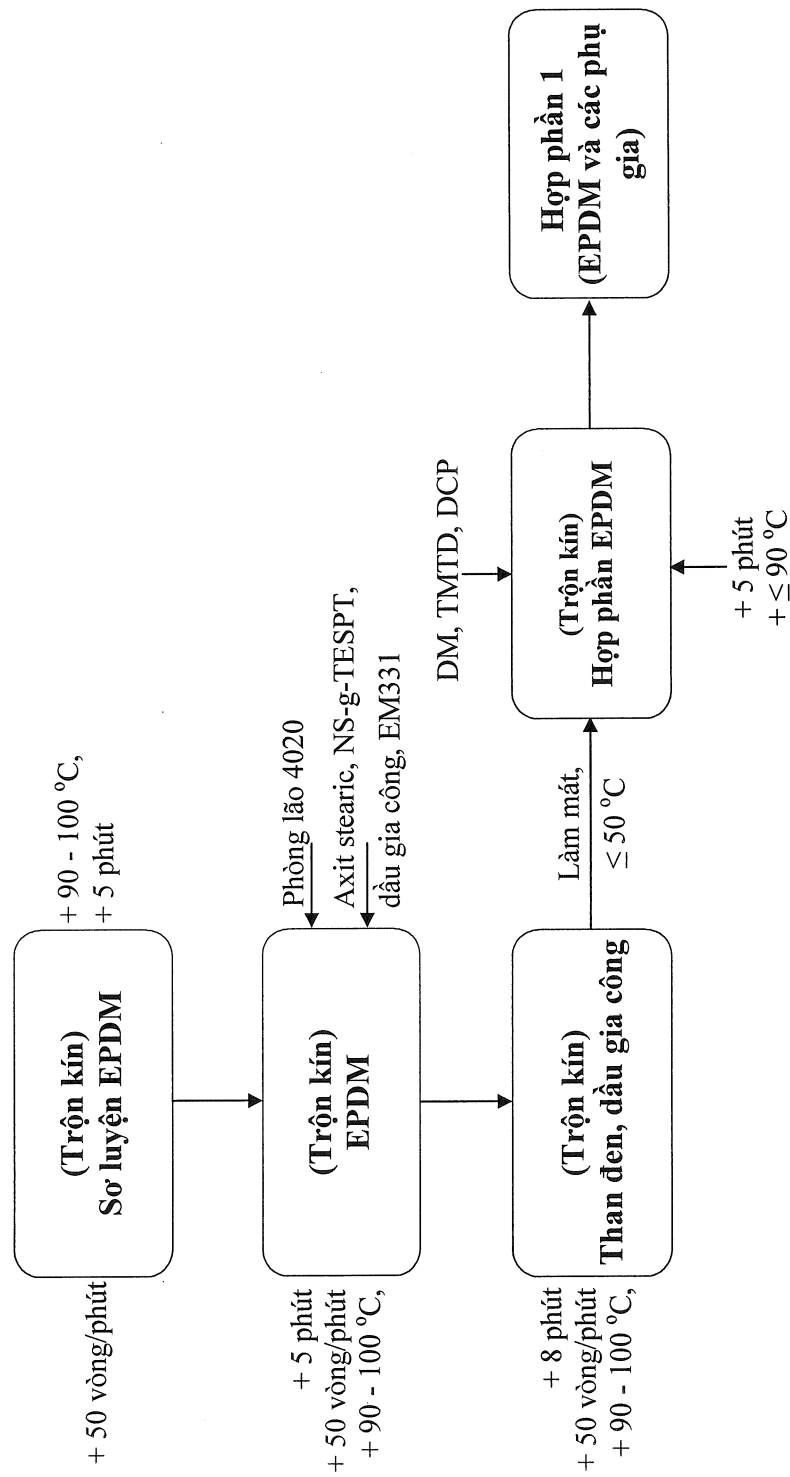
d) lưu hóa bán thành phẩm cao su trong khuôn lưu hóa ở nhiệt độ 160°C, áp suất 6 kg/cm² trong thời gian 20 phút (đối với mẫu dày 3mm), để thu được sản phẩm.

2. Vật liệu cao su chịu nhiệt và bền kiềm được tạo ra bởi quy trình theo điểm 1, trong đó vật liệu cao su này có các thành phần dưới đây tính theo phần khối lượng (pkl) so với 100 pkl của hỗn hợp cao su có tỷ lệ khối lượng giữa cao su EPDM (monome etylen-propylen-đien) và cao su clorobutyl (CIIR) là 90:10:

Thành phần	Hàm lượng (phần khối lượng)
Hỗn hợp cao su EPDM/CIIR	100
Axit stearic	1,5
Chất phòng lão	1,5

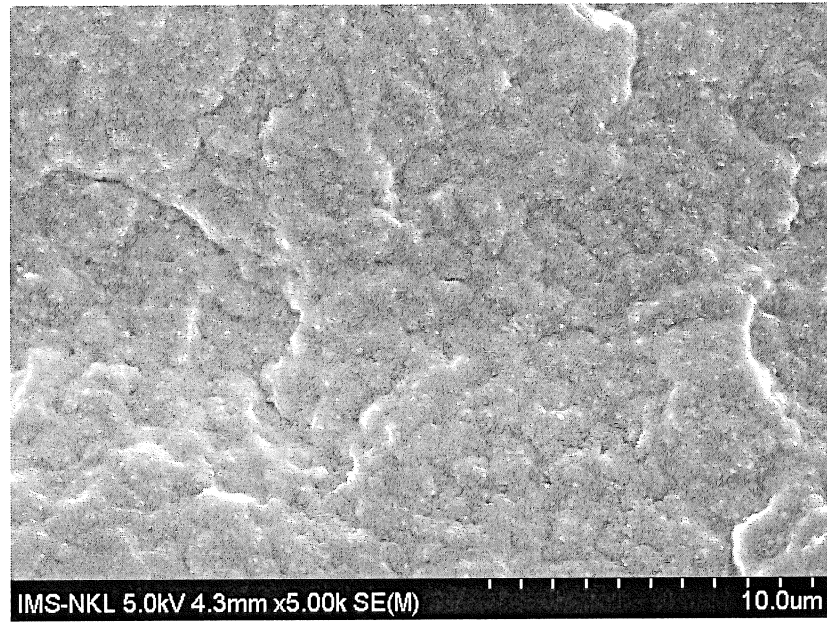
Dầu gia công	8,1
ZnO	5
Than đen	35
NS-g-TESPT	5
Nhựa EM331 (trimetylopropan trimetacrylat)	1,5
Tetrametyl thiuram đisulfit (TMTD)	0,83
Đibenzothiazyl đisulfit (DM)	1,35
EZ	0,3
Đicumyl peroxit (DCP)	2,25
Lưu huỳnh (S)	0,25

HÌNH 1



2818

HÌNH 2



HÌNH 3

