



(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)



1-0031242

(51)^{2020.01} B32B 7/12; B32B 15/06

(13) B

(21) 1-2019-05335

(22) 27/09/2019

(45) 25/03/2022 408

(43) 25/12/2019 381A

(73) Viện Kỹ thuật hóa học, Đại học Bách khoa Hà Nội (VN)

Phòng 214, nhà C4, Đại Cồ Việt, quận Hai Bà Trưng, thành phố Hà Nội

(72) Đặng Việt Hưng (VN); Nguyễn Trọng Quang (VN); Bùi Chương (VN); Nguyễn Thiên Vương (VN).

(54) PHƯƠNG PHÁP BẮM DÍNH CAO SU THIÊN NHIÊN VỚI THÉP SỬ DỤNG
ÔXIT SẮT TỪ VÀ VẬT LIỆU ĐƯỢC SẢN XUẤT BỞI PHƯƠNG PHÁP NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp bám dính cao su thiên nhiên với thép sử dụng ôxit sắt từ, trong đó hai lớp kết dính được tạo ra, với lớp kết dính thứ nhất bám dính vào thép và lớp kết dính thứ hai bám dính vào lớp kết dính thứ nhất và cao su. Sáng chế còn đề cập đến vật liệu sản xuất theo phương pháp trên đây.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp nâng cao độ bám dính của cao su trên cơ sở cao su thiên nhiên (NR) với bề mặt vật liệu thép sử dụng ôxít sắt từ (Fe_3O_4) nhằm tối ưu đơn pha chế của cao su và quy trình xử lý bề mặt thép. Sáng chế cũng đề cập đến vật liệu cao su kết hợp với thép (vật liệu không thể tách rời) sản xuất theo phương pháp này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Đã biết có một số sáng chế đề xuất đến phương pháp xử lý bề mặt thép để tăng độ bám dính hoặc có một số sáng chế khác đề cập đến việc pha trộn thành phần kết dính với một số chất khác để tăng độ dính của thép. Ví dụ như sáng chế số EP1690 701B1 đề cập đến màng bảo vệ thép dùng chủ yếu cho các phương tiện giao thông đường sắt để bám dính, chống va đập và chống ăn mòn; sáng chế số JP2003246975A và sáng chế số JP20050402130A đề cập đến một loại thép không gỉ có bọc màng cao su có bề mặt bám dính tốt và phương pháp tạo ra loại thép này; sáng chế số US4319942A đề cập đến một hỗn hợp kết dính mới được tạo từ các hợp chất hóa học phức tạp đồng thời dùng phương pháp phóng xạ ion mức độ cao nhằm để tạo độ bám dính cho cao su.

Đã biết phương pháp sản xuất một sản phẩm bằng thép bám dính với cao su và không thể tách rời cao su ra khỏi thép, trong đó không cần phải có công cụ xử lý bề mặt của thành phần thép, không cần có lớp mạ đồng thau hoặc lớp mạ kẽm. Ví dụ sáng chế số US3998992A đề cập đến mối liên kết được hình thành bằng quá trình lưu hóa cao su trực tiếp trên bề mặt thép. Trong sáng chế này, người ta sử dụng cao su chứa khoảng 5-60 phr chất độn silica trên 100 phần cao su, silica có độ tinh khiết ít nhất 95%. Cao su ở đây

có thể là hỗn hợp của cao su thiên nhiên với cao su clopren, cao su họ phenol... và chứa một số thành phần khác như kim loại Coban hoặc các hạt nano khoáng sét (nanoclay). Hạn chế của sáng chế này nằm ở chỗ làm phức tạp hóa thành phần của đơn cao su và hiệu suất không cao vì chỉ xử lý được ở bề mặt kết dính thép và cao su, chưa nâng cao được mối dính của keo với cao su.

Ngoài ra, cũng đã biết đến các giải pháp bám dính cao su với thép sử dụng một lớp kết dính.

Tóm lại, chưa có sáng chế nào đề cập đến phương pháp nâng cao độ bám dính của cao su trên cơ sở cao su thiên nhiên (NR) với bề mặt vật liệu thép sử dụng ôxít sắt từ (Fe_3O_4) nhằm tối ưu đơn pha chế của cao su và quy trình xử lý bề mặt thép bằng cách sử dụng 2 loại keo thông dụng, dung dịch phốt phát, bổ sung phụ gia ôxít sắt từ vào trong keo và trong cao su nhằm nâng cao khả năng bám dính cũng như chưa có sáng chế nào đề cập đến vật liệu cao su kết hợp với thép (vật liệu không thể tách rời) sản xuất theo phương pháp này.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất phương pháp bám dính cao su thiên nhiên với thép có độ bám dính được cải thiện được thực hiện bởi quy trình bao gồm các bước như sau:

- bước 1: tạo ra hỗn hợp cao su bao gồm cao su thiên nhiên và ôxít sắt từ;
- bước 2: xử lý bề mặt thép;
- bước 3: tạo ra hai lớp kết dính thứ nhất và thứ hai trên cơ sở keo và ôxít sắt từ trên bề mặt thép
- bước 4: ép thép sau khi được tạo hai lớp kết dính với hỗn hợp cao su và lưu hóa cao su để bám dính hỗn hợp cao su và thép.

Theo phương pháp này, lớp kết dính thứ nhất bám dính với bề mặt thép và lớp kết dính thứ hai bám dính với phía còn lại của lớp kết dính thứ nhất và lớp

kết dính thứ nhất sử dụng keo Thixon p-21 và lớp kết dính thứ hai sử dụng keo Thixon 526.

Theo sáng chế, hai lớp kết dính được tạo ra với hỗn hợp kết dính trên cơ sở keo thay vì chỉ một lớp kết dính, trong đó lớp kết dính thứ nhất có độ bám dính với thép cao, lớp kết dính thứ hai có độ bám dính với cao su cao, và hai lớp kết dính này kết dính tốt với nhau, giúp độ bám dính của thép và cao su thiên nhiên được cải thiện.

Theo sáng chế các sản phẩm cao su thiên nhiên bám dính với thép và không thể tách rời phần cao su ra khỏi thép. Trước khi bám dính phần cao su chưa được lưu hóa. Mỗi liên kết của cao su với thép được hình thành bằng chất kết dính (keo dính), nó được tạo ra ở một khoảng thời gian, nhiệt độ và lực ép nhất định (quá trình này là lưu hóa cao su với keo dính). Để mỗi liên kết này vững chắc cao thì phải xây dựng được qui trình cần xử lý bề mặt của thép bằng dung dịch photphat, bổ sung thêm phụ gia ôxit sắt từ trong đơn pha chế cao su và các chế độ công nghệ như nhiệt độ, thời gian, áp suất.... Những biến đổi về hóa học và vật lý trong quá trình lưu hóa có mặt của phụ gia trên đem lại kết quả cao cho mỗi dính.

Sáng chế cũng đề cập đến vật liệu sản xuất bởi phương pháp này.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề xuất phương pháp bám dính cao su thiên nhiên với thép gồm các bước được thực hiện cụ thể như sau:

- *Bước 1*: tạo ra hỗn hợp cao su bao gồm cao su thiên nhiên và ôxit sắt từ;
+ chuẩn bị nguyên liệu: cao su thiên nhiên Việt Nam, phòng lão 2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroquinon (TMQ hoặc RD), phòng lão N – (1,3-Dimetylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylendiamin hoặc 4020), kẽm ôxit, axit Stearic, dầu công nghệ, than đen N330, chất xúc tiến N-tert-butyl-2-benzothiazyl sulfenamide (TBBS), chất xúc tiến Tetrametyl thiuram disunfit (TMTD), lưu huỳnh, ôxit sắt từ;

+ sản xuất các sản phẩm hỗn hợp cao su bám dính với thép theo các đơn pha chế thuộc bảng 1:

Bảng 1. Đơn pha chế cao su trên cơ sở cao su thiên nhiên

STT	Tên hóa chất	Tỷ lệ theo phần khối lượng
1	Cao su thiên nhiên	100
2	Than N330	30-55
3	Kẽm ôxit	4-6
4	Dầu công nghệ	0,7-1
5	Axit stearic	1-2
6	Phòng lão 4020	1-2
7	Phòng lão RD	1-1,5
8	Chất xúc tiến N-tert-butyl-2-benzothiazyl sulfenamide (TBBS)	1,0-2
9	Chất xúc tiến tetrametyl thiuram disunfit (TMTD)	0-0,25
10	Lưu huỳnh	1,0-2,0
11	Ôxit sắt từ	1-15

Cụ thể là, trộn cao su trong máy trộn kín ở nhiệt độ 60°C, tốc độ 30 vòng/phút, qua 2 giai đoạn: giai đoạn 1 với thời gian 12 phút trộn các chất theo thứ tự: cao su thiên nhiên, phòng lão RD, phòng lão 4020, ZnO, axit Steaic, than N330, Ôxit sắt từ. Giai đoạn 2 trộn 4 phút cho các chất xúc tiến, TBBS, TMTD và S.

- *Bước 2: Xử lý bề mặt thép* trong đó quá trình bám dính cao su với thép được tiến hành theo các bước với thứ tự như sau:

- + Ngâm thép trong dung dịch H₂SO₄;
- + Rửa và xử lý bề mặt;

- *Bước 3*: tạo ra hai lớp kết dính thứ nhất và thứ hai trên cơ sở keo và ôxit sắt từ trên bề mặt thép, trong đó:

lớp kết dính thứ nhất bám dính với bề mặt thép và lớp kết dính thứ hai bám dính với phía còn lại của lớp kết dính thứ nhất;

lớp kết dính thứ nhất sử dụng keo Thixon p-21 và lớp kết dính thứ hai sử dụng keo Thixon 526.

Tỷ lệ keo và ôxit sắt từ có thể được chọn theo Bảng sau:

Bảng 2: Pha trộn keo

STT	Tên hóa chất	Tỷ lệ, pkl	STT	Tên hóa chất	Tỷ lệ, pkl
1	Keo 1	100	1	Keo 2	100
2	Ôxit sắt từ	1-15	2	Ôxit sắt từ	1-15

Bước 3 được tiến hành như sau:

pha trộn để tạo thành các hỗn hợp kết dính thứ nhất và thứ hai theo cách: keo, dung môi và ôxit sắt từ được pha trộn trong buồng trộn có cánh khuấy, vận tốc cánh khuấy 90 vòng/phút, trong điều kiện nhiệt độ 25°C với thời gian 30 phút;

quét các hỗn hợp kết dính để tạo thành lớp kết dính thứ nhất và lớp kết dính thứ hai.

- *Bước 4*: ép thép sau khi được tạo hai lớp kết dính với hỗn hợp cao su và lưu hóa cao su để bám dính hỗn hợp cao su và thép.

Theo một phương án, sau khi hoàn tất công đoạn quét keo, thép và cao su được đưa vào máy ép lưu hóa cao su để lưu hóa ở 140 °C trong thời gian 20 phút.

Yêu cầu chỉ số kỹ thuật với sản phẩm cao su đã lưu hóa được trình bày trong bảng 3.

Bảng 3. Các thông số kỹ thuật của đã cao su lưu hóa

Tên mẫu	Độ cứng shore A	Độ bền kéo đứt (MPa)	Dãn dài khi đứt (%)	Dãn dài dư (%)	Độ nảy
Cao su	50-60	24-27	550- 650	15-20	40-50

Sáng chế cũng đề cập vật liệu sản xuất bởi phương pháp này.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sản xuất các sản phẩm hỗn hợp cao su bám dính với thép theo các đơn pha chế thuộc bảng 1.

Thép được xử lý bề mặt và bám dính keo theo bước 2 ở trên. Cao su được thêm ôxít sắt từ như trong đơn pha chế. Rồi lưu hóa cao su ở 140 °C trong 20 phút.

Xác định độ bền bám dính của cao su theo tiêu chuẩn ISO 813 – 1986.

Các kết quả thể hiện trong bảng 4:

STT	Tên mẫu - Hàm lượng ô xít sắt từ, pkl	Độ bền kéo bóc, N/mm
1	NR-1	23,5
2	NR-3	23,4
3	NR-5	23,6
4	NR-7	22,8

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Nhờ việc sử dụng cao su có phụ gia ôxít sắt từ độ bám dính cao su và thép tăng đáng kể (20-25%). Khi sử dụng các phụ gia này trong keo cũng làm tăng độ bám dính của cao su với thép lên (10-15%).

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp bám dính cao su thiên nhiên với thép sử dụng ôxit sắt từ bao gồm các bước:

bước 1: tạo ra hỗn hợp cao su bao gồm cao su thiên nhiên và ôxit sắt từ;

bước 2: xử lý bề mặt thép;

bước 3: tạo ra hai lớp kết dính thứ nhất và thứ hai trên cơ sở keo và ôxit sắt từ trên bề mặt thép, trong đó:

lớp kết dính thứ nhất bám dính với bề mặt thép và lớp kết dính thứ hai bám dính với phía còn lại của lớp kết dính thứ nhất;

lớp kết dính thứ nhất sử dụng keo Thixon p-21 và lớp kết dính thứ hai sử dụng keo Thixon 526;

bước 4: ép thép sau khi được tạo hai lớp kết dính với hỗn hợp cao su và lưu hóa cao su để bám dính hỗn hợp cao su và thép.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hỗn hợp cao su ở bước 1 được tạo ra như sau:

chuẩn bị nguyên liệu bao gồm các thành phần như bảng sau:

Số thứ tự	Thành phần	Tỷ lệ theo phần khối lượng
1	Cao su thiên nhiên	100
2	Than N330	30-55
3	Kẽm ôxit	4-6
4	Dầu công nghệ	0,7-1
5	Axit stearic	1-2
6	Phòng lão 4020	1-2
7	Phòng lão RD	1-1,5
8	Chất xúc tiến N-tert-butyl-2-benzothiazyl sulfenamide	1,0-2

9	Chất xúc tiến tetrametyl thiuram disunfit	0-0,25
10	Lưu huỳnh	1,0-2,0
11	Ôxit sắt từ	1-15

phối trộn cao su trong máy trộn kín ở nhiệt độ 60°C, tốc độ 30 vòng/phút, qua hai giai đoạn:

giai đoạn 1: trộn 12 phút theo thứ tự: cao su thiên nhiên, phòng lão RD, phòng lão 4020, kẽm ôxit, axit steaic, dầu công nghệ, than N330, ôxit sắt từ.

giai đoạn 2: trộn 4 phút sau khi cho các chất xúc tiến N-tert-butyl-2-benzothiazyl sulfenamide, tetrametyl thiuram disunfit và lưu huỳnh.

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó ở bước 2, thép được xử lý bề mặt sau khi ngâm trong dung dịch H₂SO₄.
4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó bước 3 được tiến hành như sau:

pha trộn để tạo thành các hỗn hợp kết dính thứ nhất và thứ hai theo cách: keo, dung môi và ôxit sắt từ được pha trộn trong buồng trộn có cánh khuấy, vận tốc cánh khuấy 90 vòng/phút, trong điều kiện nhiệt độ 25°C với thời gian 30 phút, và tỷ lệ theo phần khối lượng của keo và ôxit sắt từ trong mỗi hỗn hợp kết dính là keo chiếm 100 phần và của ôxit sắt từ chiếm 1-15 phần;

quét các hỗn hợp kết dính để tạo thành lớp kết dính thứ nhất và lớp kết dính thứ hai.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ở bước 4, cao su được lưu hóa ở 140°C trong thời gian 20 phút.
6. Vật liệu bao gồm cao su thiên nhiên bám dính với thép được sản xuất bởi phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên.