



(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)



1-0033591

(51)^{2016.01} C08K 5/00; C08K 5/372; C08K 5/435; (13) B
C08L 9/06; C08L 23/14; C08L 47/00;
C08L 9/02; B01J 19/18; C08K 5/47

(21) 1-2017-04195

(22) 23/10/2017

(45) 25/10/2022 415

(43) 25/04/2019 373A

(73) FENG TAY ENTERPRISES CO., LTD. (TW)

No.52, Kegong 8th Rd., Douliu City, Yunlin County 640, Taiwan

(72) CHIEN-HSIN CHOU (TW).

(74) Văn phòng Luật sư Ân Nam (ANNAM IP & LAW)

(54) PHƯƠNG PHÁP TẠO RA CAO SU LƯU HÓA DẸO NHIỆT

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm cao su lưu hóa dẻo nhiệt, phương pháp tạo ra cao su lưu hóa dẻo nhiệt chứa chế phẩm này và sản phẩm chứa nó. Cao su lưu hóa dẻo nhiệt chứa polyuretan dẻo nhiệt, cao su, tác nhân lưu hóa để liên kết ngang với cao su và chất phụ gia. Trong đó, độ cứng của polyuretan dẻo nhiệt ít nhất là lớn hơn 19A so với độ cứng của cao su, và độ cứng của polyuretan dẻo nhiệt bằng hoặc lớn hơn 70A. Tỷ lệ trọng lượng của polyuretan dẻo nhiệt với cao su nằm trong khoảng từ 30:70 đến 70:30. Cao su đã được liên kết ngang được phân phối trong pha liên tục được cấu thành bởi polyuretan dẻo nhiệt.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến cao su lưu hóa dẻo nhiệt; cụ thể là đến chế phẩm cao su lưu hóa dẻo nhiệt, phương pháp tạo ra cao su lưu hóa dẻo nhiệt chứa chế phẩm này và sản phẩm chứa nó.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các yêu cầu chung đối với các đế giày dùng trong thể thao, thường bao gồm tính năng tốt về độ đàn hồi, độ cứng, độ chịu mài mòn, độ chịu va đập và độ bám. Các vật liệu thông thường dùng cho giày dùng trong thể thao bao gồm cao su, polyuretan (polyurethane-PU) và copolyme etylen/vinyl axetat (ethylene/vinyl acetate-EVA), v.v.. Trong số chúng, cao su là vật liệu phổ biến nhất để tạo ra đế ngoài của giày do cao su có độ bám, độ đàn hồi và độ giãn dài tuyệt vời. Tuy nhiên, đế ngoài làm bằng cao su có một số nhược điểm, như trọng lượng nặng và chi phí sản xuất cao. Hơn nữa, đế ngoài làm bằng cao su có độ bền ozon kém. Các phân tử ozon có trong môi trường dễ phản ứng với các liên kết đôi cacbon-cacbon của vật liệu cao su và dẫn đến phá vỡ các chuỗi cacbon của cao su. Do đó, độ đàn hồi của cao su bị yếu và xảy ra quá trình cracking các sản phẩm cao su. Tuy nhiên, thường có các lượng nhỏ ozon trong không khí, đặc biệt là trong những ngày trời mưa hoặc xung quanh máy in laser. Các phân tử ozon thường làm thoái hóa một cách từ từ các sản phẩm cao su.

Vật liệu có độ đàn hồi tương tự với cao su, polyuretan dẻo nhiệt (thermoplastic polyurethane-TPU), là vật liệu dẻo mà đã dần dần được xem xét một cách nghiêm túc vì độ bền cơ học tuyệt vời của nó, độ đàn hồi tốt, độ chịu mài mòn và chống hóa già và đã được chấp nhận để thay thế polyvinyl clorua (polyvinyl clorua-PVC) trong nhiều sản phẩm. TPU là copolyme nhiều khối gồm có các đoạn mạch cứng và mềm xen kẽ. TPU có thể được tạo ra từ diisoxyanat (bao gồm diphenylmetan diisoxyanat (diphenylmethane diisocyanate-MDI) và toluen diisoxyanat (toluene diisocyanate-TDI)), các polyol trọng lượng phân tử cao (bao gồm polyester, polyol và polycarbonat) mà cấu thành các đoạn mạch mềm trong chuỗi PU và các polyol trọng lượng phân tử nhỏ (bao gồm các diol béo và diol thơm) mà cấu thành các đoạn cứng trong chuỗi PU. Do TPU chứa cả đoạn mạch mềm và đoạn mạch cứng, độ cứng của nó có thể được điều chỉnh bằng cách làm thay đổi thành phần của nó. Do đó, TPU có thể có khoảng độ

cứng rộng. TPU có độ bền kéo, độ giãn dài, độ chịu mài mòn và độ bền xé tuyệt vời. Hơn nữa, TPU có độ chống hóa già tốt. Ngoài ra, TPU là vật liệu dẻo nhiệt và có đặc tính xử lý tốt. TPU có thể được áp dụng cho nhiều loại phương pháp xử lý, như ép đùn, cán láng, nhào trộn và phun đúc, để sản xuất các sản phẩm. Tất cả các sản phẩm TPU có thể tái chế được và đáp ứng được yêu cầu về bảo vệ môi trường. Tuy nhiên, TPU có độ bám kém và không thích hợp để tạo ra đế ngoài của giày.

Để cải thiện độ bám của TPU, quy trình trộn nóng chảy cao su và polyme dẻo nhiệt được sử dụng trong các lĩnh vực kỹ thuật thông thường. Ví dụ, TPU và monome etylen-propylen-dien (etylen-propylene-diene monomer-EPDM) được trộn với nhau để làm tăng độ bền kéo của TPU. Bên cạnh đó, bằng cách bổ sung EPDM vào trong TPU, sự tác động của nhiệt độ lên quy trình xử lý TPU có thể được giảm đến mức tối thiểu. Việc lưu hóa động là một phương pháp khác để cải thiện các đặc tính vật lý của TPU. Việc lưu hóa động bao gồm việc lưu hóa cao su trong quy trình trộn nóng chảy các polyme dẻo nhiệt và cao su. Trong quy trình lưu hóa động, các cao su liên kết ngang có thể được phân phối một cách đồng nhất trong pha liên tục của polyme dẻo nhiệt, như TPU. Cao su lưu hóa dẻo nhiệt (thermoplastic vulcanizate-TPV) có thể thu được sau quy trình lưu hóa động của TPU và cao su. Do TPV gồm có cao su và polyme dẻo nhiệt, TPV có thể có cả tính năng và đặc điểm tốt của cao su và polyme dẻo nhiệt.

Theo công bố đơn quốc tế số WO 2001010950A1, phương pháp tạo ra TPV bằng quy trình lưu hóa động TPU và cao su isopren/cao su etylen propylen (EPDM) đã được bộc lộ. Trong công bố đơn quốc tế số WO 2001010950A1, các chất phụ gia khác nhau được sử dụng để cải thiện đặc điểm của TPV. Tuy nhiên, tài liệu công bố này không bộc lộ chế phẩm tối ưu chứa TPU và cao su để tạo ra TPV.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo quan điểm nêu trên, sáng chế đề xuất chế phẩm cao su lưu hóa dẻo nhiệt và phương pháp tạo ra chế phẩm này mà có thể được chấp nhận để tạo ra cao su lưu hóa dẻo nhiệt có tính năng tốt về độ bền cơ học, độ chịu mài mòn, độ bám và độ bền ozon.

Theo một phương án của sáng chế, chế phẩm cao su lưu hóa dẻo nhiệt bao gồm polyuretan dẻo nhiệt, cao su, tác nhân liên kết ngang để liên kết ngang về mặt hóa học cao su và chất phụ gia. Trong đó, độ cứng của polyuretan dẻo nhiệt ít nhất là lớn hơn

19A so với độ cứng của cao su; độ cứng của polyuretan dẻo nhiệt bằng hoặc lớn hơn 70A; tỷ lệ trọng lượng của polyuretan dẻo nhiệt với cao su nằm trong khoảng từ 30:70 đến 70:30; và cao su đã được liên kết ngang được phân phối trong pha liên tục được cấu thành bởi polyuretan dẻo nhiệt.

Theo một phương án của sáng chế, sản phẩm cao su lưu hóa dẻo nhiệt bao gồm cao su lưu hóa dẻo nhiệt được tạo ra từ chế phẩm nêu trên.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất phương pháp tạo ra cao su lưu hóa dẻo nhiệt bao gồm các công đoạn: chọn polyuretan dẻo nhiệt; chọn cao su, trong đó độ cứng của polyuretan dẻo nhiệt là lớn hơn 19A so với độ cứng của cao su; độ cứng của polyuretan dẻo nhiệt bằng hoặc lớn hơn 70A và tỷ lệ trọng lượng của polyuretan dẻo nhiệt với cao su nằm trong khoảng từ 30:70 đến 70:30; và trộn polyuretan dẻo nhiệt và cao su trong quy trình lưu hóa động.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các phương án minh họa sáng chế và các hình vẽ sau được đề xuất nhằm mục đích minh họa sáng chế, các ưu điểm và hiệu quả này và các ưu điểm và hiệu quả khác có thể được hiểu một cách dễ dàng bởi chuyên gia trong lĩnh vực này khi đọc bản mô tả sáng chế.

Phương pháp tạo ra cao su lưu hóa dẻo nhiệt

Theo sáng chế, phương pháp tạo ra cao su lưu hóa dẻo nhiệt bao gồm bước trộn nóng chảy cao su và polyuretan dẻo nhiệt, tiếp theo lưu hóa động hỗn hợp này để tạo ra cao su liên kết ngang được phân phối trong polyuretan dẻo nhiệt. Chế phẩm cao su lưu hóa dẻo nhiệt chứa polyuretan dẻo nhiệt làm pha liên tục. Theo các phương án của sáng chế, vài loại cao su và polyuretan dẻo nhiệt mà có các trị số độ cứng khác nhau trong quy trình lưu hóa động để tạo ra cao su lưu hóa dẻo nhiệt. Các đặc tính vật lý của cao su lưu hóa dẻo nhiệt thu được từ các tổ hợp khác nhau của cao su và polyuretan dẻo nhiệt sau đó được phân tích trong quy trình sau.

Phương pháp tạo ra cao su lưu hóa dẻo nhiệt chủ yếu bao gồm hai bước. Ở bước thứ nhất, quy trình trộn cao su được thực hiện. Thứ nhất, chất phụ gia được trộn kỹ với cao su để làm gia tăng các đặc tính vật lý và cơ học của cao su. Ở bước này, thu được hỗn hợp thứ nhất. Trong đó, cao su và chất phụ gia có thể được trộn trong máy

nhào trộn như thiết bị nhào trộn hoặc trong máy trộn kiểu khép kín, như máy trộn Banbury. Trong quy trình trộn này, lực biến dạng cao của cao su tạo ra ứng suất lực biến dạng cao và nhiệt độ của hỗn hợp cao su sẽ được gia tăng một cách từ từ. Quy trình trộn bao gồm bước trộn cao su và các chất phụ gia trong ít nhất là 5 phút và thu được hỗn hợp thứ nhất trước khi nhiệt độ của hỗn hợp thứ nhất tăng đến 110°C . Tiếp theo, hỗn hợp thứ nhất được làm mát nhờ được nạp vào trong máy nghiền hai trục và được cuộn xuống giữa hai trục lăn làm tẩm cao su mỏng trong ít nhất ba lần. Tiếp theo, tác nhân lưu hóa và chất tăng tốc được bổ sung vào trong máy nghiền hai trục và trộn kỹ với hỗn hợp thứ nhất để tạo ra hỗn hợp thứ hai. Theo phương án này, quy trình trộn cao su được thực hiện bằng thiết bị nhào trộn hoặc máy trộn Banbury. Tuy nhiên, nó không chỉ giới hạn ở đó. Theo các phương án khác, máy ép đùn trục kép cũng có thể được sử dụng để thực hiện quy trình trộn cao su.

Bước thứ hai là quy trình lưu hóa động hỗn hợp cao su. Hỗn hợp thứ hai thu được từ quy trình trộn cao su được trộn với polyuretan dẻo nhiệt để tạo ra hỗn hợp thứ ba. Tiếp theo, hỗn hợp thứ ba được gia nhiệt để liên kết ngang với cao su ở nhiệt độ cao để tạo ra cao su lưu hóa dẻo nhiệt có cao su liên kết ngang cần được phân phối một cách đồng nhất trong polyuretan dẻo nhiệt. Tỷ lệ trọng lượng của polyuretan dẻo nhiệt với cao su nằm trong khoảng từ 30:70 đến 70:30. Tốt hơn là, tỷ lệ trọng lượng của polyuretan dẻo nhiệt với cao su là 60:40. Trong quy trình lưu hóa động, polyuretan dẻo nhiệt có thể được đốt nóng hoặc không được đốt nóng trước khi bổ sung vào hỗn hợp thứ hai. Tức là, polyuretan dẻo nhiệt có thể được trộn với hỗn hợp thứ hai theo cách trực tiếp cũng như được gia nhiệt đến khoảng 50°C và sau đó được trộn với hỗn hợp thứ hai. Trong đó, khi polyuretan dẻo nhiệt và hỗn hợp thứ hai được trộn trong bình phản ứng kiểu theo mẻ, như máy nhào trộn hoặc máy trộn Banbury, nhiệt độ phản ứng của quy trình lưu hóa động ít nhất là 145°C và thời gian phản ứng của nó ít nhất là 3 phút. Trong khi đó, khi polyuretan dẻo nhiệt và hỗn hợp thứ hai được trộn trong bình phản ứng kiểu liên tục, như máy ép đùn vít kép, tốt hơn là, nhiệt độ phản ứng của quy trình lưu hóa động ít nhất là 195°C và thời gian phản ứng của nó ít nhất là 15 giây.

Ở bước thứ hai, trong quy trình liên kết ngang với cao su, lưu tốc kế có thể được sử dụng để đo sự đáp lại lực xoắn của cao su lưu hóa dẻo nhiệt. Khi lực xoắn được đo bằng lưu tốc kế đạt đến trị số tối đa, phản ứng liên kết ngang của cao su được hoàn thành.

Theo phương án này, cao su bao gồm cao su tự nhiên (natural rubber-NR), cao su polybutadien (polybutadiene rubber-BR), cao su nitril butadien (nitrile butadiene rubber-NBR), cao su brom isobutylen isopren (bromo isobutylene isoprene rubber-BIIR), cao su polyisopren (polyisoprene rubber-IR), cao su styren-butadien (styrene-butadiene rubber-SBR), cao su isobutylen isopren (isobutylene isoprene rubber-IIR), cao su etylen-propylen (etylen-propylene rubber-EPR) và cao su etylen propylen dien polymetylen (ethylene propylene diene polymetylen-EPDM). Tuy nhiên, nó không chỉ giới hạn ở đó. Tốt hơn là, theo phương án này, độ cứng của cao su nằm trong khoảng từ 25A đến 75A.

Theo phương án này, các tổ hợp khác nhau của BR, NR, BIIR và các chất phụ gia được trộn với nhau để tạo ra vài loại cao su có độ cứng khác nhau. Như được thể hiện trong Bảng 1, cao su và chất phụ gia được sử dụng ở bước thứ nhất được liệt kê trong đó. Đơn vị trọng lượng "phr" của chất phụ gia được thể hiện trong bảng là các tỷ lệ phần trăm của cao su. Ví dụ, 1gam NS được bổ sung vào/một trăm gam cao su. Sau quy trình trộn cao su, thu được các cao su A, B, C, D, E và F mà có độ cứng khác nhau. Trong đó, các cao su A, B, C, D, E và F được sử dụng ở bước thứ hai của quy trình lưu hóa động. Độ cứng của các cao su A, B, C, D, E và F nằm trong khoảng từ 25A đến 85A.

Theo phương án này, các polyuretan dẻo nhiệt có độ cứng nằm trong khoảng từ 55A đến 60D là được sử dụng. Polyuretan dẻo nhiệt này bao gồm các polyuretan dẻo nhiệt được tạo thành chủ yếu từ polyeste của Hwa Pao Resins. Như được thể hiện trong bảng 2, tên nhãn hiệu của polyuretan dẻo nhiệt lần lượt là IF70A, IF80A, I45D, I60D và RD. Trong đó, "RD" là dạng thử nghiệm của polyuretan dẻo nhiệt của Hwa Pao Resins. Các polyuretan dẻo nhiệt được sử dụng theo phương án này được mua của Hwa Pao Resins. Tuy nhiên, các loại polyuretan dẻo nhiệt khác cũng có thể được sử dụng.

Bảng 1

Trọng lượng						
Tên nhãn hiệu	Cao su A	Cao su B	Cao su C	Cao su D	Cao su E	Cao su F
BR	30	50	50	70	80	100

NR	0	0	50	30	20	0
BIIR	70	50	0	0	0	0
60NS	1	1	1	1	1	1
ZnO	3	3	3	3	3	3
VN3	0	10	30	50	60	60
Silan	1	1	1	1	1	1
BHT	1	1	1	1	1	1
STAC	1	1	1	1	1	1
1956	1	1	1	1	1	1
PEG	3	3	3	3	3	3
M1943	5	5	5	5	5	5
RT1987	1	1	1	1	1	1
SU135-70	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
MBTS-75	1	1	1	1	1	1
TBZTD	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Độ cứng	25A	35A	51A	65A	74A	85A

Bảng 2

Tên nhãn hiệu	RD	IF70A	IF80A	I45D	I60D
Độ cứng của TPU	55A	70A	80A	45D	60D

Theo phương án này, các chất phụ gia bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở: (1) tác nhân tạo đồng nhất, bao gồm hỗn hợp nhựa hydrocacbon béo, như tác nhân tạo đồng nhất 60NS của Struktol (Germany), trong đó tác nhân tạo đồng nhất có thể cải thiện việc trộn đồng nhất cao su mà có cực và độ nhớt khác nhau; (2) chất xúc tác, bao gồm kẽm oxit (ZnO); (3) tác nhân gia cường, bao gồm VN3 của Evonik United Silica Ind. Ltd., trong đó tác nhân gia cường có diện tích bề mặt đặc hiệu và độ tinh khiết cao và có thể làm gia tăng độ cứng và chống mài mòn của cao su; (4) chất hoạt động bề mặt, bao gồm silan, steartrimoni clorua (STAC), polyetylen glycol (PEG), M1943 (tác

nhân làm tương hợp) của Asahi Kasei Corporation, và RT 1987 (tác nhân bổ trợ) của RheinChemie (Germany); (5) chất chống oxy hoá, bao gồm hydroxytoluen được butyl hóa (BHT), trong đó BHT có thể cải thiện sức kháng oxy hóa của cao su; và (6) tác nhân chống sương mù, bao gồm tác nhân chống sương mù 1956 của GuangzhouLongsunTechnology Co. (China).

Tác nhân lưu hoá, bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở: lưu huỳnh, oxit kim loại và nhựa phenol.

Chất tăng tốc, bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở: dibenzothiazol disulfua (MBTS), tetrabenzylthiuramdisulfua (TBZT), và lưu huỳnh SU135 của Struktol (Germany).

Phương pháp thử nghiệm để xác định đặc tính vật lý

Theo các phương án của sáng chế, các đặc tính vật lý của cao su, polyuretan dẻo nhiệt và cao su lưu hóa dẻo nhiệt được xác định dựa vào các phương pháp sau:

Độ cứng (đơn vị: Shore A):

Độ cứng được xác định theo ASTM 2240;

Độ bền kéo (đơn vị: N/mm²):

Độ bền kéo được xác định theo DIN 53504;

Độ bền xé (đơn vị: N/mm):

Độ bền xé được xác định theo DIN 53507-A;

Độ giãn dài (đơn vị: %):

Độ giãn dài được xác định theo DIN 53504;

Độ chịu mài mòn (đơn vị: mm³)

Độ chịu mài mòn được xác định theo DIN 53516/DIN 53479;

Độ bền ozon (tiêu chuẩn: đáp ứng/lỗi)

Độ bền ozon được xác định theo ASTM D 1149;

Lực bám khô/ướt (đơn vị: lb):

Theo phương pháp thử nghiệm Homemade PS1, trong đó phương pháp này bao gồm các bước sau:

Tạo ra mẫu thử nghiệm có chiều dài 60mm, chiều rộng 30mm và độ dày 6mm; tạo ra lỗ có đường kính 2mm, khoảng cách từ mép của chiều rộng 5mm và ở phần giữa

của chiều rộng của mẫu thử nghiệm; buộc sợi dây với chiều dài 80mm vào lỗ của mẫu thử nghiệm; đặt tấm thép có trọng lượng 938g (tấm thép có chiều dài 80mm, chiều rộng 50mm và độ dày 10mm) trên mẫu thử nghiệm, và kéo mẫu thử nghiệm với thang đo sức căng xách tay thông qua sợi dây để có trị số tối đa, trong đó lực bám khô được thử nghiệm trong điều kiện mà mẫu thử nghiệm được định vị trên bề mặt đá hoa khô, trong khi lực bám ướt được thử nghiệm trong điều kiện mà mẫu thử nghiệm được định vị trên bề mặt đá hoa ngập nước.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các phương án tạo ra cao su lưu hóa dẻo nhiệt đối với thử nghiệm 1 đến 12 được mô tả như sau:

Thử nghiệm 1

Cao su được tạo ra theo phương pháp tạo ra cao su như được nêu trên đây. Trong Thử nghiệm 1, cao su có độ cứng 25A (cao su A) và polyuretan dẻo nhiệt có độ cứng 55A được sử dụng. Trong đó, tỷ lệ trọng lượng của polyuretan dẻo nhiệt to cao su là 60:40.

Thứ nhất, cao su được trộn kỹ với lưu huỳnh và chất tăng tốc. Như được mô tả trên đây, phương pháp trộn bao gồm các bước sau. Các chế phẩm cao su A, nghĩa là, BR, BIIR và chất phụ gia được trộn bằng máy nhào trộn hoặc máy trộn Banbury. Tiếp theo, hỗn hợp cao su thu được trước khi nhiệt độ của hỗn hợp cao su đạt đến 110°C và được làm mát bằng máy nghiền hai trục mà qua đó được cuộn xuống giữa hai trục như tấm cao su mỏng trong ít nhất ba lần. Tiếp theo, lưu huỳnh và chất tăng tốc được bổ sung vào trong hỗn hợp cao su và được trộn kỹ với hỗn hợp cao su.

Sau đó, polyuretan dẻo nhiệt được làm mềm bằng cách gia nhiệt đến 50°C. Sau đó, polyuretan dẻo nhiệt mềm được bổ sung vào trong hỗn hợp cao su để được trộn và được phản ứng với hỗn hợp cao su. Theo các phương án khác, polyuretan dẻo nhiệt cũng có thể được bổ sung vào trong hỗn hợp cao su trực tiếp mà không cần phải gia nhiệt sơ bộ và được trộn với hỗn hợp cao su. Quy trình trộn và phản ứng có thể được diễn ra trong máy nhào trộn, máy trộn Banbury hoặc máy ép đùn vít kép. Trong đó, khi phản ứng được diễn ra với bình phản ứng dạng mẻ, như máy nhào trộn hoặc máy trộn Banbury, nhiệt độ phản ứng của quy trình lưu hóa động ít nhất là 145°C và thời

gian phản ứng của nó ít nhất là 3 phút để đạt được phản ứng hoàn thành của hỗn hợp cao su. Trong khi đó, khi phản ứng diễn ra với bình phản ứng kiểu liên tục, như máy ép đùn vít kép, tốt hơn là nhiệt độ phản ứng của quy trình lưu hóa động ít nhất là 190°C và thời gian phản ứng của nó ít nhất là 15 giây. Tiếp theo, lưu biến kế được sử dụng để đo sự đáp lại lặc xoắn của cao su lưu hóa dẻo nhiệt. Khi lực xoắn được đo bởi lưu biến kế đạt đến trị số tối đa, phản ứng liên kết ngang của cao su được hoàn thành. Sau đó, cao su lưu hóa dẻo nhiệt thu được được tạo ra là mẫu thử nghiệm.

Thử nghiệm 2 đến Thử nghiệm 12

Độ cứng của cao su và polyuretan dẻo nhiệt được sử dụng trong Thử nghiệm 2 đến Thử nghiệm 12 được liệt kê trong bảng 3. Các điều kiện phản ứng của Thử nghiệm 2 đến Thử nghiệm 12 giống như điều kiện phản ứng của Thử nghiệm 1.

Thử nghiệm so sánh

Mẫu thử nghiệm dùng cho thử nghiệm so sánh được tạo ra với cao su lưu hóa có độ cứng 65A. Các đặc tính vật lý của mẫu thử nghiệm của thử nghiệm so sánh được so với các đặc tính vật lý của Thử nghiệm 1 đến Thử nghiệm 12.

Trong các thử nghiệm của sáng chế, tỷ lệ trọng lượng của polyuretan dẻo nhiệt với cao su là 60:40. Tuy nhiên, nó không chỉ giới hạn ở đó. Theo các phương án khác, các tỷ lệ trọng lượng khác của polyuretan dẻo nhiệt với cao su có thể được sử dụng để tạo ra cao su lưu hóa dẻo nhiệt.

Theo bảng 4, các kết quả thử nghiệm của Thử nghiệm 1 đến Thử nghiệm 12 được liệt kê trong bảng này. Các kết quả thử nghiệm liên quan đến các đặc tính vật lý thu được từ mỗi mẫu thử nghiệm theo phương pháp thử nghiệm được nêu trên đây.

Như được thể hiện trong Bảng 3 và Bảng 4, các cao su lưu hóa dẻo nhiệt thu được từ Thử nghiệm 2 đến Thử nghiệm 12 có các đặc tính vật lý tốt hơn so với cao su lưu hóa dẻo nhiệt của Thử nghiệm 1 và cao su của thử nghiệm so sánh. Trong đó, khi so sánh các đặc tính vật lý của cao su lưu hóa dẻo nhiệt của Thử nghiệm 2 (độ cứng TPV là 66A), Thử nghiệm 4 (độ cứng TPV là 66A) và Thử nghiệm 7 (độ cứng TPV là 65A), đã phát hiện ra rằng thậm chí độ cứng của cao su lưu hóa dẻo nhiệt thu được từ ba thử nghiệm có liên quan chặt chẽ với nhau, tuy nhiên, các đặc tính vật lý của cao su lưu hóa dẻo nhiệt của Thử nghiệm 2 và Thử nghiệm 7 tốt hơn so với các đặc tính vật

lý của Thử nghiệm 2. Tức là, các đặc tính vật lý, như độ bền kéo, độ bền xé và độ chịu mài mòn, của cao su lưu hóa dẻo nhiệt của Thử nghiệm 4 và Thử nghiệm 7 tốt hơn so với các đặc tính của cao su lưu hóa dẻo nhiệt của Thử nghiệm 2. Sự khác nhau giữa độ cứng của polyuretan dẻo nhiệt và cao su trong Thử nghiệm 4 và Thử nghiệm 7 lần lượt là 5A và 29A, trong khi trong Thử nghiệm 2, sự khác nhau giữa độ cứng của polyuretan dẻo nhiệt và cao su là -19A. Theo phương án này, polyuretan dẻo nhiệt cấu thành pha liên tiếp của cao su lưu hóa dẻo nhiệt và cao su cấu thành pha phân phối của cao su lưu hóa dẻo nhiệt. Dựa vào kết quả thử nghiệm nêu trên, đã phát hiện ra rằng khi độ cứng của polyuretan dẻo nhiệt mà cấu thành pha liên tục lớn hơn so với độ cứng của cao su mà cấu thành pha phân phối, có thể thu được đặc tính vật lý tốt hơn.

Ngoài ra, thậm chí độ cứng của cao su lưu hóa dẻo nhiệt của Thử nghiệm 7 (65A) nhỏ hơn so với độ cứng của Thử nghiệm 2 và Thử nghiệm 4 (66A), độ bền kéo và độ bền xé của cao su lưu hóa dẻo nhiệt của Thử nghiệm 7 lớn hơn so với độ bền kéo của Thử nghiệm 2 và Thử nghiệm 4. Đã phát hiện ra rằng sự khác nhau về độ cứng lớn hơn giữa polyuretan dẻo nhiệt và cao su, có thể thu được cao su lưu hóa dẻo nhiệt có các đặc tính vật lý tốt hơn, thậm chí độ cứng đó của các sản phẩm thu được có liên quan chặt chẽ với nhau.

Trong Thử nghiệm 8 đến Thử nghiệm 11, polyuretan dẻo nhiệt có độ cứng lớn hơn 80A được sử dụng với cao su có độ cứng khác nhau để tạo ra cao su lưu hóa dẻo nhiệt. Dựa vào các kết quả của Thử nghiệm 8 đến Thử nghiệm 11, đã phát hiện ra rằng khi sự khác nhau giữa polyuretan dẻo nhiệt và cao su nằm trong khoảng từ -5A đến 15A, lực bám của cao su lưu hóa dẻo nhiệt thu được giảm. Bên cạnh đó, trong Thử nghiệm 3, polyuretan dẻo nhiệt có độ cứng là 70A và cao su có độ cứng là 51A được sử dụng để tạo ra cao su lưu hóa dẻo nhiệt.

Theo các kết quả thử nghiệm của Thử nghiệm 3, có thể phát hiện ra rằng khi sự khác nhau về độ cứng giữa polyuretan dẻo nhiệt và cao su lớn hơn 19A, cao su lưu hóa dẻo nhiệt thu được vẫn có lực bám tốt, độ bền kéo và độ bền xé. Dựa vào các kết quả trên đây, đã phát hiện ra rằng tốt hơn là sử dụng tổ hợp của polyuretan dẻo nhiệt và cao su có sự khác nhau về độ cứng mà lớn hơn 19A để thu được cao su lưu hóa dẻo nhiệt với các đặc tính vật lý tốt hơn.

Theo bảng 4, có thể phát hiện ra rằng khi độ cứng của cao su lưu hóa dẻo nhiệt nằm trong khoảng từ 50A đến 70A, lực bám khô của cao su lưu hóa dẻo nhiệt có thể lớn hơn 2lb. Do đó, để thu được lực bám khô tốt hơn, tốt hơn là tạo ra cao su lưu hóa dẻo nhiệt có độ cứng nằm trong khoảng từ 50A đến 70A. Hơn nữa, để thu được sản phẩm có lực bám khô tốt hơn, độ bền kéo và độ bền xé, tốt hơn là tạo ra polyuretan dẻo nhiệt nằm trong khoảng từ 60A đến 70A.

Cao su lưu hóa dẻo nhiệt thu được từ phương pháp của thử nghiệm theo sáng chế, độ bền kéo của nó lớn hơn $8,6\text{N/mm}^2$; cụ thể là, trong một số thử nghiệm, độ bền kéo của nó có thể lớn hơn $13,8\text{N/mm}^2$; độ bền xé của nó có thể lớn hơn $10,8\text{N/mm}$; cụ thể là, trong một số thử nghiệm, độ bền xé của nó có thể lớn hơn $13,6\text{N/mm}$; độ giãn dài của nó có thể lớn hơn 345%; cụ thể là, trong một số thử nghiệm, độ giãn dài của nó có thể lớn hơn 560%; độ chịu mài mòn của nó có thể nhỏ hơn 156mm^3 ; cụ thể là, trong một số thử nghiệm, độ chịu mài mòn của nó có thể nhỏ hơn 45mm^3 ; lực bám khô của nó có thể lớn hơn 2,85lb; cụ thể là, trong một số thử nghiệm, lực bám khô của nó có thể lớn hơn 3,18lb; lực bám ướt của nó có thể lớn hơn 0,64lb; cụ thể là, trong một số thử nghiệm, lực bám ướt của nó có thể lớn hơn 0,88lb. Hơn nữa, cao su lưu hóa dẻo nhiệt thu được từ các thử nghiệm trên đây tất cả có độ bền ozon tốt hơn và có thể vượt qua thử nghiệm ozon.

Trái lại, cao su được sử dụng trong thử nghiệm so sánh là vật liệu cao su mà được sử dụng một cách rộng rãi để sản xuất đế ngoài của giày. Theo kết quả của thử nghiệm so sánh được thể hiện trong Bảng 4, thậm chí cao su có tính năng tốt về độ bền kéo và độ giãn dài, cao su không thể vượt qua được thử nghiệm ozon.

Ngoài ra, cao su lưu hóa dẻo nhiệt có thể đúc phun và có thể được sử dụng để sản xuất nhiều sản phẩm, như đế giữa hoặc đế ngoài của giày dùng trong thể thao. Hơn nữa, các sản phẩm được tạo ra từ cao su lưu hóa dẻo nhiệt có thể được tái sinh và có thể đáp ứng được yêu cầu để bảo vệ môi trường.

Cần phải biết rằng các phương án được mô tả trên đây chỉ là một số phương án của sáng chế. Tất cả các kết cấu tương đương mà dùng các khái niệm được bộc lộ trong bản mô tả này và các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo đều nằm trong phạm vi bảo hộ của sáng chế.

Bảng 3

Thử nghiệm	Độ cứng của TPU	Độ cứng của cao su	Sự khác nhau về độ cứng giữa TPU và cao su	Độ cứng của TPV
1	55A	25A	30A	39A
2	55A	74A	-19A	66A
3	70A	51A	19A	60A
4	70A	65A	5A	66A
5	80A	25A	55A	50A
6	80A	35A	45A	56A
7	80A	51A	29A	65A
8	80A	65A	15A	72A
9	80A	74A	6A	77A
10	80A	85A	-5A	82A
11	45D	35A	>20A	66A
12	60D	85A	<20A	92A

Bảng 4

Thử nghiệm	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Thử nghiệm so sánh
Mẫu thử nghiệm	TPV												Cao su
Độ cứng (giày A)	39	66	60	66	50	56	65	72	77	82	66	92	65
Độ bền kéo(N/m ²)	7,3	11,2	10,5	12,4	8,6	9,3	13,8	15,7	16,2	13,2	14,4	16,1	16,2
Độ bền xé(N/m)	8,1	12,5	12,6	12,5	10,8	11,7	14,7	13,5	12,5	10,3	13,6	10,7	14,7
Độ giãn dài(%)	690	588	602	581	655	632	560	432	355	288	345	156	345
Độ chịu mài mòn	221	77	102	65	115	156	45	56	55	82	35	89	78

(mm ³)													
Lực bám khô(lb)	4,1 2	3,1 4	3,5 5	3,1 2	3,6 6	3,6 5	3,1 8	1,9 9	1,8 5	1,7 7	2,8 5	1,8 7	2,89
Lực bám ướt(lb)	0,9 9	0,8 4	0,8 7	0,8 2	0,9 6	0,9 3	0,8 8	0,6 9	0,6 6	0,6 4	0,6 4	0,6 2	0,82
Độ bền ozon	PA SS	PA SS	PA SS	PA SS	PA SS	PA SS	PA SS	PA SS	PA SS	PA SS	PA SS	PA SS	FAI L

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp tạo ra cao su lưu hóa dẻo nhiệt bao gồm các công đoạn:

chọn polyuretan dẻo nhiệt;

chọn cao su, trong đó độ cứng của polyuretan dẻo nhiệt là lớn hơn 19A so với độ cứng của cao su; độ cứng của polyuretan dẻo nhiệt bằng hoặc lớn hơn 70A và tỷ lệ trọng lượng của polyuretan dẻo nhiệt với cao su nằm trong khoảng từ 30:70 đến 70:30; và

trộn polyuretan dẻo nhiệt và cao su theo quy trình cao su lưu hóa động, bao gồm các bước:

tạo ra hỗn hợp thứ nhất, trong đó hỗn hợp thứ nhất này bao gồm cao su và chất phụ gia;

tạo ra hỗn hợp thứ hai, trong đó hỗn hợp thứ hai này bao gồm tác nhân lưu hoá, chất tăng tốc và hỗn hợp thứ nhất; và

tạo ra hỗn hợp thứ ba, trong đó hỗn hợp thứ ba này bao gồm polyuretan dẻo nhiệt và hỗn hợp thứ hai; bước tạo ra hỗn hợp thứ ba bao gồm việc tiến hành phản ứng trong bình phản ứng kiểu từng mẻ ở nhiệt độ lớn hơn 145°C trong ít nhất là 3 phút hoặc trong bình phản ứng kiểu liên tục ở nhiệt độ lớn hơn 190°C trong ít nhất là 15 giây.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước tạo ra hỗn hợp thứ ba bao gồm việc gia nhiệt polyuretan dẻo nhiệt đến 50°C và sau đó bổ sung polyuretan dẻo nhiệt vào hỗn hợp thứ hai sau khi gia nhiệt.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước tạo ra hỗn hợp thứ nhất, hỗn hợp thứ hai, và hỗn hợp thứ ba bao gồm việc sử dụng máy nhào trộn, máy trộn Banbury hoặc máy ép đùn vít kép.