



(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)



1-0034464

(51)^{2020.01} C01B 33/193; B60C 1/00

(13) B

(21) 1-2020-04761

(22) 21/06/2019

(86) PCT/JP2019/024671 21/06/2019

(87) WO2020/031522 13/02/2020

(30) 2018-151033 10/08/2018 JP

(45) 26/12/2022 417

(43) 25/12/2020 393

(73) TOSOH SILICA CORPORATION (JP)

2-5-10, Shiba, Minato-ku, Tokyo 1050014, Japan

(72) IMABEPPU Yuta (JP); KANEMITSU Hideo (JP).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) SILIC OXIT NGÂM NƯỚC DÙNG CHO CHẤT ĐỘN GIA CƯỜNG CAO SU

(57) Sáng chế đề cập đến silic oxit ngâm nước dùng cho chất độn gia cường cao su, có diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng từ 230 đến 350 m²/g, và đáp ứng các mục sau: a) thể tích lỗ có bán kính lỗ từ 1,9 nm đến 100 nm được đo bằng phương pháp nén thủy ngân (V_{HP-Hg}) nằm trong khoảng từ 1,40 đến 2,00 cm³/g; b) tổng thể tích lỗ trong khoảng bán kính lỗ từ 1,6 nm đến 100 nm bằng phương pháp hấp phụ/giải hấp nitơ (V_{N2}) nằm trong khoảng từ 1,60 đến 2,20 cm³/g; và c) tỷ lệ thể tích lỗ trong mục (a) và (b) V_{HP-Hg}/V_{N2} nằm trong khoảng từ 0,70 đến 0,95. Sáng chế đề xuất silic oxit ngâm nước có khả năng cải thiện hơn nữa các đặc tính gia cường của cao su, đặc biệt là khả năng chống mài mòn bằng cách cải thiện khả năng phân tán của silic oxit ngâm nước trong cao su, ngoài các đặc tính gia cường cao su thu được nhờ diện tích bề mặt riêng BET cao.

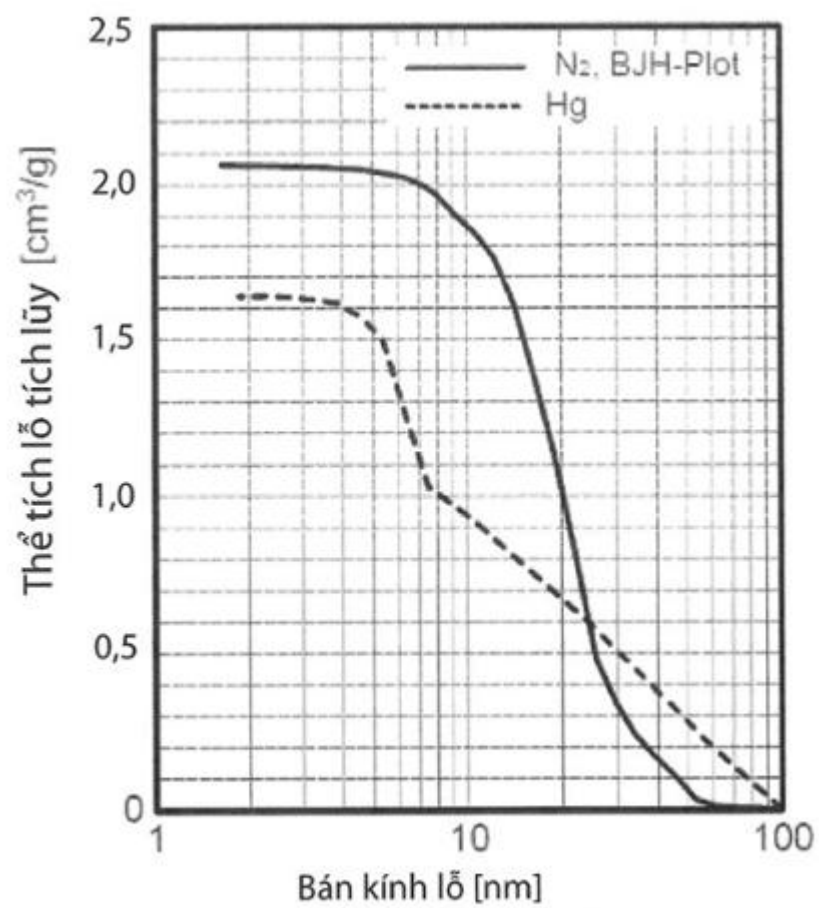


Fig. Sự phân bố cỡ lỗ của ví dụ 1
(với $r=1-100$ nm)

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến silic oxit ngâm nước dùng cho chất độn gia cường cao su. Cụ thể, sáng chế đề cập đến silic oxit ngâm nước dùng cho chất độn gia cường cao su mà có thể đạt được mức độ phân tán cao và tạo ra đặc tính gia cường cao (đặc biệt là khả năng chống mài mòn), khi được độn trong lốp xe và các sản phẩm cao su công nghiệp khác nhau.

Viện dẫn chéo đến các đơn liên quan

Đơn này hưởng quyền ưu tiên của đơn sáng chế Nhật Bản số 2018-151033 nộp ngày 10 tháng 8 năm 2018, được kết hợp vào đây bằng cách viện dẫn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Muội than từ lâu đã được sử dụng làm chất độn gia cường cho cao su. Mặt khác, trong những năm gần đây, silic oxit ngâm nước đã được sử dụng rộng rãi làm chất độn gia cường màu trắng với lý do có thể làm giảm lực cản lăn và dễ tạo màu cho cao su. Đặc biệt, trong trường hợp cao su được độn silic oxit ngâm nước được sử dụng cho gai lốp xe, lực cản lăn có thể bị giảm, và do đó, trong những năm gần đây, gai của lốp hơi chứa silic oxit ngâm nước đã thu hút sự chú ý. Ngoài ra, cần có silic oxit ngâm nước để cải thiện các đặc tính gia cường của cao su (đặc biệt là khả năng chống mài mòn), do sự quan tâm đến môi trường và nhu cầu về silic oxit ngâm nước ngày càng trở nên cao.

Silic oxit ngâm nước có nhóm silanol ($-\text{SiOH}$) trên bề mặt và kết hợp với các phân tử cao su để góp phần cải thiện đặc tính gia cường. Số lượng các nhóm silanol của silic oxit ngâm nước tăng lên khi diện tích bề mặt riêng tăng lên (các hạt sơ cấp được mô tả sau này càng nhỏ). Do đó, cho rằng silic oxit ngâm nước có diện tích bề mặt riêng cao sẽ cải thiện đặc tính gia cường của cao su.

Các yếu tố chính để cải thiện đặc tính gia cường cao su của silic oxit ngâm nước là hai trong số (1) diện tích bề mặt riêng BET cao và (2) khả năng phân tán tốt. Silic oxit ngâm nước có cấu trúc trong đó các hạt sơ cấp có kích thước khoảng 10 đến 60 nm được kết tụ lại thành kích thước hạt khoảng 2 đến 100 μm , và diện tích bề mặt riêng của BET là khoảng 50 đến 250 m^2/g . Cũng biết rằng khi diện tích bề mặt riêng BET tăng lên, các hạt sơ cấp trở nên nhỏ hơn, và các nhóm silanol trên bề mặt được kết tụ dày đặc nhờ liên kết hydro, do đó làm tăng cường độ kết tụ. Mặt khác, trong trường hợp silic oxit ngâm

nước dùng cho chất độn gia cường cao su, điều quan trọng là phải tăng diện tích bề mặt riêng, nhưng đồng thời, việc gia cường cao su được tăng lên khi khả năng phân tán được cải thiện. Từ quan điểm này, tốt hơn là sự kết tụ phải kém.

Làm kỹ thuật tập trung vào diện tích bề mặt riêng BET, đã biết đến nỗ lực cải thiện đặc tính gia cường cao su bằng cách tăng diện tích bề mặt riêng BET và bổ sung chất phụ gia (tài liệu sáng chế 1, 2).

Tài liệu sáng chế 1 mô tả quy trình điều chế silic oxit ngâm nước dùng cho cao su. Axit polycarboxylic và nhôm được bổ sung để tăng cường độ bền liên kết giữa polyme và silic oxit ngâm nước để cải thiện đặc tính gia cường. Tuy nhiên, trong phương pháp sản xuất được mô tả trong tài liệu sáng chế 1, vì các phản ứng có tính axit được sử dụng, nên silic oxit ngâm nước thu được có khả năng kết tụ mạnh và khó phân tán.

Tài liệu sáng chế 2 mô tả sáng chế liên quan đến silic oxit ngâm nước được bổ sung nhôm vào bề mặt của chúng. Silic oxit ngâm nước có diện tích bề mặt riêng cao (ở đây, diện tích bề mặt riêng CTAB là $160 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn) và sự phân bố cỡ hạt rộng nitơ xác định có xu hướng bị các phân tử cao su xâm nhập. Đã đề xuất tăng cường độ bền liên kết với các phân tử cao su bằng cách bổ sung nhôm vào bề mặt của silic oxit ngâm nước như vậy để cải thiện đặc tính gia cường.

Sự cải thiện về khả năng phân tán của silic oxit ngâm nước được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 3. Tài liệu sáng chế 3 đánh giá khả năng phân tán trên cơ sở tỷ lệ wk, và silic oxit ngâm nước có tỷ lệ wk thấp và khả năng phân tán tốt đã được đề xuất. Trong tài liệu sáng chế 3, đồng thời với việc cải thiện khả năng phân tán, Al_2O_3 được bổ sung vào silic oxit ngâm nước để tăng cường độ bền liên kết giữa polyme và silic oxit ngâm nước, do đó cải thiện đặc tính gia cường. Silic oxit ngâm nước (silic oxit kết tủa) được mô tả trong tài liệu sáng chế 3 có hàm lượng Al_2O_3 từ 2 đến 5,0% theo khối lượng và tỷ lệ wk nhỏ hơn 3,4, diện tích bề mặt CTAB từ 80 đến $139 \text{ m}^2/\text{g}$ và diện tích bề mặt riêng BET là 80 đến $180 \text{ m}^2/\text{g}$.

Tài liệu sáng chế 1: JP-A-2017-514773 (WO2015/121332)

Tài liệu sáng chế 2: JP-A-2017-2210

Tài liệu sáng chế 3: JP-A-2000-72434

Toàn bộ phần mô tả của các tài liệu sáng chế 1 đến 3 được kết hợp vào đây bằng cách viện dẫn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Ngoài việc cải thiện hơn nữa đặc tính gia cường, đặc biệt là khả năng chống mài mòn, silic oxit ngâm nước có khả năng phân tán tốt trong cao su và khả năng gia công tốt tại thời điểm thao tác trộn đã được yêu cầu nhiều hơn so với trước đây. Tuy nhiên, trong silic oxit ngâm nước được mô tả trong tài liệu sáng chế 1 hoặc 2, mặc dù diện tích bề mặt riêng được cải thiện, như nêu trên, silic oxit ngâm nước có diện tích bề mặt riêng cao có cấu trúc kết tụ mạnh do kích thước nhỏ của các hạt sơ cấp, và do đó không thể thu được độ phân tán thỏa đáng. Trong silic oxit ngâm nước được mô tả trong tài liệu sáng chế 3, khả năng phân tán có thể được cải thiện ở một mức độ nào đó, nhưng diện tích bề mặt riêng là không đủ và đặc tính gia cường là không đủ.

Ngoài ra, khi silic oxit ngâm nước có diện tích bề mặt riêng cao được tạo hạt để cải thiện hiệu suất xử lý, cấu trúc kết tụ sẽ trở nên mạnh hơn so với trong trường hợp diện tích bề mặt riêng thấp, dẫn đến khả năng phân tán bị suy giảm hơn nữa. Đặc biệt, trong quy trình của tài liệu sáng chế 1, trong đó quy trình tổng hợp được thực hiện bằng cách trung hòa trong phản ứng axit, diện tích bề mặt riêng BET có thể dễ dàng tăng lên, và đồng thời, khi silic oxit ngâm nước được độn (được trộn) vào cao su, silic oxit ngâm nước được trộn nhanh ở giai đoạn trộn ban đầu, do đó hiệu suất xử lý là rất tuyệt vời. Tuy nhiên, mặt khác, ngay cả khi kết thúc quá trình độn cao su, silic oxit ngâm nước không được phân tán trong cao su và không thể thu được sự gia cường đủ. Có thể nói rằng các nhược điểm về độ phân tán này không góp phần vào việc cải thiện đặc tính gia cường, và tốt hơn là các nhược điểm về độ phân tán này là nhỏ theo quan điểm về sự ổn định chất lượng.

Có nhu cầu phát triển silic oxit ngâm nước dùng cho chất độn gia cường cao su có diện tích bề mặt riêng BET tương đối cao như vậy (ví dụ, $230 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn), mà cải thiện khả năng phân tán trong cao su, cải thiện hơn nữa khả năng chống mài mòn và cải thiện hiệu suất xử lý.

Vấn đề cần giải quyết của sáng chế là đề xuất silic oxit ngâm nước dùng cho chất độn gia cường cao su, mà cải thiện hiệu suất xử lý khi được độn vào cao su, cải thiện khả năng phân tán trong cao su, và độ bền chống kéo đứt mong muốn và khả năng chống mài mòn làm chất gia cường cao su trong cao su được độn.

Đặc tính gia cường cao su thường thu được trong trường hợp silic oxit ngâm nước có diện tích bề mặt riêng BET tương đối cao (ví dụ, $230 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn) như được mô tả ở trên, nhưng mục đích của sáng chế là đề xuất silic oxit ngâm nước có khả năng

cải thiện hơn nữa các đặc tính gia cường của cao su, đặc biệt là khả năng chống mài mòn, bằng cách cải thiện khả năng phân tán của silic oxit ngậm nước trong cao su, ngoài các đặc tính gia cường cao su thu được nhờ diện tích bề mặt riêng BET cao.

Các phương thức giải quyết các vấn đề

Các tác giả sáng chế đã tiến hành các nghiên cứu khác nhau để phát triển silic oxit ngậm nước có diện tích bề mặt riêng BET cao (ví dụ, 230 m²/g hoặc lớn hơn), mà cải thiện hiệu suất xử lý khi được độn vào cao su và cũng cải thiện khả năng phân tán trong cao su.

Đặc biệt, các tác giả sáng chế đã phân tích cách mà silic oxit ngậm nước được phân tán trong cao su khi giai đoạn trộn trôi qua khi silic oxit ngậm nước được độn vào cao su và được trộn. Dựa trên kết quả phân tích này, đã nghiên cứu thêm loại cấu trúc hạt và cấu trúc lỗ xốp nào mà silic oxit ngậm nước có, có thể giải quyết vấn đề nêu trên.

Các kết quả cho thấy rằng silic oxit ngậm nước đáp ứng

diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng từ 230 đến 350 m²/g;

a): thể tích lỗ có bán kính lỗ từ 1,9 nm đến 100 nm được đo bằng phương pháp nén thủy ngân ($V_{\text{HP-Hg}}$) nằm trong khoảng từ 1,40 đến 2,00 cm³/g;

b): tổng thể tích lỗ trong khoảng bán kính lỗ từ 1,6 nm đến 100 nm bằng phương pháp hấp phụ/giải hấp nitơ (V_{N_2}) nằm trong khoảng từ 1,60 đến 2,20 cm³/g; và

c): tỷ lệ thể tích lỗ trong mục (a) và (b) $V_{\text{HP-Hg}}/V_{\text{N}_2}$ nằm trong khoảng từ 0,70 đến 0,95,

là silic oxit ngậm nước với hiệu suất lý tưởng làm silic oxit ngậm nước dùng cho chất độn gia cường cao su, đáp ứng đồng thời ba đặc tính độc lập gồm diện tích bề mặt riêng BET cao, khả năng phân tán và hiệu suất xử lý cao. Sáng chế đã được hoàn thành dựa trên phát hiện này.

Sáng chế là như sau.

[1]

Silic oxit ngậm nước dùng cho chất độn gia cường cao su đáp ứng diện tích bề mặt riêng BET và các mục từ a) đến c) sau đây:

diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng từ 230 đến 350 m²/g;

a): thể tích lỗ có bán kính lỗ từ 1,9 nm đến 100 nm được đo bằng phương pháp nén thủy ngân ($V_{\text{HP-Hg}}$) nằm trong khoảng từ 1,40 đến 2,00 cm³/g;

b): tổng thể tích lỗ trong khoảng bán kính lỗ từ 1,6 nm đến 100 nm bằng phương

pháp hấp phụ/giải hấp nitơ (V_{N_2}) nằm trong khoảng từ 1,60 đến 2,20 cm^3/g ; và

c): tỷ lệ thể tích lỗ trong mục (a) và (b) $V_{\text{HP-Hg}}/V_{N_2}$ nằm trong khoảng từ 0,70 đến 0,95.

[2]

Silic oxit ngâm nước theo mục [1], trong đó thể tích lỗ có bán kính lỗ nằm trong khoảng từ 100 nm đến 1.000 nm như được đo bằng phương pháp nén thủy ngân nằm trong khoảng từ 0,50 đến 1,00 cm^3/g .

[3]

Silic oxit ngâm nước theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [2], trong đó thể tích lỗ có bán kính lỗ nằm trong khoảng từ 1,6 đến 62 μm được đo bằng phương pháp nén thủy ngân nằm trong khoảng từ 0,18 đến 0,80 cm^3/g , và chênh lệch thể tích lỗ do độ trễ nằm trong khoảng từ 10 đến 400 kPa được đo bằng phương pháp nén thủy ngân là 0,07 cm^3/g hoặc lớn hơn.

[4]

Silic oxit ngâm nước theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [3], trong đó lượng còn lại khi được phân loại bằng rây có cỡ lỗ 200 μm là 70% theo khối lượng hoặc lớn hơn so với tổng số và độ cứng của viên nằm trong khoảng từ 5 đến 35 cN.

[5]

Silic oxit ngâm nước theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [4], trong đó diện tích bề mặt riêng CTAB nằm trong khoảng từ 200 đến 350 m^2/g .

[6]

Silic oxit ngâm nước theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [5], trong đó độ pH của huyền phù đặc 4% theo khối lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 8, độ dẫn điện của dịch lọc của huyền phù đặc nhỏ hơn 1.000 $\mu\text{S}/\text{cm}$, và độ ẩm nhỏ hơn 9%.

[7]

Silic oxit ngâm nước theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [6], trong đó silic oxit ngâm nước là khối được nén.

Hiệu quả đạt được bởi sáng chế

Theo sáng chế, có thể tạo ra silic oxit ngâm nước có các đặc tính gia cường cao su tuyệt vời, đặc biệt là khả năng chống mài mòn, trong đó các đặc tính gia cường cao su được bổ sung bằng cách cải thiện hiệu suất xử lý khi được độn vào cao su, làm cho diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng xác định trước, và cải thiện khả năng phân

tán của silic oxit ngậm nước vào cao su.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 thể hiện sự so sánh thể tích lỗ tích lũy của silic oxit ngậm nước thu được trong Ví dụ 1 với bán kính lỗ là 100 nm hoặc nhỏ hơn như được đo bằng phương pháp hấp phụ/giải hấp nitơ và phương pháp nén thủy ngân.

Fig. 2 là biểu đồ phân bố lỗ bao gồm thể tích lỗ tích lũy của phương pháp nén thủy ngân 1 (khoảng đo $r = 1,9$ đến 6.400 nm) thu được trong Ví dụ 1.

Fig. 3 là biểu đồ phân bố lỗ bao gồm thể tích lỗ tích lũy của phương pháp hấp phụ/giải hấp nitơ (khoảng đo $r = 1,6$ đến 100 nm) thu được trong Ví dụ 1.

Fig. 4 là biểu đồ phân bố lỗ bao gồm thể tích lỗ tích lũy của phương pháp nén thủy ngân 2 (khoảng đo $r = 1,6$ đến $62 \mu\text{m}$ [1.600 đến 62.000 nm]) thu được trong Ví dụ 1.

Mô tả chi tiết sáng chế

<Silic oxit ngậm nước>

Sáng chế là silic oxit ngậm nước dùng cho chất độn gia cường cao su có các đặc điểm sau:

diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng từ 230 đến $350 \text{ m}^2/\text{g}$;

a): thể tích lỗ có bán kính lỗ từ $1,9$ nm đến 100 nm được đo bằng phương pháp nén thủy ngân ($V_{\text{HP-Hg}}$) nằm trong khoảng từ $1,40$ đến $2,00 \text{ cm}^3/\text{g}$;

b): tổng thể tích lỗ trong khoảng bán kính lỗ từ $1,6$ nm đến 100 nm bằng phương pháp hấp phụ/giải hấp nitơ (V_{N_2}) nằm trong khoảng từ $1,60$ đến $2,20 \text{ cm}^3/\text{g}$,

c): tỷ lệ thể tích lỗ trong mục a) và b) $V_{\text{HP-Hg}}/V_{\text{N}_2}$ nằm trong khoảng từ $0,70$ đến $0,95$.

Trong silic oxit ngậm nước theo sáng chế, khi diện tích bề mặt riêng BET nhỏ hơn $230 \text{ m}^2/\text{g}$, đặc tính gia cường là không đủ như theo cách thông thường. Khi diện tích bề mặt riêng BET tăng lên, việc tạo ra silic oxit ngậm nước có xu hướng khó khăn, và việc tạo ra silic oxit ngậm nước có diện tích bề mặt riêng BET lớn hơn $350 \text{ m}^2/\text{g}$ trên thực tế là khó. Khoảng diện tích bề mặt riêng BET tốt hơn là $230 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là $240 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là $250 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn, tốt hơn là $340 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là $330 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là $325 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc nhỏ hơn.

a): Bằng phương pháp nén thủy ngân, thể tích lỗ nằm trong khoảng từ 1,9 nm đến 6.400 nm có thể được đo bằng cách tăng áp suất tối đa từ 100 kPa lên 400 MPa. Silic oxit ngâm nước theo sáng chế có thể tích lỗ 1,9 nm hoặc lớn hơn và 100nm hoặc nhỏ hơn được đo bằng phương pháp nén thủy ngân (V_{HP-Hg}) nằm trong khoảng từ 1,40 đến 2,00 cm^3/g . Phép đo sự phân bố lỗ bằng phương pháp nén thủy ngân là phương pháp trong đó sự phân bố lỗ thu được từ lượng thủy ngân có áp suất mà khó thấm ướt vào mẫu và xâm nhập vào mẫu. Sự phân bố lỗ theo phương pháp nén thủy ngân theo sáng chế là sự phân bố lỗ thu được khi tăng áp suất (đo được từ đường kính lỗ lớn hơn), trừ khi có quy định khác.

V_{HP-Hg} dưới 1,40 cm^3/g có xu hướng thiếu sự gia cường cao su, và ở mức lớn hơn 2,00 cm^3/g , có xu hướng khó sản xuất silic oxit ngâm nước trên thực tế. V_{HP-Hg} tốt hơn là 1,50 cm^3/g hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 1,60 cm^3/g hoặc lớn hơn, tốt hơn là nhỏ hơn 1,95 cm^3/g , tốt hơn nữa là 1,90 cm^3/g hoặc nhỏ hơn.

b): tổng thể tích lỗ trong khoảng bán kính lỗ từ 1,6 nm đến 100 nm bằng phương pháp hấp phụ/giải hấp nitơ (V_{N_2}) nằm trong khoảng từ 1,60 đến 2,20 cm^3/g . Phép đo sự phân bố lỗ bằng phương pháp hấp phụ/giải hấp nitơ là phương pháp trong đó các phân tử khí nitơ được hấp phụ trên bề mặt của mẫu trong khoảng chân không đến áp suất khí quyển dưới nitơ lỏng ($-196^\circ C$) và được giải hấp trong khoảng áp suất khí quyển đến chân không, và sự phân bố lỗ được đo từ đường đẳng nhiệt hấp phụ/giải hấp. Khoảng bán kính lỗ có thể đo được là 1,6 nm đến 100 nm. Sự phân bố lỗ theo phương pháp hấp phụ/giải hấp nitơ theo sáng chế là sự phân bố lỗ thu được trong quá trình phân bố giải hấp (đo được từ đường kính lỗ lớn hơn).

V_{N_2} nhỏ hơn 1,60 cm^3/g sẽ thiếu sự gia cường cao su, và V_{N_2} lớn hơn 2,20 cm^3/g sẽ có xu hướng làm cho việc sản xuất silic oxit ngâm nước trên thực tế bị khó khăn. V_{N_2} tốt hơn là 1,70 cm^3/g hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 1,80 cm^3/g hoặc lớn hơn, tốt hơn là 2,15 cm^3/g hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 2,10 cm^3/g hoặc nhỏ hơn.

Thông thường, silic oxit ngâm nước có $V_{HP-Hg} \geq V_{N_2}$ ($V_{HP-Hg}/V_{N_2} \geq 1$) được biết đến trong silic oxit ngâm nước độn gia cường cao su thông thường, đặc biệt là trong silic oxit ngâm nước độn gia cường cao su có diện tích bề mặt riêng BET lớn hơn 230 m^2/g . Tuy nhiên, silic oxit ngâm nước có $V_{HP-Hg} \geq V_{N_2}$ ($V_{HP-Hg}/V_{N_2} \geq 1$) là một khối kết tụ chặt có bán kính nhỏ hơn 100 nm khi nó được trộn với cao su, do đó nó vẫn là một khối kết tụ lớn ngay cả khi nó được phân tán trong cao su. Kết quả là, các phân tử cao su không thâm nhập vào tâm của khối kết tụ, dẫn đến sự phân tán kém, và khó thu được sự gia

cường cao su thích đáng.

Khi sự phân bố lỗ trong phương pháp hấp phụ/giải hấp nitơ và phương pháp nén thủy ngân được so sánh với nhau trong phạm vi bán kính lỗ là 100 nm hoặc nhỏ hơn (phạm vi từ vi lỗ đến lỗ lớn), khi diện tích bề mặt riêng BET của silic oxit ngâm nước là 230 m²/g hoặc lớn hơn, cường độ kết tụ của silic oxit ngâm nước thường tăng lên như được mô tả ở trên. Do đó, đặc biệt là, ngay cả khi việc đo được thực hiện bằng phương pháp nén thủy ngân, trong đó áp suất phun được thực hiện đến 400 MPa, các lỗ có bán kính là 100 nm hoặc nhỏ hơn vẫn không bị nén bởi áp suất, độ chênh lệch thể tích lỗ là bằng nhau hoặc thể tích lỗ thủy ngân được phát hiện lớn hơn so với thể tích lỗ nitơ ($V_{HP-Hg} \geq V_{N_2}$) ngay cả khi so với thể tích lỗ nitơ được đo từ áp suất chân không đến áp suất khí quyển.

Mặt khác, silic oxit ngâm nước theo sáng chế kiểm soát cấu trúc kết tụ, và do đó V_{HP-Hg} của sự phân bố lỗ có bán kính lỗ là 100nm hoặc nhỏ hơn nằm trong khoảng 1,40 đến 2,00 cm³/g, và V_{N_2} nằm trong khoảng từ 1,60 đến 2,20 cm³/g. Tuy nhiên, vì cấu trúc kết tụ trong phạm vi thể tích lỗ theo sáng chế yếu hơn so với silic oxit ngâm nước thông thường có diện tích bề mặt riêng BET là 230 m²/g hoặc lớn hơn, nên cấu trúc kết tụ rất dễ bị phá vỡ bởi áp suất được đo bằng phương pháp nén thủy ngân. Do đó, khác biệt ở chỗ c): tỷ lệ thể tích lỗ trong mục (a) và (b) V_{HP-Hg}/V_{N_2} nằm trong khoảng từ 0,70 đến 0,95. Silic oxit ngâm nước có V_{HP-Hg}/V_{N_2} nhỏ hơn 0,70 thì khó sản xuất, và silic oxit ngâm nước có V_{HP-Hg}/V_{N_2} lớn hơn 0,95 được kết tụ mạnh và khó phân tán trong cao su.

Tỷ lệ thể tích lỗ V_{HP-Hg}/V_{N_2} tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,75 đến 0,95, tốt hơn nữa là từ 0,78 đến 0,93.

Nói cách khác, đối với silic oxit ngâm nước có tỷ lệ thể tích lỗ V_{HP-Hg}/V_{N_2} nêu trên, khối kết tụ trong phạm vi từ lỗ lớn đến lỗ trung bình, khi được biểu thị với thuật ngữ lỗ lớn đến lỗ trung bình được sử dụng trong tập hợp chất xúc tác, được đánh giá là có nhiều khả năng bị phá vỡ hơn so với silic oxit ngâm nước thông thường, và do đó, cho rằng silic oxit ngâm nước dễ dàng được phân tán trong cao su và có đặc tính gia cường tuyệt vời.

Phương án được mô tả trong mục [2]

Silic oxit ngâm nước theo sáng chế tốt hơn là có thể tích lỗ V_{MP-Hg} trong khoảng từ 100 nm đến 1.000 nm (khoảng áp suất trung bình) như được đo bằng phương pháp nén thủy ngân nằm trong khoảng từ 0,50 đến 1,00 cm³/g (phương án được mô tả trong

mục [2]).

Nếu thể tích lỗ V_{MP-Hg} nhỏ hơn $0,50 \text{ cm}^3/\text{g}$, thì cấu trúc kết tụ trong khu vực này (lỗ lớn) có xu hướng quá mạnh (được hợp nhất ở các mức trong đó sự kết tụ không bị phá vỡ) hoặc cấu trúc kết tụ cực kỳ yếu, do đó các lỗ bị nén và hóa rắn bởi áp suất thủy ngân. Do đó, ngay cả khi được trộn và phân tán trong cao su, vẫn có xu hướng tồn tại mạnh mẽ dưới dạng các kết tụ silic oxit ngậm nước trong cao su, và việc cải thiện đặc tính gia cường trở nên không đủ trong một số trường hợp.

Ngược lại, silic oxit ngậm nước có thể tích lỗ V_{MP-Hg} lớn hơn $1,00 \text{ cm}^3/\text{g}$ thường có mặt ở dạng hạt mịn của silic oxit ngậm nước. Ngoài ra, tỷ trọng thể tích là thấp (nhẹ) và bụi được tạo ra ngay cả trong quá trình trộn, điều này có thể làm suy giảm môi trường làm việc, và việc thâm nhập vào cao su có thể trở nên khó khăn. Do đó, độ phân tán ở giai đoạn đầu của thời điểm trộn bị suy giảm, không thực hiện đủ việc phân tán và do đó, đặc tính gia cường có thể bị giảm xuống.

Phương án được mô tả trong mục [3]

Tốt hơn là silic oxit ngậm nước theo sáng chế có thể tích lỗ V_{LP-Hg} từ $0,18$ đến $0,80 \text{ cm}^3/\text{g}$ trong phạm vi bán kính lỗ từ $1,6$ đến $62 \mu\text{m}$ (khoảng áp suất thấp) như được đo bằng phương pháp nén thủy ngân. Hơn nữa, silic oxit ngậm nước theo sáng chế tốt hơn là có thể tích lỗ (chênh lệch thể tích lỗ do độ trễ trong khoảng từ 10 đến 400 kPa (khoảng áp suất thấp)) là $0,07 \text{ cm}^3/\text{g}$ hoặc lớn hơn khi áp suất được tăng lên 400 kPa và sau đó giảm xuống 10 kPa bằng phương pháp nén thủy ngân (phương án được mô tả trong mục [3]).

Nếu thể tích lỗ V_{LP-Hg} là $0,18 \text{ cm}^3/\text{g}$ hoặc lớn hơn, tỷ trọng áp suất trở nên quá cao và không có nguyên nhân cho sự thất bại phân tán, nếu thể tích lỗ V_{LP-Hg} là $0,80 \text{ cm}^3/\text{g}$ hoặc nhỏ hơn, nó là đủ ở một hình dạng, và hiệu suất xử lý cũng tốt. Thể tích lỗ V_{LP-Hg} tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ $0,18$ đến $0,50 \text{ cm}^3/\text{g}$.

Nếu chênh lệch về thể tích lỗ do độ trễ là $0,07 \text{ cm}^3/\text{g}$ hoặc lớn hơn, thì nó không thể hiện trạng thái trong đó nó không phân tán ở giai đoạn đầu trộn vào cao su vì cấu trúc kết tụ quá mạnh (khả năng phân tán ban đầu tốt). Chênh lệch thể tích lỗ do độ trễ tốt hơn nữa là $0,10 \text{ cm}^3/\text{g}$ hoặc lớn hơn.

Phương án được mô tả trong mục [4]

Tốt hơn là silic oxit ngậm nước theo sáng chế có hàm lượng còn lại không nhỏ

hơn 70% theo khối lượng so với tổng khối lượng khi được phân loại bằng rây có cỡ lỗ 200 μm , và có độ cứng của viên từ 5 đến 35 cN (phương án được mô tả trong mục [4]). Nếu lượng còn lại khi phân loại bằng rây có cỡ lỗ 200 μm là 70% theo khối lượng hoặc lớn hơn so với toàn bộ, thì việc tạo ra bụi có thể được ngăn chặn trong khi hiệu suất xử lý tốt. Nếu độ cứng của viên là 5 cN hoặc lớn hơn, có thể ngăn chặn sự tạo thành bụi, hiệu suất xử lý tốt và khả năng phân tán ở giai đoạn đầu tốt. Nếu độ cứng của viên là 35 cN hoặc nhỏ hơn, hiệu suất phân tán cuối cùng cũng tốt.

Phương án được mô tả trong mục [5]

Tốt hơn là silic oxit ngâm nước theo sáng chế có diện tích bề mặt riêng CTAB nằm trong khoảng từ 200 đến 350 m^2/g (phương án được mô tả trong mục [5]). Trong trường hợp silic oxit ngâm nước thỏa mãn ít nhất điều kiện của sáng chế được mô tả trong mục [1], có thể thu được sự gia cường cao khi được độn trong cao su, và ngoài ra, chắc chắn có thể thu được sự gia cường cao khi diện tích bề mặt riêng CTAB nằm trong phạm vi nêu trên. Khi diện tích bề mặt riêng CTAB lớn hơn 350 m^2/g , thực chất là có thể khó sản xuất silic oxit ngâm nước. Diện tích bề mặt riêng CTAB tốt hơn là 220 m^2/g hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 240 m^2/g hoặc lớn hơn.

Ngoài ra, trong silic oxit ngâm nước theo sáng chế, tỷ lệ BET/CTAB, là tỷ lệ của hai diện tích bề mặt riêng, diện tích bề mặt riêng BET và diện tích bề mặt riêng CTAB, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 1,2. Khi tỷ lệ BET/CTAB là 1,2 hoặc nhỏ hơn, kết tụ dày đặc sẽ không được hình thành, và khả năng phân tán trong cao su là tốt. Silic oxit ngâm nước có tỷ lệ BET/CTAB là 1,0 hoặc lớn hơn có thể được tạo ra.

Phương án được mô tả trong mục [6]

Tốt hơn là silic oxit ngâm nước theo sáng chế có độ dẫn điện của dịch lọc chứa huyền phù đặc 4% theo khối lượng nhỏ hơn 1.000 $\mu\text{S}/\text{cm}$, pH của huyền phù 4% theo khối lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 8, độ ẩm nhỏ hơn 9% theo khối lượng (phương án được mô tả trong mục [6]). Nếu độ dẫn điện nhỏ hơn 1.000 $\mu\text{S}/\text{cm}$, sự kết tụ ít có khả năng xảy ra theo thời gian, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 800 $\mu\text{S}/\text{cm}$, và tốt hơn nữa là nhỏ hơn 500 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

Độ pH nằm trong khoảng từ 5 đến 8 của huyền phù đặc 4% theo khối lượng là tương đương với độ pH của silic oxit ngâm nước thông thường. Nếu độ pH nằm trong khoảng này, có thể thu được các đặc tính lưu hóa và các đặc tính gia cường tốt.

Thích hợp, nếu silic oxit ngâm nước theo sáng chế có độ ẩm nhỏ hơn 9%, và độ ẩm nhỏ hơn 9% là xấp xỉ tương đương với độ ẩm của silic oxit ngâm nước thông thường. Nếu độ ẩm nằm trong khoảng này, có thể thu được các đặc tính lưu hóa và các đặc tính gia cường tốt. Độ dẫn điện và độ pH có thể được kiểm soát bằng bước rửa bằng nước trong quy trình sản xuất, và độ ẩm có thể được kiểm soát bằng bước sấy khô.

<Quy trình điều chế>

Silic oxit ngâm nước theo sáng chế là silic oxit ngâm nước mới có cấu trúc kết tụ khác với silic oxit ngâm nước thông thường, như được mô tả ở trên. Quy trình điều chế silic oxit ngâm nước này sẽ được giải thích bằng ví dụ (quy trình theo sáng chế sẽ được gọi là quy trình nhiều giai đoạn).

Phương pháp điều chế bằng các phản ứng nhiều giai đoạn sau đây có thể được lấy làm ví dụ, và silic oxit ngâm nước theo sáng chế có thể thu được bằng phương pháp điều chế bao gồm các bước từ i) đến vii). Tuy nhiên, bước hợp nhất vii) có thể được bỏ qua nếu quá trình tạo hạt silic oxit ngâm nước có thể được thực hiện ở một mức độ nào đó trong bước vi).

i) Nạp trước dung dịch kiềm silicat được điều chỉnh đến độ pH xác định (pH 9,5 đến 12) vào thiết bị phản ứng,

ii) Bước phản ứng trung hòa bao gồm bước thêm từng giọt dung dịch nước kiềm silicat và axit vô cơ đồng thời, và bước thêm từng giọt chỉ axit vô cơ mà không thêm dung dịch nước kiềm silicat,

iii) Bước thêm từng giọt dung dịch kiềm silicat và axit vô cơ đồng thời, với điều kiện là tốc độ dòng chảy tương ứng độc lập nằm trong khoảng từ 20 đến 80% tốc độ dòng chảy trong bước thêm từng giọt dung dịch kiềm silicat và axit vô cơ đồng thời ở bước ii),

iv) Bước trong đó chỉ thêm từng giọt axit vô cơ mà không thêm dung dịch nước kiềm silicat và phản ứng trung hòa được dừng ở độ pH < 7.

Tuy nhiên, các bước i) đến iv) được thực hiện trong khi huyền phù đặc phản ứng được khuấy và/hoặc tuần hoàn trong khi duy trì ở khoảng nhiệt độ 70 đến 90°C, và các bước ii) đến iii) được thực hiện trong khi duy trì ở khoảng pH 9,5 đến 12.

v) Lọc huyền phù đặc silic oxit ngâm nước thu được và rửa bằng nước với lượng bằng hoặc nhiều hơn bánh silic oxit ngâm nước thu được,

vi) Bước sấy khô để điều chỉnh độ ẩm của silic oxit ngâm nước,

vii) Bước thực hiện đúc hợp nhất silic oxit ngâm nước thu được.

Dung dịch nước kiềm silicat không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ, có thể sử dụng natri silicat có bán sẵn trên thị trường. Axit vô cơ không bị giới hạn cụ thể, nhưng axit sulfuric là được ưu tiên, và bất kỳ loại nào trong số axit sulfuric loãng đến axit sulfuric đặc đều có thể được sử dụng làm nồng độ.

Các bước i) đến ii) là bước chuẩn bị để tạo thành diện tích bề mặt riêng BET 230 m²/g hoặc lớn hơn và là bước chuẩn bị để tạo thành thể tích lỗ có bán kính 100 nm hoặc nhỏ hơn. Trong bước i), ví dụ, dung dịch nước kiềm silicat có bán sẵn trên thị trường được pha loãng với nước và điều chỉnh đến độ pH xác định trước. Miễn là độ pH có thể được duy trì trong khoảng pH xác định trước, nó có thể được bổ sung hoặc không được bổ sung với hợp chất khác như muối.

Thứ tự của bước thêm từng giọt dung dịch nước kiềm silicat và axit vô cơ đồng thời và chỉ thêm từng giọt axit vô cơ mà không thêm dung dịch nước kiềm silicat ở bước ii) là ngẫu nhiên. Ví dụ, bước chỉ thêm từng giọt axit vô cơ mà không thêm dung dịch nước kiềm silicat có thể được thực hiện vào thời điểm bất kỳ trong số nửa đầu, nửa giữa và nửa cuối của bước ii).

Bước iii) là bước mới được bổ sung theo sáng chế mà không có trong quy trình thông thường. Bằng cách thêm bước này, có thể kiểm soát thể tích lỗ và cấu trúc của lỗ có bán kính 100 nm hoặc lớn hơn và 1.000 nm hoặc nhỏ hơn trong khi tạo thành cấu trúc của lỗ có bán kính từ 100 nm hoặc nhỏ hơn. Bước iii) có thể được thực hiện, ví dụ, ở tốc độ dòng chảy không đổi trong khoảng từ 20% đến 80% đối với bước thêm từng giọt đồng thời trong bước ii), hoặc có thể được thực hiện bằng cách thay đổi tốc độ dòng chảy ít nhất một lần trong khoảng nêu trên ở giữa bước này. Tốc độ dòng chảy của dung dịch nước kiềm silicat và axit vô cơ tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 60% tốc độ dòng chảy của dung dịch nước kiềm silicat và axit vô cơ trong bước ii) từ quan điểm thu được silicat ngâm nước có cấu trúc mong muốn.

Khuyến nghị rằng các bước ii) và iii) được hoàn thành trong tổng số khoảng 80 đến 140 phút, tốt hơn là khoảng 100 đến 130 phút. Các bước ii) và iii) có thể được lặp lại hai hoặc nhiều lần. Tức là, ví dụ, đầu tiên bước ii) và bước iii) có thể được thực hiện, và sau đó bước iv) có thể không được thực hiện, nhưng các bước ii) và iii) có thể được thực hiện một lần nữa, và sau đó bước iv) có thể được thực hiện. Việc lặp lại các bước ii) và iii) có thể được thực hiện, ví dụ, hai lần, ba lần hoặc bốn lần. Việc lặp lại các bước ii) và iii) tạo điều kiện thuận lợi để thu được silic oxit ngâm nước có đặc tính cấu trúc

mong muốn.

Silic oxit ngâm nước theo sáng chế được duy trì trong bước phản ứng trung hòa ít nhất là pH 7, tốt hơn là pH 10,0 đến 12,0, tốt hơn nữa là pH 11,0 đến 12,0, mọi lúc cho đến khi phản ứng được dừng (bước iii) nêu trên). Hơn nữa, trong quá trình phản ứng trung hòa, thích hợp là thực hiện một hoặc cả hai quá trình khuấy và tuần hoàn huyền phù đặc. Đặc biệt, tốc độ khuấy và tốc độ tuần hoàn càng cao, thì sự kết tụ của silic oxit ngâm nước càng có thể được ngăn chặn, điều này là thuận lợi cho việc sản xuất silic oxit ngâm nước theo sáng chế.

Bước dừng phản ứng trung hòa trong bước iv) được thực hiện bằng cách ngừng thêm dung dịch nước kiềm silicat và tiếp tục thêm từng giọt chỉ axit vô cơ. Thích hợp để tiếp tục thêm từng giọt axit vô cơ chỉ khi mà độ pH của dung dịch phản ứng (huyền phù đặc) nhỏ hơn 7.

Quá trình lọc và rửa bằng nước đối với silic oxit ngâm nước ở bước v) có thể được thực hiện bằng, ví dụ, máy ép lọc hoặc loại tương tự, hoặc máy ép lọc có chức năng ép có thể được sử dụng để thực hiện việc rửa bằng nước và sau đó có thể thêm máy ép.

Bước vi) là bước sấy khô trong đó độ ẩm được kiểm soát đến một giá trị xác định trước. Phương pháp trong bước sấy khô không bị giới hạn cụ thể, và cụ thể, có thể sử dụng phương pháp sấy tĩnh, và phương pháp điều khiển bằng máy sấy có bán sẵn trên thị trường như máy sấy quay nhanh, ngoài máy sấy phun nêu trên, có thể được lấy làm ví dụ. Nếu việc tạo hạt cũng được thực hiện, ngoài việc sấy khô bằng phương pháp bất kỳ trong số các phương pháp sấy khô này, thì có thể bỏ qua việc nén chặt ở bước vii). Việc tạo hạt có thể được thực hiện bằng cách thiết lập một cách thích hợp các điều kiện theo phương pháp sấy khô.

<Sử dụng chất phụ gia>

Sau khi rửa bằng nước, có thể thêm chất phụ gia (nhôm, chất hoạt động bề mặt, chất kết nối silan, hoặc các chất tương tự) vào trước để cải thiện đặc tính gia cường cao su. Tuy nhiên, vì silic oxit ngâm nước theo sáng chế dễ dàng đạt được đặc tính gia cường cao ngay cả khi các chất phụ gia này không được thêm vào chút nào, nên tốt hơn là thêm các chất phụ gia vào thời điểm độn cao su được mô tả sau này. Khi chất phụ gia chắc chắn được thêm vào, ví dụ, phương pháp trong đó nước được thêm vào bánh silic oxit ngâm nước thu được trong bước v) để tạo huyền phù đặc lại và sau đó chất phụ gia được

thêm vào và sấy khô bằng máy sấy phun hoặc tương tự có thể được lấy làm ví dụ.

Bước vii) là bước nén chặt silic oxit ngâm nước thu được trong bước sấy khô. Bằng cách nén chặt, thể tích lỗ và cấu trúc của nó có bán kính từ 1,6 μm đến 62 μm (1.600 đến 62.000 nm) có thể được kiểm soát. Như nêu trên, mặc dù nó có thể được kiểm soát chỉ bằng bước vi) nêu trên, tốt hơn là nên nén chặt silic oxit ngâm nước đã sấy khô theo quan điểm về kiểm soát ổn định đặc tính cấu trúc. Hơn nữa, việc nén chặt được ưu tiên theo quan điểm rằng lượng còn lại khi phân loại bằng rây có cỡ lỗ là 200 μm hoặc lớn hơn có thể bằng 70% theo khối lượng hoặc lớn hơn và độ cứng của viên có thể là từ 5 đến 35 cN.

Làm phương pháp nén chặt cụ thể, có thể sử dụng máy đúc bằng phương pháp khô có bán sẵn trên thị trường, nhưng không bị giới hạn cụ thể. Có khoảng ba loại phương pháp nén chặt, cụ thể là đúc trộn, đúc cưỡng bức và sử dụng nhiệt để đúc. Theo sáng chế, đặc biệt ưu tiên sử dụng phương pháp đúc cưỡng bức.

Phương pháp đúc cưỡng bức còn bao gồm phương pháp nén chặt như trực nén, trực đóng bánh và tạo viên nén, phương pháp đúc ép đùn sử dụng vít, và các phương pháp tương tự, và theo sáng chế, đặc biệt ưu tiên sử dụng phương pháp đúc hợp nhất. Mặt khác, máy nén chặt quá mạnh như máy dập viên không được ưu tiên vì cấu trúc lỗ của silic oxit ngâm nước có thể bị nén quá mức, do đó có thể không đạt được mục đích của sáng chế.

Trong trường hợp máy đúc kiểu trực có bán sẵn trên thị trường, bột silic oxit ngâm nước được ép và nén giữa các trục ép quay trong khi được tạo áp suất bằng cách quay vít cấp liệu, và nén thành dạng tấm hoặc dạng hạt. Các trục ép có thể nhẵn, có rãnh, gợn sóng, v.v., và trục bất kỳ có thể được sử dụng theo sáng chế. Trong trường hợp bất kỳ, hình dạng trục, tốc độ, áp suất và tương tự được điều chỉnh để đạt được kích thước lỗ, kích thước hạt và độ cứng viên thích hợp như nêu trên.

Các phương pháp như tạo hạt và nén chặt thường được sử dụng trong silic oxit ngâm nước dùng cho chất độn gia cường cao su nhằm cải thiện hơn nữa sự tạo bụi và hiệu suất xử lý của silic oxit ngâm nước.

Mặc dù diện tích bề mặt riêng BET của silic oxit ngâm nước theo sáng chế là 230 m^2/g hoặc lớn hơn, thể tích lỗ là 1.000 nm hoặc nhỏ hơn (vì lỗ đến lỗ lớn) ít có khả năng thay đổi ngay cả khi silic oxit ngâm nước được tạo hạt hoặc nén chặt dưới các điều kiện nhất định để có thể duy trì sự gia cường cao su tốt. Do đó, ngay cả khi nén hoặc tạo hạt trong điều kiện ổn định vừa phải, chỉ có tác dụng cải thiện hiệu suất xử lý và ngăn ngừa

tạo ra bụi, đặc tính gia cường cao su không bị giảm xuống.

<Độn cao su>

Silicat ngậm nước theo sáng chế có thể được sử dụng làm chất độn gia cường cho các chế phẩm cao su khác nhau, và việc sử dụng chế phẩm cao su không chỉ bao gồm lốp xe mà còn các bộ phận công nghiệp như dây đai. Chế phẩm cao su có thể sử dụng (bao gồm) silicat ngậm nước theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể, và có thể là chế phẩm cao su bao gồm cao su tự nhiên (natural rubber-NR) hoặc một mình cao su tổng hợp trên cơ sở dien hoặc hỗn hợp của chúng. Ví dụ về cao su tổng hợp bao gồm cao su polyisopren tổng hợp (IR), cao su butadien (BR), cao su styren butadien (SBR), cao su acrylonitril butadien (NBR), cao su butyl (IIR) và các loại tương tự.

Silic oxit ngậm nước theo sáng chế có thể được độn với một lượng, ví dụ, từ 5 đến 100 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của cao su tự nhiên và/hoặc cao su tổng hợp trên cơ sở dien. Tuy nhiên, khoảng này không nhằm giới hạn.

<Các chất phụ gia để độn cao su>

Trong chế phẩm cao su nêu trên, các chất phụ gia khác nhau được sử dụng trong chế phẩm cao su như hợp chất nhôm, chất kết nối silan, chất hoạt động bề mặt và các chất tương tự có thể được thêm vào (ngoài việc được thêm vào silic oxit ngậm nước) theo yêu cầu tại thời điểm độn cao su.

Khi silic oxit ngậm nước theo sáng chế được sử dụng trong các chế phẩm cao su, ngoài các thành phần độn cao su (chất phụ gia) nêu trên, các thành phần độn thường được sử dụng trong ngành công nghiệp cao su như muội than, chất làm mềm (sáp, dầu), chất ức chế lão hóa, chất lưu hóa, chất tăng tốc lưu hóa, và các loại tương tự có thể được độn một cách thích hợp, nếu cần. Chế phẩm cao su có thể được điều chế bằng máy trộn thương mại như trục trộn hoặc máy trộn Banbury bằng cách sử dụng thành phần cao su, silic oxit ngậm nước, chất kết nối silan nêu trên, và muội than, chất trộn cao su nêu trên, hoặc các chất tương tự được độn, nếu cần.

Chế phẩm cao su trộn được đúc thành hình dạng mong muốn và sau đó được lưu hóa thành các sản phẩm cao su khác nhau.

Các chế phẩm cao su chứa silic oxit ngậm nước theo sáng chế có thể được ứng dụng thích hợp cho các sản phẩm cao su như lốp xe, băng tải, ống mềm, và các sản phẩm tương tự, và các sản phẩm cao su như lốp xe, băng tải, ống mềm, và các sản phẩm tương

tự sẽ là các sản phẩm tuyệt vời về các đặc tính gia cường, khả năng chống mài mòn cao, và các đặc tính tương tự. Ngoài ra, có thể thu được lớp hơi sử dụng chế phẩm cao su chứa silic oxit ngâm nước theo sáng chế bằng cách sử dụng chế phẩm cao su nêu trên cho phần gai lớp, và có thể thu được lớp hơi tuyệt vời về đặc tính gia cường và khả năng chống mài mòn cao của phần gai lớp.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được mô tả cụ thể hơn trên cơ sở các ví dụ. Tuy nhiên, các ví dụ này là minh họa cho sáng chế, và sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này.

■ Xác định các tính chất vật lý của silic oxit ngâm nước

- Diện tích bề mặt riêng BET (diện tích bề mặt riêng N_2)

Thiết bị đo diện tích bề mặt riêng hoàn toàn tự động (Model: Macsorb (R) HM model-1201; do Mountec Corporation sản xuất) được sử dụng để đo bằng phương pháp một điểm.

- Diện tích bề mặt riêng CTAB

Việc đo được dựa trên JIS K 6430 (các phương pháp thử nghiệm silic oxit các thành phần độn cao su). Tuy nhiên, diện tích mặt cắt ngang hấp phụ của các phân tử CTAB được tính là $35 \text{ \AA}^2$.

- Sự phân bố lỗ bằng phương pháp hấp phụ/giải hấp nitơ

Phương pháp Barret-Joyner-Halenda (phương pháp BJH) được sử dụng để đo tổng thể tích lỗ (V_{N_2}) từ 1,6 nm đến 100 nm, bằng cách sử dụng thiết bị đo hút khí/hơi chính xác (model: Belsorp max; do Bell, Japan sản xuất). Kết quả đo là sự phân bố lỗ và thể tích lỗ ở phía giải hấp (được đo từ thể tích lỗ lớn hơn).

- Sự phân bố lỗ bằng phương pháp nén thủy ngân 1 [bán kính lỗ 1,9 đến 1.000 nm]

Dụng cụ đo độ rộng bằng thủy ngân (model: PASCAL 440; do ThermoQuest sản xuất) được sử dụng để đo sự phân bố lỗ bằng thủy ngân và thể tích lỗ nằm trong khoảng từ 100 kPa đến áp suất tối đa 400 MPa và bán kính lỗ nằm trong khoảng từ 1,9 đến 6.400 nm. Kết quả đo là sự phân bố lỗ và thể tích lỗ được đo tại thời điểm tăng áp suất (từ thể tích lỗ lớn hơn). Các kết quả đo được phân tích bằng phần mềm đính kèm, và thể tích lỗ từ 1,9 đến 100 nm (V_{HP-Hg}), tỷ lệ giữa thể tích lỗ từ 100 đến 1.000nm trên thể tích lỗ (V_{N_2}) bằng phương pháp hấp phụ/giải hấp nitơ V_{HP-Hg} / V_{N_2} và v.v. được tính toán.

- Sự phân bố lỗ bằng phương pháp nén thủy ngân 2 [bán kính lỗ 1,6 đến 62 μm]

(1.600 đến 62.000 nm)]

Dụng cụ đo độ rỗng bằng thủy ngân (model: PASCAL 140; do ThermoQuest sản xuất) được sử dụng để đo sự phân bố lỗ bằng thủy ngân và thể tích lỗ nằm trong khoảng từ 10 kPa đến 400 kPa và bán kính lỗ nằm trong khoảng từ 1.600 đến 62.000 nm (hoặc 1,6 đến 62 μm). Thể tích lỗ (chênh lệch thể tích lỗ do độ trễ) cũng được đo khi áp suất được tăng thêm tới 400 kPa và sau đó được giảm xuống 10kPa. Silic oxit ngâm nước được đúc khoảng 1,5mm được đo.

- Đo độ pH

Dựa trên JIS K 5101-17-2 (phương pháp thử nghiệm chất màu), độ pH của huyền phù đặc được điều chỉnh đến 4% bằng nước tinh khiết được đo ở giá trị ổn định của giá trị được chỉ định bằng cách sử dụng máy đo pH điện cực thủy tinh thương mại (model: F-53; do HORIBA, LTD., Ltd. sản xuất).

- Độ dẫn điện

4g silic oxit ngâm nước (105°C, nhiệt thất thoát sau khi sấy khô trong 2 giờ là 6% hoặc nhỏ hơn) được thêm vào 50 ml nước cất, trộn kỹ, và đun sôi trong 5 phút. Sau đó, tổng thể tích được điều chỉnh thành 100ml bằng cách sử dụng nước cất, lọc ra, và dịch lọc được đo bằng máy đo độ dẫn điện (model: CM30R; do Toa DKK sản xuất).

- Độ ẩm

Sự giảm khối lượng sau khi sấy khô ở 105°C trong 2 giờ được xác định dựa trên JIS K 5101-15-1 (Phương pháp thử nghiệm chất màu).

- Độ cứng của viên

Độ cứng của viên theo tiêu chuẩn JIS K 6219-3 (muội than cho ngành công nghiệp cao su - các đặc tính của muội than dạng viên) dựa trên Phương pháp B, các rây được xếp chồng lên nhau theo thứ tự cỡ lỗ 1,4 mm và cỡ lỗ 1,7 mm, các mẫu được đặt trên rây 1,7 mm, và lắc. Sau đó, 20 hạt được tạo viên trên rây 1,4 mm được đo, và giá trị trung bình thu được là độ cứng của các hạt được tạo viên.

- Phần còn lại trên rây

Dựa trên việc rây thủ công của phương pháp thử nghiệm bằng cách rây khô JIS K 0069, rây được nghiêng 20 độ sử dụng rây 200 micron, và rây được vỗ nhẹ bằng tay với tốc độ 120 lần/phút và được tính toán từ khối lượng còn lại trên rây.

■ Phương pháp điều chế chế phẩm phối chế cao su và các phương pháp liên

quan để xác định các tính chất vật lý

• Phương pháp điều chế chế phẩm phối trộn 1

Mẫu để thử nghiệm cao su được điều chế theo quy trình trộn sau đây theo công thức phối trộn được nêu trong bảng 1. 100 phần theo khối lượng của NBR (cao su acrylonitril butadien) có bán trên thị trường được bọc quanh một trục mở 8 in_ơ, quá trình nghiền được thực hiện trong 3 phút, và sau đó chế phẩm phối trộn A được thêm lần lượt vào trong 35 phút. Sau khi mẻ chính được làm nguội ở nhiệt độ trong phòng, 30 phần theo khối lượng của silic oxit ngâm nước của chế phẩm phối trộn B được trộn vừa đủ một lần nữa bằng trục mở 8 in_ơ để thu được chế phẩm cao su không lưu hóa.

• Xác định nồng độ bụi

Khi silic oxit ngâm nước được trộn vào mẻ chính, máy đo bụi kỹ thuật số (loại: LD-5D; do Shibata Scientific Co. sản xuất) được lắp đặt ở vị trí 30 cm ngay trên trục mở 8 in_ơ, và bụi được đo khi 30 phần khối lượng của silic oxit ngâm nước được đưa vào mẻ chính. Hệ số chuyển đổi nồng độ khối lượng (giá trị K, nồng độ bụi = giá trị K × CPM) được tính toán từ nồng độ bụi tương đối (CPM) được đo bằng máy đo bụi kỹ thuật số và được chuyển đổi thành nồng độ bụi (g/m³).

Bảng 1

Chế phẩm phối trộn		Lượng để độn	Lưu ý
Polyme	NBR	100	Cao su acrylonitril butadien (Nipol 1042, do Zeon Corporation sản xuất)
Chế phẩm phối trộn A	Axit stearic	1,5	(Tsubaki, do NOF Corporation sản xuất)
	Kẽm oxit	5,0	Kẽm oxit (nhóm 2, do Sakai Chemical Industry Co. sản xuất)
	Chất tăng tốc cao su 1	1,5	N-xyclohexyl-2- benzothiazolylsulfenamid (SANCELER CZ, do Ouchi Shinko Chemical Industrial Co., Ltd. sản xuất)
	Chất tăng	1,5	Tetrametylthiuram disulfua

	tốc cao su 2		(NOCCELER TT-P, do Ouchi Shinko Chemical Industrial Co., Ltd. sản xuất)
	Lưu huỳnh	0,7	bột lưu huỳnh cỡ 200 mesh (Tsurumi Chemical Co., Ltd.)
	Chất ức chế lão hóa	1,5	N-phenyl-N'-isopropyl-p-phenylendiamin (NOCRAC 810-NA, do Ouchi Shinko Chemical Industrial Co., Ltd. sản xuất)
Chế phẩm phối trộn B	Silic oxit ngâm nước	30	

※ Các đơn vị trong bảng là phr (phần theo khối lượng dựa trên 100 phần theo khối lượng của polyme).

● Phương pháp điều chế chế phẩm phối trộn 2

Mẫu để thử nghiệm cao su được điều chế theo quy trình trộn sau đây theo công thức phối trộn được nêu trong bảng 2.

(i) Máy trộn Banbury 1,7L (do Kobe Steel sản xuất) 700g polyme được nghiền trong 30 giây, và chế phẩm phối trộn A trong bảng 2 được thêm vào. Nhiệt độ hợp chất tại thời điểm lấy ra được điều chỉnh bằng áp suất động và tốc độ quay sao cho nhiệt độ là 140 đến 150°C, và được lấy ra sau khi trộn trong 5 phút.

(ii) Sau khi hợp chất được làm nguội ở nhiệt độ trong phòng, chế phẩm phối trộn B của bảng 2 được thêm vào máy trộn Banbury 1,7L và trộn trong 50 giây (nhiệt độ tại thời điểm lấy ra được đặt thành 100°C hoặc thấp hơn), và quá trình tạo lớp được thực hiện trong trục mở 8 inso để thu được chế phẩm cao su không lưu hóa.

Bảng 2

Chế phẩm phối trộn		Lượng để độn	Lưu ý
Polyme	SBR	80	Cao su styren-butadien (SL-552, do JSR Corporation sản xuất)
	IR	20	Cao su isopren (IR2200, do JSR Corporation sản xuất)

Chế phẩm phối trộn A	Silic oxit ngậm nước	45	
	Axit stearic	2,0	(Tsubaki, do NOF Corporation sản xuất)
	Chất kết nối silan	Có thể thay đổi	Bis(trietoxysilylpropyl) tetrasulfua (KBE-846, do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất)
Chế phẩm phối trộn B	Kẽm oxit	3,0	Kẽm oxit (nhóm 2, do Sakai Chemical Industry Co. sản xuất)
	Chất ức chế lão hóa	1,0	N-phenyl-N'-isopropyl-p- phenylendiamin (NOCRAC 810-NA, do Ouchi Shinko Chemical Industrial Co., Ltd. sản xuất)
	Chất tăng tốc cao su 1	1,2	1,3-diphenylguanidin (SANCELER D, do Ouchi Shinko Chemical Industrial Co., Ltd. sản xuất)
	Chất tăng tốc cao su 2	1,5	N-xyclohexyl-2- benzothiazolylsulfenamid (NOCCELER CZ, do Ouchi Shinko Chemical Industrial Co., Ltd. sản xuất)
	Lưu huỳnh	1,5	Bột lưu huỳnh cỡ 200 mesh (do Tsurumi Chemical Co., Ltd. sản xuất)

※ Các đơn vị trong bảng là phr (phần theo khối lượng dựa trên 100 phần theo khối lượng của polyme).

※ Lượng chất kết nối silan được trộn (có thể thay đổi) = diện tích bề mặt riêng $CTAB \times 0,029 - 0,185$

● Các phương pháp điều chế chế phẩm phối trộn 1 và 2

Mặc dù phương pháp điều chế chế phẩm phối trộn 1 và 2 nói chung không thể so sánh được, nhưng độ bền cơ học (sự góp phần của chế phẩm phối chế) tại thời điểm độn là yếu hơn trong phương pháp điều chế chế phẩm phối trộn 1 và sự khác biệt là dễ phân biệt hơn. Phương pháp điều chế chế phẩm phối trộn 1 tương đối gần với chế phẩm phối trộn được sử dụng trong cao su công nghiệp và các loại tương tự, và phương pháp điều

chế chế phẩm phối trộn 2 gần với chế phẩm phối trộn được sử dụng trong phần gai của lốp xe. Vì các tính chất vật lý của cao su khác nhau tùy thuộc vào chế phẩm phối trộn, nên sáng chế đã tiến hành các thử nghiệm độn tương ứng để xác nhận sự thay đổi về tính chất vật lý do sự khác biệt về loại chế phẩm phối trộn.

- Sự lưu hóa

Chế phẩm cao su chưa lưu hóa được đặt trong khuôn đúc mẫu thử và được lưu hóa trong máy ép lưu hóa hơi (do Suetsugu Iron Works sản xuất) ở nhiệt độ 150°C dưới áp suất 4,0 đến 18 MPa trong 10 đến 20 phút để thu được các mẫu thử.

Khuôn mẫu thử được sử dụng để lưu hóa là như sau.

- Khuôn đo độ bền kéo (model: MP-124NJKAC; do Dumbell sản xuất)
- Khuôn đo khả năng phân tán (model: MPA-609AK; do Dumbell sản xuất)
- Khuôn thử nghiệm sự mài mòn (model: MPL-309LAKC; do Dumbell sản xuất)

- Đánh giá khả năng phân tán

Dựa trên ISO 11345, mặt cắt ngang của mẫu thử sau khi lưu hóa được đo bằng Dispergrader 1000 (do OPTIGRADE Co. sản xuất). Mức độ phân tán được đánh giá là giá trị X. Giá trị này càng lớn thì độ phân tán càng tốt, và việc đánh giá được thực hiện theo bốn giai đoạn A, B, C và D. Trong phương pháp điều chế chế phẩm phối trộn 1, các giá trị $X > 8,5$ được xác định là A, 8,0 đến 8,5 là B, 7,5 đến 8,0 là C, và nhỏ hơn 7,5 là D. Trong phương pháp điều chế chế phẩm phối trộn 2, các giá trị $X > 8,0$ được xác định là A, 7,5 đến 8,0 là B, 7,0 đến 7,5 là C, và nhỏ hơn 7,0 là D. Trong cả hai trường hợp, B hoặc cao hơn được coi là chấp nhận được.

- Độ bền kéo

JIS K 6252-1 (cao su được lưu hóa và cao su dẻo nhiệt-cách xác định độ bền kéo-) dựa trên phương pháp thử B, tấm cao su được lưu hóa, được đục lỗ thành kiểu góc (mà không có khía) bằng máy cắt, máy thử độ bền kéo loại thương mại (do Shimadzu Corporation sản xuất) kéo cho đến khi mẫu thử bị đứt, nó được xác định là độ bền kéo. Kết quả đo thu được bằng chỉ số trong trường hợp ví dụ tham chiếu 1 là 100 (tham chiếu). Chỉ số càng cao thì độ bền kéo càng cao, được đánh giá theo 4 giai đoạn A, B, C và D. Trong phương pháp điều chế chế phẩm phối trộn 1, khi độ bền kéo được cải thiện

15% hoặc lớn hơn so với tiêu chuẩn (chỉ số 115 hoặc lớn hơn), độ bền kéo là A, khi độ bền kéo được cải thiện 5 đến 10% (chỉ số 105 đến 110) là B, khi độ bền kéo tương đương với tiêu chuẩn (chỉ số 95 đến 105) là C, và khi độ bền kéo bị kém đi so với tiêu chuẩn (chỉ số nhỏ hơn 95) là D. Trong phương pháp điều chế chế phẩm phối trộn 2, độ bền kéo tăng 10% hoặc lớn hơn so với tiêu chuẩn (chỉ số 110 hoặc lớn hơn) được xác định là A, mà tăng 5 đến 10% (chỉ số 105 đến 110) được xác định là B, so với tiêu chuẩn (chỉ số 95 đến 105) được xác định là C, và bị kém đi so với tiêu chuẩn (chỉ số 95 hoặc nhỏ hơn) được xác định là D. Trong cả hai trường hợp, B hoặc cao hơn được coi là chấp nhận được.

- Thử nghiệm khả năng chống mài mòn

Dựa trên tiêu chuẩn JIS K 6264-2 (cao su được lưu hóa và cao su dẻo nhiệt-cách xác định khả năng chống mài mòn-), các kết quả được đo bằng máy thử mài mòn kiểu Akron. Mẫu thử có đường kính $\phi 63,5\text{mm}$, độ dày 12,7mm và lỗ tâm 12,7mm được thiết lập, sau khi vận hành chạy 1.000 vòng ở góc nghiêng 15° , tải trọng 27N, và tốc độ quay 75 vòng/phút của mẫu thử, thử nghiệm 1.000 vòng quay trong cùng điều kiện được tiến hành và sau đó đo độ giảm thể tích do mài mòn. Kết quả đo thu được bằng chỉ số trong trường hợp ví dụ tham chiếu 1 là 100 (tham chiếu). Chỉ số càng cao thì khả năng chống mài mòn càng cao, và việc đánh giá được thực hiện theo 4 giai đoạn A, B, C và D. Trong phương pháp điều chế chế phẩm phối trộn 1, khi khả năng chống mài mòn được cải thiện 20% hoặc lớn hơn so với tiêu chuẩn (chỉ số 120 hoặc lớn hơn), khả năng chống mài mòn là A, khi khả năng chống mài mòn được cải thiện 10 đến 20% (chỉ số 110 đến 120), khả năng chống mài mòn là B, khi khả năng chống mài mòn tương đương với tiêu chuẩn (chỉ số 90 đến 110), khả năng chống mài mòn là C và khi khả năng chống mài mòn bị kém đi so với tiêu chuẩn (chỉ số 90 hoặc nhỏ hơn) khả năng chống mài mòn là D. Trong phương pháp điều chế chế phẩm phối trộn 2, trường hợp mà khả năng chống mài mòn được cải thiện 30% hoặc lớn hơn so với tiêu chuẩn (chỉ số 130 hoặc lớn hơn) được xác định là A, trường hợp mà khả năng chống mài mòn được cải thiện 10 đến 30% (chỉ số 110 đến 130) được xác định là B, trường hợp mà khả năng chống mài mòn tương đương với tiêu chuẩn (chỉ số 90 đến 110) được xác định là C, và trường hợp mà khả năng chống mài mòn bị kém đi so với tiêu chuẩn (chỉ số 90 hoặc nhỏ hơn) được xác định là D. Trong cả hai trường hợp, B hoặc cao hơn được coi là chấp nhận được.

[Ví dụ 1]

Silic oxit ngâm nước được tạo ra và được đánh giá thông qua các bước i) đến vii) sau. Các bước i) đến iv) dưới đây được thực hiện trong dụng cụ chứa bằng thép không gỉ 240 lít được trang bị máy khuấy và bơm tuần hoàn trong khi duy trì nhiệt độ ở 76°C trong khi liên tục khuấy và tuần hoàn. Làm dung dịch nước natri silicat được mô tả dưới đây, sử dụng natri silicat số 3 có nồng độ SiO_2 là 12,8% khối lượng, nồng độ Na_2O là 4,0% khối lượng, và tỷ lệ mol $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ là 3,2, và axit sulfuric đậm đặc 95% khối lượng được sử dụng làm axit sulfuric.

i) Dung dịch nước natri silicat được thêm vào 80 lít nước ấm cho đến khi độ pH đạt 11,5.

ii-1) 1,06 lít axit sulfuric được thêm từng giọt vào đồng thời trong 35 phút với dung dịch nước natri silicat có tốc độ dòng chảy được điều chỉnh để duy trì độ pH 11,5.

ii-2) Sau đó, việc thêm dung dịch nước natri silicat được dừng và chỉ axit sulfuric được thêm từng giọt vào cho đến khi độ pH đạt 11,0.

ii-3) Dung dịch nước natri silicat và axit sulfuric được thêm vào từng giọt đồng thời trong 15 phút với cùng tốc độ dòng chảy như trong bước ii-1) trong khi duy trì độ pH ở 11,0.

iii) Tốc độ dòng chảy của dung dịch nước natri silicat và axit sulfuric được điều chỉnh để tốc độ dòng chảy của dung dịch nước natri silicat và axit sulfuric là 43% đối với các bước ii-1) và ii-3), và được thêm đồng thời từng giọt trong vòng 60 phút trong khi duy trì độ pH 11,0.

iv) Việc thêm từng giọt dung dịch nước natri silicat được dừng lại, và chỉ có axit sulfuric được thêm từng giọt vào để làm giảm độ pH, và khi độ pH đạt đến 3,0, việc thêm từng giọt axit sulfuric cũng được dừng lại để chấm dứt hoàn toàn phản ứng trung hòa, và thu được huyền phù đặc silic oxit ngâm nước.

v) Huyền phù đặc silic oxit ngâm nước thu được được lọc bằng máy ép lọc và rửa bằng nước để thu được bánh silic oxit ngâm nước.

vi) Bánh silic oxit ngâm nước được tạo huyền phù đặc bằng cách thêm nước để có hàm lượng SiO_2 là 120 g/lít, và sau đó được sấy khô bằng máy sấy phun (loại: loại AN-40R: do Ashizawa Niloatomizer chế tạo) sao cho độ ẩm nhỏ hơn 9%.

vii) Bột khô thu được được trộn và nén chặt bằng máy nén trục lăn (máy nén trục lăn, model: model FR125 $\times$ 40 do Turbo Industry Co., Ltd. sản xuất) và bộ cấp liệu trục vít đi kèm để thu được sự nén chặt axit silixic ngâm nước. Lưu ý rằng các điều kiện để

trộn và nén chặt là tốc độ cấp liệu 11,3 kg/giờ, khoảng cách trục 1,05 mm, áp suất nén 0,3 tấn/cm, và tốc độ trục 8 vòng/phút.

[Ví dụ 2]

Silic oxit ngâm nước được tạo ra và được đánh giá thông qua các bước i) đến vii) sau. Thiết bị, dung dịch nước natri silicat, axit sulfuric, và nhiệt độ đến bước i) được thực hiện trong các điều kiện tương tự như trong ví dụ 1.

i) Dung dịch nước natri silicat được thêm vào 80 lít nước ấm cho đến khi độ pH đạt 11,5.

ii-1) Sau đó, một mình axit sulfuric được thêm từng giọt vào để làm giảm độ pH xuống 11,0.

ii-2) 0,76 lít axit sulfuric được thêm từng giọt vào đồng thời trong 25 phút với dung dịch nước natri silicat có tốc độ dòng chảy được điều chỉnh để duy trì độ pH 11,0.

iii-1) Đối với bước ii-2), tốc độ dòng chảy được điều chỉnh để tốc độ dòng chảy của dung dịch nước natri silicat và tốc độ dòng chảy của axit sulfuric trở thành 43%, và đồng thời thêm từng giọt trong 25 phút trong khi duy trì độ pH 11,0.

ii-3) Dung dịch nước natri silicat và axit sulfuric được thêm vào từng giọt đồng thời trong 20 phút với cùng tốc độ dòng chảy như trong bước ii-2) trong khi duy trì độ pH ở 11,0.

iii-2) Tiếp theo, trong khi duy trì độ pH ở 11,0, dung dịch nước natri silicat và axit sulfuric được thêm vào từng giọt đồng thời trong 40 phút với cùng tốc độ dòng chảy như trong bước iii-1).

Sau đó, các bước từ iv) đến vi) được thực hiện trong các điều kiện tương tự như trong ví dụ 1.

vii) Ngoại trừ việc lượng nguyên liệu bột khô thu được trong bước vi) được tăng lên 11,5kg/giờ, silic oxit ngâm nước được nén chặt thu được bằng cách nén trong các điều kiện tương tự như trong ví dụ 1.

[Ví dụ 3]

Silic oxit ngâm nước được tạo ra và được đánh giá thông qua các bước i) đến vii) sau. Thiết bị, dung dịch nước natri silicat, axit sulfuric, và các bước đến bước i) được thực hiện trong các điều kiện tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ việc nhiệt độ được đặt ở 81°C.

i) Dung dịch nước natri silicat được thêm vào 80 lít nước ấm cho đến khi độ pH đạt 11,5.

ii-1) 0,61 lít axit sulfuric được thêm từng giọt vào đồng thời trong 20 phút với dung dịch nước natri silicat có tốc độ dòng chảy được điều chỉnh để duy trì độ pH 11,5,

ii-2) Sau đó, việc thêm dung dịch nước natri silicat được dừng và chỉ axit sulfuric được thêm từng giọt vào cho đến khi độ pH đạt 11,0.

ii-3) Dung dịch nước natri silicat và axit sulfuric được thêm vào từng giọt đồng thời trong 30 phút với cùng tốc độ dòng chảy như trong bước ii-1) trong khi duy trì độ pH ở 11,0.

iii) Tốc độ dòng chảy của dung dịch nước natri silicat và axit sulfuric được điều chỉnh để tốc độ dòng chảy của dung dịch nước natri silicat và axit sulfuric là 43% đối với các bước ii-1) và ii-3), và được thêm đồng thời từng giọt trong vòng 60 phút trong khi duy trì độ pH 11. 0.

Sau đó, các bước từ iv) đến vi) được thực hiện trong các điều kiện tương tự như trong ví dụ 1.

vii) Ngoại trừ việc lượng nguyên liệu bột khô thu được trong bước vi) được tăng lên 13,2kg/giờ, silic oxit ngâm nước được nén chặt thu được bằng cách nén trong các điều kiện tương tự như trong ví dụ 1.

[Ví dụ 4]

Silic oxit ngâm nước được tạo ra và được đánh giá thông qua các bước i) đến vii) sau. Thiết bị, dung dịch nước natri silicat, và axit sulfuric được thực hiện trong các điều kiện tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ việc nhiệt độ được đặt ở 85°C.

i) Dung dịch nước natri silicat được thêm vào 80 lít nước ấm cho đến khi độ pH đạt 11,7.

ii-1) Sau đó, một mình axit sulfuric được thêm từng giọt vào để làm giảm độ pH xuống 11,0.

ii-2) 1,52 lít axit sulfuric được thêm từng giọt vào đồng thời trong 50 phút với dung dịch nước natri silicat có tốc độ dòng chảy được điều chỉnh để duy trì độ pH 11,0.

iii) Tốc độ dòng chảy được điều chỉnh để tốc độ dòng chảy của dung dịch nước natri silicat và tốc độ dòng chảy của axit sulfuric trở thành 43% đối với bước ii-2), và đồng thời thêm từng giọt trong 60 phút trong khi duy trì độ pH 11,0.

Sau đó, các bước từ iv) đến vi) được thực hiện trong các điều kiện tương tự như

trong ví dụ 1.

vii) Ngoại trừ việc lượng nguyên liệu bột khô thu được trong bước vi) được tăng lên 11,6kg/giờ, silic oxit ngâm nước được nén chặt thu được bằng cách nén trong các điều kiện tương tự như trong ví dụ 1.

[Ví dụ 5]

Silic oxit ngâm nước được tạo ra và được đánh giá thông qua các bước i) đến vii) sau. Ngoại trừ việc nhiệt độ được đặt ở 87°C, thiết bị, dung dịch nước natri silicat, và axit sulfuric được thực hiện trong các điều kiện tương tự như trong ví dụ 1.

i) Dung dịch nước natri silicat được thêm vào 80 lít nước ấm cho đến khi độ pH đạt 11,6.

ii-1) 1,06 lít axit sulfuric được thêm từng giọt vào đồng thời trong 35 phút với dung dịch nước natri silicat có tốc độ dòng chảy được điều chỉnh để duy trì độ pH 11,5.

ii-2) Sau đó, việc thêm dung dịch nước natri silicat được dừng và chỉ axit sulfuric được thêm từng giọt vào cho đến khi độ pH đạt 11,0.

ii-3) Dung dịch nước natri silicat và axit sulfuric được thêm vào từng giọt đồng thời trong 15 phút với cùng tốc độ dòng chảy như trong bước ii-1) trong khi duy trì độ pH ở 11,0.

iii) Tốc độ dòng chảy của dung dịch nước natri silicat và axit sulfuric được điều chỉnh để tốc độ dòng chảy của dung dịch nước natri silicat và axit sulfuric là 43% đối với các bước ii-1) và ii-3), và được thêm đồng thời từng giọt trong vòng 60 phút trong khi duy trì độ pH 11,0.

Sau đó, các bước từ iv) đến vi) được thực hiện trong các điều kiện tương tự như trong ví dụ 1.

vii) Ngoại trừ việc lượng nguyên liệu bột khô thu được trong bước vi) được tăng lên 11,7kg/giờ, silic oxit ngâm nước được nén chặt thu được bằng cách nén trong các điều kiện tương tự như trong ví dụ 1.

[Ví dụ tham chiếu 1]

Nipsil KQ (do Tosoh-Silica sản xuất) được sử dụng làm ví dụ về silic oxit ngâm nước, có diện tích bề mặt riêng BET là 220 m²/g hoặc lớn hơn và có bán sẵn trên thị trường dưới dạng silic oxit ngâm nước dùng cho chất độn gia cường cao su. Các tính chất vật lý của hợp chất cao su, như độ bền chống mài mòn và độ bền kéo, được đánh

giá bằng một chỉ số sử dụng các tính chất vật lý của Nipsil KQ làm tham chiếu (100).

[Ví dụ so sánh 1]

Bánh silic oxit được sản xuất theo công thức phối trộn tương tự như phương pháp được mô tả trong ví dụ 5 của JP-A-2017-514773 (tài liệu sáng chế 1), để thu được silic oxit ngâm nước ở dạng hạt gần như hình cầu có diện tích bề mặt riêng BET là 250 m²/g.

Thiết bị tương tự (thiết bị phản ứng) như trong ví dụ 1 được sử dụng để sản xuất, và việc trung hòa silic oxit ngâm nước được điều chế với lượng bằng 1/11 của lượng trong ví dụ 5 trong JP-A-2017-514773, và sau khi bánh silic oxit thu được bằng cách lọc bằng máy ép lọc, dung dịch được sấy khô sao cho độ ẩm nhỏ hơn 9% theo quy trình trong bước vi) của ví dụ 1, ngoại trừ một lượng xác định trước của dung dịch natri aluminat và dung dịch trung hòa được thêm vào. Tuy nhiên, thao tác trong bước vii) của ví dụ 1 không được thực hiện theo phương pháp trong tài liệu của giải pháp kỹ thuật đã biết.

[Ví dụ so sánh 2]

Sử dụng cùng một bình phản ứng như trong ví dụ 1 với công thức phối trộn tương tự như trong ví dụ 1 của JP-A-H10-194722, để thu được silic oxit ngâm nước bằng phương pháp sấy khô kiểu hộp. Quá trình sản xuất được thực hiện với lượng gấp 1,2 lần so với lượng trong ví dụ 1 của JP-A-H10-194722.

[Ví dụ so sánh 3]

Sử dụng cùng một bình phản ứng như trong ví dụ 1, silic oxit ngâm nước được sản xuất theo công thức phối trộn tương tự như trong ví dụ 2 của JP-A-2012-17440, sau đó nén silic oxit ngâm nước trong các điều kiện tương tự như trong bước vii) của ví dụ 4 để thu được silic oxit ngâm nước được nén chặt. Quá trình sản xuất được thực hiện với lượng gấp 1,3 lần so với lượng trong ví dụ sản xuất 2 của JP-A-2012-17440.

Trong các phương pháp sản xuất của ví dụ so sánh 1 đến 3, không có bước nào tương ứng với bước iii) của ví dụ 1 đến 5. Hơn nữa, trong các phương pháp sản xuất của ví dụ so sánh 1 và 2, không có bước nào tương ứng với bước vii) của ví dụ 1 đến 5.

■ Mô tả các kết quả <lỗ>

Fig. 1 thể hiện sự so sánh thể tích lỗ tích lũy của silic oxit ngâm nước thu được

trong ví dụ 1 với bán kính lỗ nhỏ hơn 100 nm như được đo bằng phương pháp hấp phụ/giải hấp nitơ và phương pháp nén thủy ngân.

Từ các kết quả so sánh, có thể thấy rằng các lỗ của silic oxit ngâm nước của ví dụ 1 có kích thước nhỏ hơn 100 nm có thể tích lỗ nhỏ hơn ($V_{\text{HP-Hg}} < V_{\text{N}_2}$) khi được đo bằng phương pháp nén thủy ngân ($V_{\text{HP-Hg}}$) so với khi được đo bằng phương pháp hấp phụ/giải hấp nitơ (V_{N_2}).

Các Fig. 2 đến 4 thể hiện sơ đồ phân bố lỗ bao gồm thể tích lỗ tích lũy của phương pháp hấp phụ/giải hấp nitơ (khoảng đo $r = 1,6$ đến 100 nm), phương pháp nén thủy ngân 1 (khoảng đo $r = 1,9$ đến 6.400 nm), và phương pháp nén thủy ngân 2 (khoảng đo $r = 1,6$ đến 62 μm [1.600 đến 62.000 nm]) thu được trong ví dụ 1.

Từ các hình vẽ này và số liệu đo được, thu được thể tích lỗ (V_{N_2}) bằng phương pháp hấp phụ/giải hấp nitơ, thể tích lỗ ($V_{\text{HP-Hg}}$) trong khoảng 1,9 đến 100 nm và thể tích lỗ trong khoảng 100 đến 1.000 nm bằng phương pháp nén thủy ngân, thể tích lỗ trong khoảng 1,6 đến 62 μm (1.600 đến 62.000 nm) bằng phương pháp nén thủy ngân và chênh lệch thể tích lỗ do độ trễ, tức là thể tích lỗ khi tăng áp suất và sau đó giảm áp suất.

■ Mô tả các kết quả (bảng)

Các tính chất vật lý của silic oxit ngâm nước trong các ví dụ 1 đến 5 và các ví dụ so sánh 1 đến 3 được thể hiện trong bảng 3, và các kết quả thử nghiệm độ cao su được thể hiện trong bảng 4.

Bảng 3-1

Các tính chất của silic oxit ngâm nước trong các ví dụ

			Tốt hơn là	Các ví dụ				
				1	2	3	4	5
Các tính chất vật lý của silic oxit ngâm nước	Độ ẩm	%	Nhỏ hơn 9%	4,0	3,5	4,1	3,6	4,3
	pH (huyền phù 4%)		5-8	6,0	5,6	6,2	6,0	6,4
	Độ dẫn điện	$\mu\text{S/cm}$	Nhỏ hơn 1.000	45	82	64	45	40
	Diện tích bề mặt riêng BET	m^2/g	230-350	322	293	277	256	241

Thể tích phía áp suất cao Thể tích lỗ đo bằng thủy ngân [V _{HP-Hg}] r:1,9 - 100 nm	cm ³ /g	1,40-2,00	1,64	1,74	1,71	1,82	1,69
Thể tích phía giải hấp nitơ [V _{N2}] r:1,6 -100 nm	cm ³ /g	1,60-2,20	2,06	1,92	2,04	2,06	2,01
Tỷ lệ V _{HP-Hg} /V _{N2}	—	0,70-0,95	0,80	0,91	0,84	0,88	0,84
Thể tích phía áp suất trung bình Thể tích lỗ đo bằng thủy ngân r:100 -1.000 nm	cm ³ /g	0,50-1,00	0,51	0,66	0,62	0,74	0,87
Thể tích phía áp suất thấp Thể tích lỗ đo bằng thủy ngân r:1,6-62 μm (1.600 – 62.000 nm)	cm ³ /g Độ trễ cm ³ /g	0,18-0,80 0,07 hoặc lớn hơn	0,31 0,11	0,26 0,11	0,18 0,10	0,43 0,18	0,24 0,12
Diện tích bề mặt riêng CTAB	m ² /g	200-350	273	247	238	243	205
Độ cứng của viên	cN	5-35	11	19	32	18	20
Phần còn lại trên rây	%	70 hoặc lớn hơn	80	85	90	90	85

Bảng 3-2

Các tính chất của silic oxit ngâm nước trong các ví dụ tham chiếu và các ví dụ so sánh

CNM: không thể đo được

			Tốt hơn là	Ví dụ tham chiếu	Ví dụ so sánh		
				1	1	2	3
Các tính chất vật lý của silic oxit ngâm nước	Độ ẩm	%	Nhỏ hơn 9%	6,0	4,6	4,7	5,8
	pH		5-8	6,1	6,6	6,2	5,9
	Độ dẫn điện	$\mu\text{S}/\text{cm}$	Nhỏ hơn 1.000	146	408	72	217
	Diện tích bề mặt riêng BET	m^2/g	230-350	222	250	255	262
	Thể tích phía áp suất cao Thể tích lỗ đo bằng thủy ngân [V _{HP-Hg}] r:1,9 -100 nm	cm^3/g	1,40-2,00	1,65	1,59	1,50	1,44
	Thể tích phía giải hấp nitơ [V _{N2}] r:1,6 - 100nm	cm^3/g	1,60-2,20	1,60	1,61	1,51	1,42
	Tỷ lệ V _{HP-Hg} /V _{N2}	—	0,70-0,95	1,03	0,99	0,99	1,01
	Thể tích phía áp suất trung bình Thể tích lỗ đo bằng thủy ngân r:100 – 1.000 nm	cm^3/g	0,50-1,00	0,55	0,34	0,72	0,41
	Thể tích phía áp suất thấp Thể tích lỗ đo bằng thủy ngân r:1,6 - 62 μm (1.600 – 62.000)	cm^3/g	0,18-0,80	1,63	1,53	1,92	1,06
		Độ trễ cm^3/g	0,07 hoặc lớn hơn	0,40	0,44	0,63	0,31

	nm)						
	Diện tích bề mặt riêng CTAB	m ² /g	200-350	205	250	139	191
	Độ cứng của viên	cN	5-35	CNM	CNM	CNM	24
	Phần còn lại trên rây	%	70 hoặc lớn hơn	0	0	0	95

Bảng 4

Kết quả thử nghiệm độ cao su bằng phương pháp điều chế công thức phối trộn 1 (phương pháp FP 1) và phương pháp điều chế công thức phối trộn 2 (phương pháp FP 2)

			Các ví dụ				
			1	2	3	4	5
Phương pháp FP 1	Nồng độ bụi mg/m ³	A: nhỏ hơn 1,5 B: 1,5-3,0 C: 3,0-4,5 D: 4,5 hoặc lớn hơn	1,0 A	1,3 A	1,6 B	1,2 A	1,5 B
	Đánh giá khả năng phân tán Giá trị X	A: 8,5 hoặc lớn hơn B: 8,0-8,5 C: 7,5-8,0 D: nhỏ hơn 7,5	8,7 A	8,3 B	8,4 B	8,5 A	8,7 A
	Độ bền kéo Chỉ số	A: 115 hoặc lớn hơn B: 105-115 C: 95-105 D: nhỏ hơn 95	121 A	121 A	119 A	116 A	112 B
	Độ bền chống mài mòn Chỉ số	A: 120 hoặc lớn hơn B: 110-120 C: 90-110 D: nhỏ hơn 90	129 A	124 A	114 B	119 B	116 B
Phương pháp FP 2	Đánh giá khả năng phân tán Giá trị X	A: 8,0 hoặc lớn hơn B: 7,5-8,0 C: 7,0-7,5 D: nhỏ hơn 7,0	8,3 A	8,0 A	7,9 B	8,1 A	8,3 A
	Độ bền kéo Chỉ số	A: 110 hoặc lớn hơn B: 105-110 C: 95-105 D: nhỏ hơn 95	110 A	109 B	109 B	113 A	106 B
	Độ bền chống mài mòn Chỉ số	A: 130 hoặc lớn hơn B: 110-130 C: 90-110 D: nhỏ hơn 90	169 A	145 A	135 A	128 B	119 B

				Ví dụ tham chiếu	Ví dụ so sánh		
1				1	2	3	
Phương pháp FP 1	Nồng độ bụi	mg/m ³	A: nhỏ hơn 1,5 B: 1,5-3,0 C: 3,0-4,5 D: 4,5 hoặc lớn hơn	1,2 A	4,4 C	4,5 D	0,8 A
	Đánh giá khả năng phân tán	Giá trị X	A: 8,5 hoặc lớn hơn B: 8,0-8,5 C: 7,5-8,0 D: nhỏ hơn 7,5	7,7 C	6,7 D	8,8 A	7,8 C
	Độ bền kéo	Chỉ số	A: 115 hoặc lớn hơn B: 105-115 C: 95-105 D: nhỏ hơn 95	100 C	107 B	95 C	93 D
	Độ bền chống mài mòn	Chỉ số	A: 120 hoặc lớn hơn B: 110-120 C: 90-110 D: nhỏ hơn 90	100 C	45 D	64 D	65 D
Phương pháp FP 2	Đánh giá khả năng phân tán	Giá trị X	A: 8,0 hoặc lớn hơn B: 7,5-8,0 C: 7,0-7,5 D: nhỏ hơn 7,0	7,4 C	7,4 C	8,7 A	7,4 C
	Độ bền kéo	Chỉ số	A: 110 hoặc lớn hơn B: 105-110 C: 95-105 D: nhỏ hơn 95	100 C	98 C	103 C	94 D
	Độ bền chống mài mòn	Chỉ số	A: 130 hoặc lớn hơn B: 110-130 C: 90-110 D: nhỏ hơn 90	100 C	77 D	87 D	76 D

■ Thảo luận (phần mô tả)

Trong các ví dụ trong bảng 3-1, silic oxit ngâm nước đều có ($V_{\text{HP-Hg}} < V_{\text{N}_2}$) và $V_{\text{HP-Hg}}/V_{\text{N}_2}$ nằm trong khoảng từ 0,70 đến 0,95.

Khi đánh giá khả năng chống mài mòn và độ bền kéo trong bảng 4, cả hai phương pháp điều chế hợp chất 1 và 2 đều cho thấy hiệu quả cải thiện đáng kể so với ví dụ so sánh.

Đặc biệt, hiệu quả cải thiện của khả năng chống mài mòn là đáng chú ý, và đồng thời, ngoài việc cải thiện đặc tính gia cường, bột ít đọng hơn và hiệu suất xử lý cũng được giữ.

Ví dụ tham khảo 1 là silic oxit ngâm nước có bán trên thị trường có nồng độ bụi thấp và khả năng gia công tốt, mặc dù độ cứng của viên không thể đo được do trạng thái hạt của các hạt mịn. (Tiêu chuẩn đánh giá các tính chất vật lý của cao su)

Ví dụ so sánh 1 là silic oxit ngâm nước có diện tích bề mặt riêng BET lớn hơn hoặc bằng 230 m²/g nhưng với $V_{\text{HP-Hg}}/V_{\text{N}_2} = 0,99$. Mặc dù có khả năng nồng độ bụi và các tính chất tương tự có thể được cải thiện bằng cách thực hiện việc nén chặt, nhưng khả năng phân tán trong cao su và đặc tính gia cường được dự kiến là sẽ giảm hơn nữa, và do đó, các tính chất vật lý của cao su được đánh giá mà không cần thực hiện việc nén chặt.

Ví dụ so sánh 2 thể hiện $V_{\text{HP-Hg}}/V_{\text{N}_2}$ cao = 0,99. Hơn nữa, vì diện tích bề mặt riêng CTAB cũng thấp, nên không thu được sự gia cường cao, đặc biệt là khả năng chống mài mòn cao. Ngoài ra, mặc dù tỷ trọng bụi có thể được cải thiện bằng cách tạo mật độ dày đặc, nhưng không chắc việc gia cường cao su (đặc biệt là khả năng chống mài mòn) có thể được cải thiện đáng kể vì $V_{\text{HP-Hg}}/V_{\text{N}_2} = 0,99$.

Ví dụ so sánh 3 là silic oxit ngâm nước có diện tích bề mặt riêng BET là 230 m²/g hoặc lớn hơn với nồng độ bụi thấp trong quá trình trộn và hiệu suất xử lý tuyệt vời bằng cách nén chặt. Tuy nhiên, vì $V_{\text{HP-Hg}}/V_{\text{N}_2} = 1,01$, độ phân tán trong cao su là không đủ và sự gia cường cũng không đủ.

Tóm lại, vì silic oxit ngâm nước trong ví dụ 1 đến 5 có diện tích bề mặt riêng cao và $V_{\text{HP-Hg}}/V_{\text{N}_2}$ là 0,70 đến 0,95, nên đạt được khả năng chống mài mòn cao và độ bền kéo cao khi được trộn vào cao su. Ngoài ra, nó có đặc điểm là dễ phân tán ngay cả khi nó được nén chặt, và cần phải hiểu rằng nó là một loại silic oxit ngâm nước tuyệt vời có khả năng gia công được cải thiện. Đặc biệt, ví dụ 1 thể hiện $V_{\text{HP-Hg}}/V_{\text{N}_2} = 0,80$, một giá trị thấp, hiệu quả của việc cải thiện khả năng chống mài mòn là đáng kể.

Như đã giải thích ở trên, silic oxit ngậm nước theo sáng chế có diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng từ 230 đến 350 m²/g, nhưng các lỗ có bán kính lỗ là 100 nm hoặc nhỏ hơn có xu hướng xẹp xuống so với silic oxit ngậm nước thông thường, và các lỗ có bán kính lỗ từ 100 đến 1.000nm và 1,6µm hoặc lớn hơn cũng có cấu trúc vừa phải. Do đó, nó có thể được độn vào cao su với hiệu suất xử lý được cải thiện, và khi được độn vào, nó có thể được phân tán tốt và có thể thu được các đặc tính gia cường cao (đặc biệt là khả năng chống mài mòn).

Do đó, có thể tạo ra silic oxit ngậm nước có các đặc tính gia cường cao su tuyệt vời, đặc biệt là khả năng chống mài mòn, trong đó các đặc tính gia cường cao su được bổ sung bằng cách cải thiện hiệu suất xử lý khi được độn vào cao su, làm cho diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng xác định trước, và cải thiện khả năng phân tán của silic oxit ngậm nước vào cao su.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Sáng chế có tính hữu dụng trong lĩnh vực kỹ thuật liên quan đến silic oxit ngậm nước.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Silic oxit ngâm nước dùng cho chất độn gia cường cao su đáp ứng diện tích bề mặt riêng BET và các mục từ a) đến c) sau đây:

diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng từ 230 đến 350 m²/g;

a): thể tích lỗ có bán kính lỗ từ 1,9 nm đến 100 nm được đo bằng phương pháp nén thủy ngân ($V_{\text{HP-Hg}}$) nằm trong khoảng từ 1,40 đến 2,00 cm³/g;

b): tổng thể tích lỗ trong khoảng bán kính lỗ từ 1,6 nm đến 100 nm bằng phương pháp hấp phụ/giải hấp nitơ (V_{N_2}) nằm trong khoảng từ 1,60 đến 2,20 cm³/g; và

c): tỷ lệ thể tích lỗ trong mục (a) và (b) $V_{\text{HP-Hg}}/V_{\text{N}_2}$ nằm trong khoảng từ 0,70 đến 0,95.

2. Silic oxit ngâm nước theo điểm 1, trong đó thể tích lỗ có bán kính lỗ nằm trong khoảng từ 100 nm đến 1.000 nm như được đo bằng phương pháp nén thủy ngân nằm trong khoảng từ 0,50 đến 1,00 cm³/g.

3. Silic oxit ngâm nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 2, trong đó thể tích lỗ có bán kính lỗ nằm trong khoảng từ 1,6 đến 62 μm được đo bằng phương pháp nén thủy ngân nằm trong khoảng từ 0,18 đến 0,80 cm³/g, và chênh lệch thể tích lỗ do độ trễ nằm trong khoảng từ 10 đến 400 kPa được đo bằng phương pháp nén thủy ngân là 0,07 cm³/g hoặc lớn hơn.

4. Silic oxit ngâm nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó lượng còn lại khi được phân loại bằng rây có cỡ lỗ 200 μm là 70% theo khối lượng hoặc lớn hơn so với tổng số và độ cứng của viên nằm trong khoảng từ 5 đến 35 cN.

5. Silic oxit ngâm nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó diện tích bề mặt riêng CTAB nằm trong khoảng từ 200 đến 350 m²/g.

6. Silic oxit ngâm nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó độ pH của huyền phù đặc 4% theo khối lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 8, độ dẫn điện của dịch lọc của huyền phù đặc nhỏ hơn 1.000 $\mu\text{S}/\text{cm}$, và độ ẩm nhỏ hơn 9%.

7. Silic oxit ngâm nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó silic oxit ngâm nước là khối được nén.

Fig.1

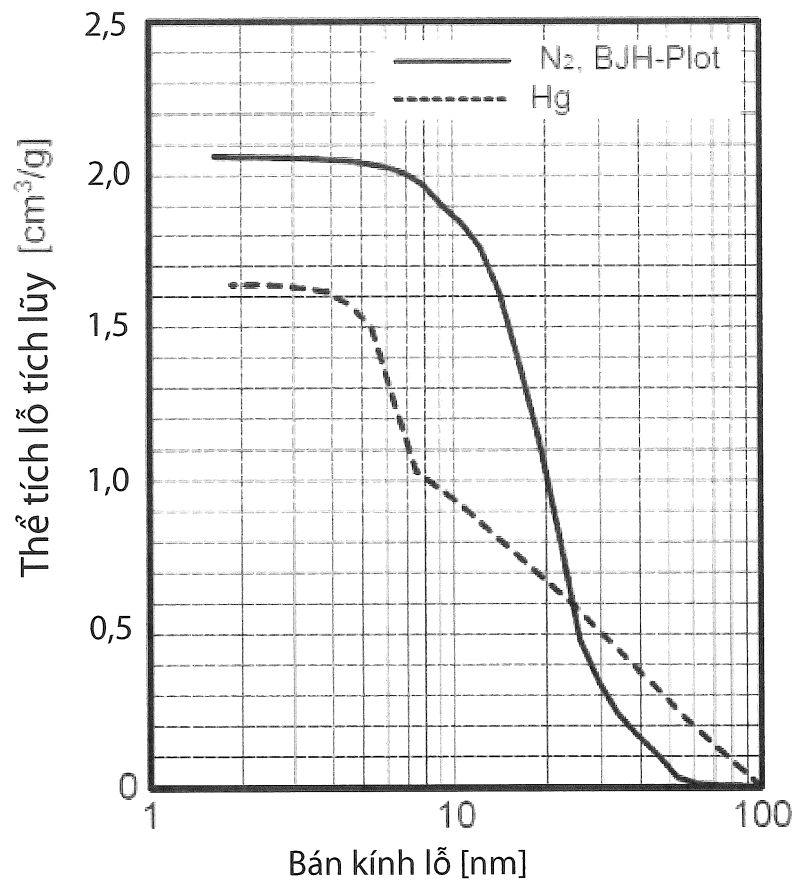


Fig. Sự phân bố cỡ lỗ của ví dụ 1
(với $r=1-100$ nm)

Fig.2

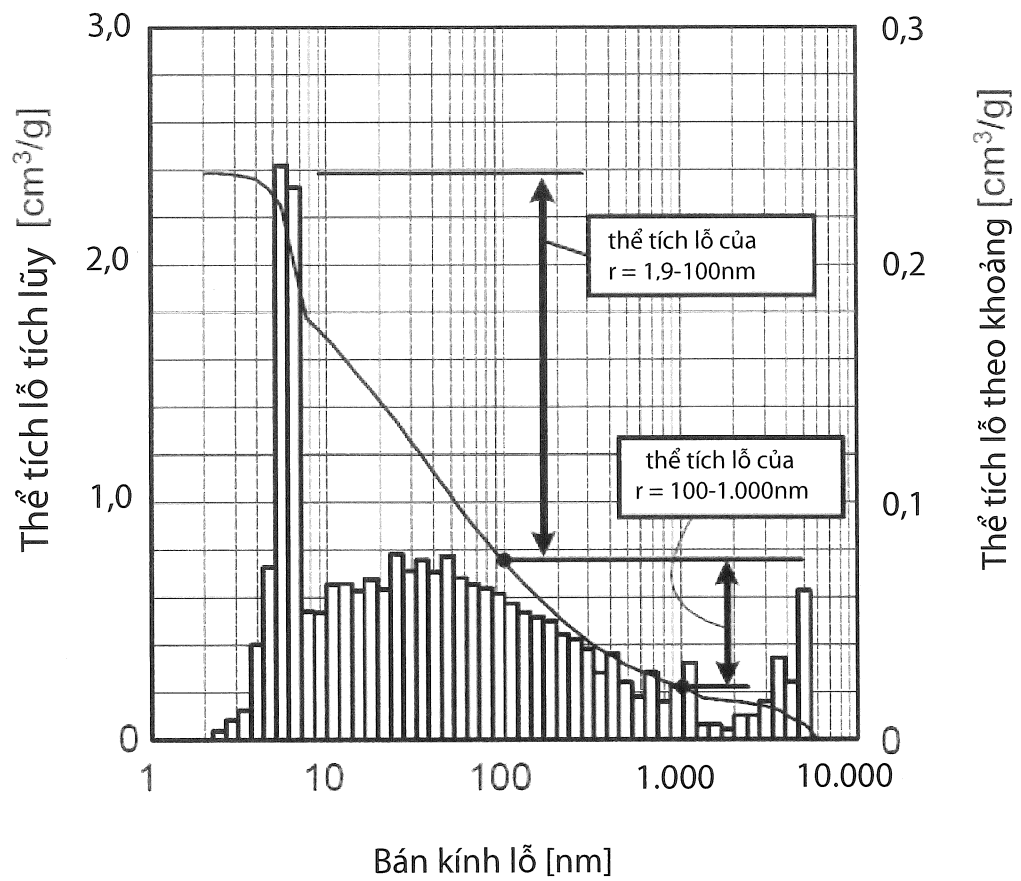
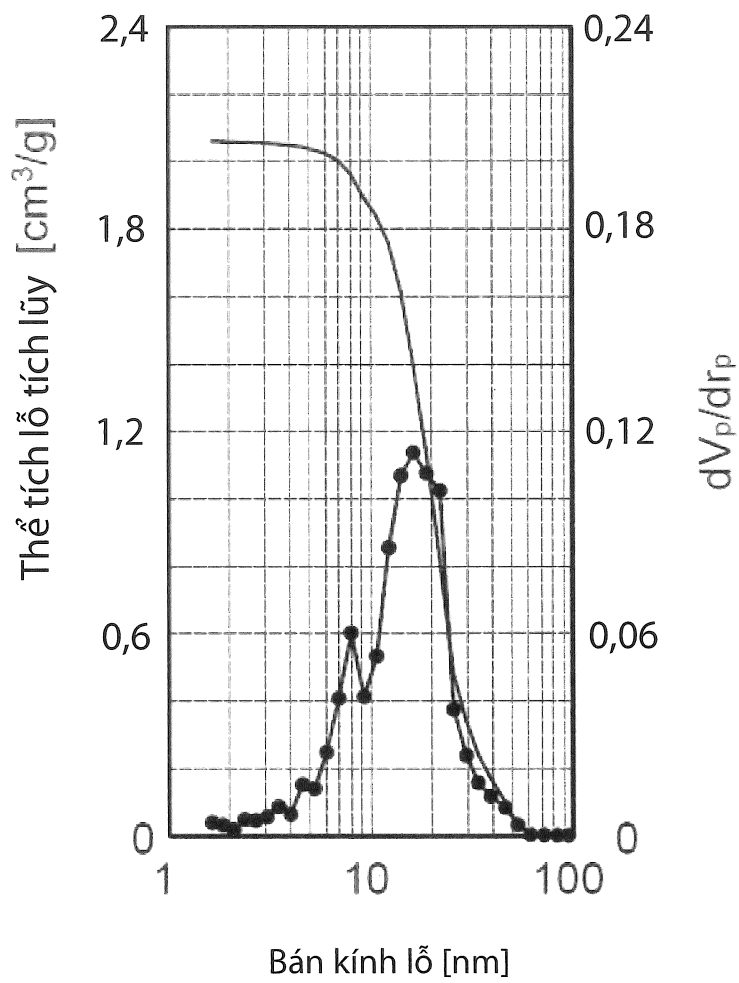


Fig. Sự phân bố cỡ lỗ của ví dụ 1 ở 10kPa-400MPa (Hg)

Fig.3



Bán kính lỗ [nm]
 Fig. Sự phân bố cỡ lỗ của ví dụ 1
 (N₂, BJH-Plot)

Fig.4

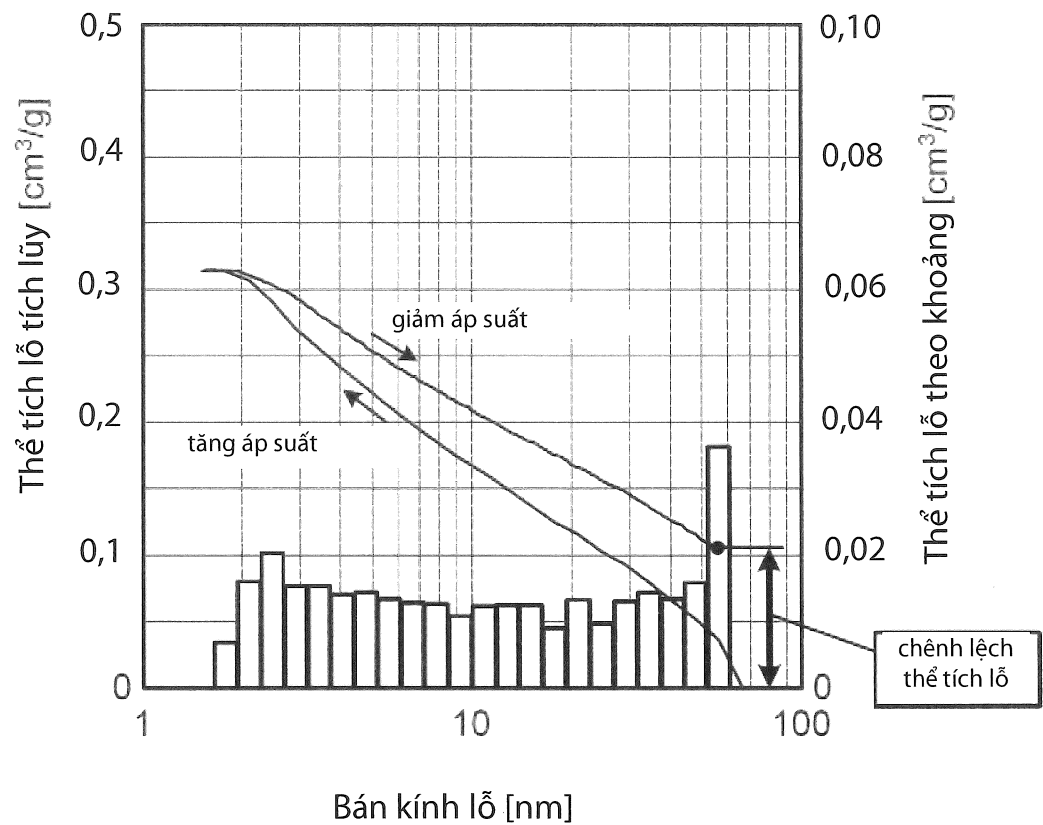


Fig. Sự phân bố cỡ lỗ của ví dụ 1 ở 10kPa-400kPa (Hg)