



- (12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) 
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ 1-0043248
(51)^{2020.01} C08L 1/02; C08K 3/04; C08L 7/00; (13) B
C08L 1/04; B60C 1/00
-

- (21) 1-2021-02668 (22) 21/10/2019
(86) PCT/US2019/057225 21/10/2019 (87) WO 2020/086466 30/04/2020
(30) 62/748,574 22/10/2018 US; 62/748,564 22/10/2018 US
(45) 25/02/2025 443 (43) 26/07/2021 400
(73) 1. BIRLA CARBON U.S.A., INC. (US)
1800 West Oak Commons Court Marietta, Georgia 30062 United States of America
2. GRANBIO INTELLECTUAL PROPERTY HOLDINGS, LLC (US)
Thomaston Biorefinery 300 McIntosh Parkway, Thomaston, Georgia 30286 United States of America
(72) HERD, Charles R. (US); COMBS, Zachary A. (US); TUNNICLIFFE, Lewis B. (US); NELSON, Kimberly (US); PAN, Shaobo (US).
(74) Công ty TNHH Sở hữu trí tuệ Thảo Thọ Quyền (INVENCO.,LTD)
-

- (54) CHẾ PHẨM PHÂN TÁN NANOXENLULOZA, CHẾ PHẨM POLYME VÀ QUY TRÌNH SẢN XUẤT CHẾ PHẨM PHÂN TÁN NANOXENLULOZA

(21) 1-2021-02668

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm phân tán nanoxenluloza chứa tác nhân phân chia và nanoxenluloza, và phương pháp sản xuất chế phẩm phân tán nanoxenluloza. Các chế phẩm này có thể thúc đẩy khả năng phân tán cải thiện các sợi nanoxenluloza và tinh thể nanoxenluloza trong chất nền polyme, như trong các chế phẩm đàn hồi để sử dụng trong sản xuất lốp.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình cải thiện sự phân tán nanoxenluloza và chế phẩm phân tán nanoxenluloza thu được để sử dụng trong các chế phẩm polyme, và cụ thể hơn, để sử dụng trong các chế phẩm đàn hồi nhằm để sử dụng cho lốp và các ứng dụng sử dụng cuối cùng khác.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nanoxenluloza đã nhận được nhiều sự quan tâm sau này làm nguyên liệu nano với các sự sử dụng tiềm năng khác nhau, như trong chất dẻo và chất đàn hồi. Sự sử dụng nanoxenluloza trong các ứng dụng này nhằm để cải thiện hiệu suất của các hợp phần thu được và bản chất bền vững của các vật liệu trong tương lai, vì nanoxenluloza có nguồn gốc từ sinh khối và không từ vật liệu hydrocarbon. Tuy nhiên, một vấn đề với nanoxenluloza là khả năng phân tán của nó trong dung môi không cực kị nước và các chất nền (bao gồm chất dẻo và chất đàn hồi), dù nanoxenluloza là ở dạng tinh thể hoặc dạng sợi, vì bình thường nanoxenluloza liên kết với chính nó trong khi sấy khô, dẫn đến các khối kết tụ lớn nanoxenluloza trong các cấu trúc hợp phần polyme.

Ví dụ, khi nanoxenluloza được trộn trong các hợp chất đàn hồi, mong muốn có sự phân tán tốt nanoxenluloza, sao cho loại bỏ hoàn toàn sự kết tụ lớn và các lợi ích đầy đủ của sự kết hợp nanoxenluloza trong chất nền đàn hồi đã được công nhận. Các sự kết tụ lớn của chất phụ gia polyme bất kỳ có thể dẫn đến máy cô đặc bị kẹt, có thể dẫn đến làm hỏng sớm hợp phần polyme này.

Nghĩa là, trở nên quan trọng để tạo ra các cách để cải thiện đáng kể khả năng phân tán nanoxenluloza trong các chế phẩm polyme, mà vẫn là vấn đề quan trọng đang phải đối mặt với sự phát triển, tăng trưởng và thương mại hóa nanoxenluloza trong nhiều ứng dụng sử dụng cuối cùng. Theo đó, sáng chế hướng đến mục tiêu này.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sự mô tả vắn tắt này là để giới thiệu sự chọn lọc các khái niệm ở dạng đơn giản mà được mô tả tiếp dưới đây trong bản mô tả chi tiết. Mô tả vắn tắt này không nhằm xác định các đặc điểm yêu cầu hoặc quan trọng của vấn đề yêu cầu bảo hộ. Không có gì trong bản tóm tắt này nhằm được sử dụng làm giới hạn phạm vi của yêu cầu bảo hộ.

Theo các mục tiêu của sáng chế, như được thể hiện và mô tả rộng rãi ở đây, sáng chế này, theo một khía cạnh, đề cập đến quy trình bổ sung các tác nhân phân chia trong hoặc trước quy trình sấy khô nanoxenluloza, sao cho tác nhân phân chia vẫn còn nguyên vẹn và giữ tinh thể nanoxenluloza và sợi nanoxenluloza không liên kết với nhau. Kết quả là chế phẩm phân tán nanoxenluloza mà có thể dễ dàng được phân tán trong các chế phẩm polyme, như trong chất dẻo và chất đàn hồi.

Do đó, theo một khía cạnh của sáng chế, quy trình phân chia nanoxenluloza trong hệ chứa nước để khả năng phân tán trong polyme được cải thiện được bộc lộ, và trong khía cạnh này, quy trình này có thể bao gồm (a) kết hợp sự phân tán nanoxenluloza trong nước với tác nhân phân chia để tạo thành hỗn hợp, và (b) sấy khô hỗn hợp này để tạo thành chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC). Tác nhân phân chia có thể bao gồm chất độn muối than, nhựa mủ đàn hồi, sáp, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

Theo khía cạnh khác, quy trình phân chia nanoxenluloza trong hệ chứa nước với tác nhân phân chia được bộc lộ, và trong khía cạnh này, quy trình này có thể bao gồm (A) kết hợp sự phân tán nanoxenluloza trong nước với tác nhân phân chia để tạo thành hỗn hợp, và (B) sấy khô hỗn hợp này để tạo thành chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC). Tác nhân phân chia có thể ổn định trong NDC và có thể được tạo khoảng không giữa các hạt nanoxenluloza để giảm hoặc ngăn ngừa sự kết tụ các hạt nanoxenluloza trong NDC. Tác nhân phân chia có thể bao gồm chất độn muối than, nhựa mủ đàn hồi, sáp, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

Chế phẩm phân tán nanoxenluloza cũng được đề xuất, như có thể được sản xuất bằng quy trình bất kỳ được bộc lộ ở đây. Chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC) có thể bao gồm (i) tác nhân phân chia bao gồm chất độn muối than, nhựa mủ đàn hồi, sáp, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng, và (ii) nanoxenluloza. Các khía cạnh của sáng chế này cũng đề cập đến các chế phẩm polyme, và các chế phẩm này có thể

bao gồm (I) polyme và (II) chế phẩm phân tán nanoxenluloza bất kỳ được bọc lộ ở đây.

Cả mô tả vắn tắt sáng chế trên đây và bản mô tả chi tiết dưới đây cung cấp các ví dụ và chỉ giải thích. Theo đó, mô tả vắn tắt nêu trên và bản mô tả chi tiết dưới đây sẽ không nên được xem là bị giới hạn. Hơn nữa, các đặc điểm và các thay đổi có thể được đề xuất ngoài các đặc điểm và các thay đổi nêu ở đây. Ví dụ, các khía cạnh và các phương án nhất định có thể được đề cập đến các sự kết hợp và sự kết hợp phụ đặc điểm được mô tả trong bản mô tả chi tiết.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Các hình vẽ đi kèm, được đưa vào và cấu thành nên một phần của bản mô tả này minh họa một vài khía cạnh và cùng với bản mô tả là để giải thích các nguyên tắc nhất định của sáng chế.

FIG. 1A và 1B tương ứng là hình ảnh hiển vi điện tử quét (scanning electron microscope-SEM) tán xạ ngược và thứ cấp, của hợp chất cho talông lớp xe chở khách mô hình được trộn sử dụng loại muối than tham chiếu, N234. Khung tỷ lệ cho **FIG. 1A và 1B** là giống nhau (khung tỷ lệ = 300 μm).

FIG. 2A và 2B tương ứng là các hình ảnh SEM tán xạ ngược và thứ cấp, của sự phân tán hợp chất của ví dụ 2, trong đó phần của muối than được thay thế bằng sợi nanoxenluloza được phủ lignin khô (lignin-coated nanocellulose fibril-LCNF), theo các khía cạnh khác nhau của sáng chế. Khung tỷ lệ cho **FIG. 2A và 2B** là giống nhau (khung tỷ lệ = 300 μm).

FIG. 3A và 3B tương ứng là các hình ảnh SEM tán xạ ngược và thứ cấp, của sự phân tán hợp chất của ví dụ 3, trong đó phần của muối than được thay thế bằng LCNF làm một phần của chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC) chứa LCNF, muối than được thay đổi bề mặt (surface-modified carbon black-SMCB), và dầu TDAE, theo các khía cạnh khác nhau của sáng chế. Khung tỷ lệ cho **FIG. 3A và 3B** là giống nhau (khung tỷ lệ = 300 μm).

FIG. 4A và 4B tương ứng là các hình ảnh SEM tán xạ ngược và thứ cấp, của sự phân tán hợp chất cho talông lớp xe tải mô hình của Ví dụ 4, theo các khía cạnh

khác nhau của sáng chế. Khung tỷ lệ cho **FIG. 4A** và **4B** là giống nhau (khung tỷ lệ = 300 μm).

FIG. 5A và **5B** tương ứng là các hình ảnh SEM tán xạ ngược và thứ cấp, của sự phân tán hợp chất của ví dụ 5, trong đó phần của muối than được thay thế bằng LCNF khô, theo các khía cạnh khác nhau của sáng chế. Khung tỷ lệ cho **FIG. 5A** và **5B** là giống nhau (khung tỷ lệ = 300 μm).

FIG. 6A và **6B** tương ứng là các hình ảnh SEM tán xạ ngược và thứ cấp, của sự phân tán hợp chất của ví dụ 6, trong đó phần của muối than được thay thế bằng LCNF làm một phần của NDC chứa LCNF và mủ cao su tự nhiên, theo các khía cạnh khác nhau của sáng chế. Khung tỷ lệ cho **FIG. 6A** và **6B** là giống nhau (khung tỷ lệ = 300 μm).

Các khía cạnh khác của sáng chế sẽ được nêu ra trong phần mô tả sau đây, và một phần sẽ là hiển nhiên từ bản mô tả này, hoặc có thể được dựa vào thực hiện sáng chế. Sự hữu ích của sáng chế sẽ được nhận biết và thu được bằng các yếu tố và sự kết hợp được chỉ ra cụ thể trong yêu cầu bảo hộ. Sẽ được hiểu rằng cả bản mô tả chung trên đây và bản mô tả chi tiết sau đây là mẫu và chỉ để giải thích và không nhằm làm giới hạn sáng chế như được yêu cầu bảo hộ.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế sẽ được hiểu dễ dàng hơn bằng cách tham chiếu đến bản mô tả chi tiết dưới đây và các ví dụ thực hiện sáng chế.

Trước khi bộc lộ các hợp chất, các chế phẩm, các vật phẩm, các hệ thống, các thiết bị, và/hoặc các phương pháp được bộc lộ và được mô tả, được hiểu rằng chúng không bị giới hạn đến các phương pháp tổng hợp cụ thể trừ khi được chỉ định khác, hoặc đến các chất phản ứng cụ thể trừ khi được chỉ định khác, tất nhiên là có thể thay đổi. Cũng được hiểu rằng các thuật ngữ được sử dụng ở đây là cho mục đích mô tả các khía cạnh cụ thể và không nhằm bị giới hạn. Mặc dù các phương pháp và nguyên liệu tương tự hoặc tương đương bất kỳ với các phương pháp và nguyên liệu được mô tả ở đây có thể được sử dụng trong thực hiện và thử nghiệm theo sáng chế, các phương pháp minh họa và diễn hình bây giờ được mô tả.

Tất cả các tài liệu công bố được đề cập ở đây bằng cách viện dẫn để bộc lộ và mô tả các phương pháp và/hoặc các nguyên liệu liên quan đến các tài liệu công bố này được viện dẫn.

Trừ khi được định nghĩa khác, tất cả các thuật ngữ khoa học và kỹ thuật được sử dụng ở đây có nghĩa như được hiểu thông thường bởi chuyên gia trong ngành thuộc lĩnh vực của sáng chế.

Các phương pháp thử nghiệm được sử dụng ở đây được biết và được hiểu bởi chuyên gia trong ngành. Tham chiếu được cung cấp cho các phương pháp thử nghiệm cụ thể, khi thích hợp. Ví dụ, phân tích hiển vi giao thoa kế (interferometric microscope analysis-IFM) được thực hiện sử dụng ASTM D2663, Phương pháp thử nghiệm chuẩn sự phân tán – Muội than trong cao su, Phương pháp D.

Như được sử dụng ở đây, trừ khi được nêu cụ thể đối lập, dạng số ít và các sự thay thế số nhiều. Do đó, ví dụ, tham chiếu đến “polyme” hoặc “tác nhân phân chia” bao gồm hỗn hợp hoặc sự kết hợp của hai hoặc nhiều polyme hoặc các tác nhân phân chia, tương ứng, trừ khi được nêu khác.

Trong khi các chế phẩm và các phương pháp được mô tả ở đây về “chứa” các thành phần hoặc bước khác nhau, các chế phẩm và các phương pháp cũng có thể “hầu như bao gồm” hoặc “bao gồm” các thành phần hoặc bước khác nhau, trừ khi được nêu khác. Ví dụ, chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC) phù hợp với các khía cạnh theo sáng chế có thể chứa; theo cách khác, có thể hầu như bao gồm; hoặc theo cách khác, có thể bao gồm; (i) tác nhân phân chia và (ii) nanoxenluloza.

Các giới hạn có thể được thể hiện ở đây là từ “khoảng” một giá trị cụ thể, và/hoặc đến “khoảng” một giá trị cụ thể khác. Khi giới hạn này được biểu diễn, khía cạnh khác bao gồm từ một giá trị cụ thể này và/hoặc đến giá trị cụ thể khác. Tương tự, khi các giá trị được thể hiện là các sự xấp xỉ, bằng cách sử dụng từ “khoảng,” đứng trước sẽ được hiểu rằng giá trị cụ thể tạo thành khía cạnh khác. Sẽ được hiểu tiếp rằng các điểm cuối của mỗi giới hạn là có ý nghĩa cả về mối quan hệ với điểm còn lại, và độc lập với điểm còn lại. Cũng được hiểu rằng có một số giá trị được bộc lộ ở đây, và mỗi giá trị cũng được bộc lộ ở đây là “khoảng” mà giá trị cụ thể ngoài chính giá trị này. Ví dụ, nếu giá trị “10” được bộc lộ, thì “khoảng 10” cũng được bộc lộ. Cũng được hiểu

rằng mỗi đơn vị giữa hai đơn vị cụ thể cũng được bọc lộ. Ví dụ, nếu 10 và 15 được bọc lộ, thì 11, 12, 13, và 14 cũng được bọc lộ.

Như được sử dụng ở đây, các thuật ngữ “tùy ý” và “một cách tùy ý” nghĩa là sự kiện hoặc tình huống được mô tả sau đó có thể hoặc không thể xảy ra, và bản mô tả này bao gồm các trường hợp trong đó sự kiện hoặc tình huống này xảy ra và các ví dụ mà nó không xảy ra.

Được bọc lộ là các thành phần được sử dụng trong các phương pháp để điều chế chế phẩm theo sáng chế cũng như các thành phần của chúng. Các nguyên liệu này và nguyên liệu khác được bọc lộ ở đây, và được hiểu là khi các sự kết hợp, các tập con, các sự tương tác, các nhóm, v.v... của các nguyên liệu này được bọc lộ, trong khi tham chiếu cụ thể mỗi sự kết hợp và hoán đổi chọn lọc và riêng rẽ khác nhau khác nhau các hợp chất này có thể được bọc lộ rõ ràng, mỗi sự kết hợp và hoán đổi được dự tính cụ thể và được mô tả ở đây. Ví dụ, nếu hợp chất cụ thể được bọc lộ và được thảo luận và số các sự thay đổi có thể được tạo ra cho số các phân tử bao gồm các hợp chất được thảo luận, được dự tính cụ thể là mỗi và từng sự kết hợp và hoán đổi hợp chất này và các sự thay đổi là có thể, trừ khi được chỉ định đối lập. Do đó, nếu lớp các phân tử A, B, và C được bọc lộ cũng như là lớp các phân tử D, E, và F và ví dụ về phân tử kết hợp, A-D được bọc lộ, sau đó thậm chí mỗi phân tử không được nêu riêng rẽ, mỗi phân tử được dự tính riêng rẽ và chung, nghĩa là các sự kết hợp A-E, A-F, B-D, B-E, B-F, C-D, C-E, và C-F được xem xét bọc lộ. Tương tự như vậy, tập con hoặc sự kết hợp bất kỳ của chúng cũng được bọc lộ. Do đó, ví dụ, nhóm phụ của A-E, B-F, và C-E sẽ được xem xét bọc lộ. Khái niệm này áp dụng cho tất cả các khía cạnh của sáng chế này bao gồm, nhưng không bị giới hạn đến, các bước trong các phương pháp tạo ra và sử dụng chế phẩm theo sáng chế. Do đó, nếu có các bước bổ sung khác nhau mà có thể được thực hiện, được hiểu rằng mỗi bước trong số các bước bổ sung này có thể được thực hiện với khía cạnh cụ thể bất kỳ hoặc sự kết hợp của các khía cạnh về các phương pháp theo sáng chế.

Như được mô tả vắn tắt trên đây, sáng chế đề xuất quy trình phân chia nanoxenluloza khi nó tồn tại trong từng sợi hoặc trạng thái tinh thể trong hệ chứa nước, với tác nhân phân chia vắn ổn định và được tạo khoảng cách giữa các hạt

nanoxenluloza khi làm khô để ngăn ngừa liên kết giữa – sự kết tụ của – từng sợi và/hoặc tinh thể nanoxenluloza. Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất quy trình phân chia nanoxenluloza, và theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất chế phẩm nanoxenluloza là tương thích với các hợp chất đàn hồi và polyme khác nhau để cải thiện sự phân tán nanoxenluloza trong hợp chất polyme và đàn hồi này, để lợi ích đầy đủ của sự bổ sung nanoxenluloza có thể được công nhận. Ví dụ, các lợi ích của sự phân tán nanoxenluloza cải thiện trong nguyên liệu đàn hồi có thể bao gồm, nhưng không bị giới hạn đến, độ trễ hoặc sự tích tụ nhiệt thấp hơn, trọng lượng hợp chất thấp hơn và đặc tính hiệu suất của các hợp chất cho lớp, cho cả hai hợp chất talông và không talông mà có thể là quan trọng trong hiệu suất tổng thể của lớp.

Nên được lưu ý rằng nanoxenluloza theo sáng chế có thể bao gồm nanoxenluloza bất kỳ, dù ở dạng tinh thể hoặc sợi, và dù được xử lý hoặc thay đổi rồi theo một số cách khác. Nguồn của nanoxenluloza có thể là nguồn thích hợp bất kỳ, dù được tạo ra từ bột gỗ hoặc các vật liệu sinh khối khác, và như được sản xuất bằng quy trình công nghiệp bất kỳ. Sợi sinh khối được làm từ khối xây dựng cấu trúc xenluloza mà có thể được chiết tách công nghiệp với các hình dạng và kích cỡ khác nhau bao gồm tinh thể nano xenluloza (xenlulose nanocrystal-NC) và sợi nano xenluloza (xenlulose nanofibril-NF). Ngoài ra, kích thước và hình dạng cụ thể của nanoxenluloza có thể được nằm trong cỡ từ nano đến cỡ micron, dù trong chiều rộng và/hoặc dài. NF thường có đường kính từ 5-20 nm theo chiều rộng và 500-2000 nm theo chiều dài và chứa cả hai khu vực vô định hình và tinh thể của xenluloza. NC thường có chiều rộng là 5-8 nm và chiều dài là 100-300 nm và chủ yếu là tinh thể. Trong đó các giới hạn và các kích thước là điển hình, sáng chế này bao gồm tất cả vật liệu NC và NF, không kể hình dạng hạt hoặc kích cỡ/kích thước hạt.

Thực tế đối với tất cả các ứng dụng không chứa nước trong đó sử dụng nanoxenluloza, cải thiện sự phân tán của nó và do vậy hữu ích và lợi ích với các ứng dụng này là rào cản lớn để thực hiện công nghệ này. Do đó, đã trở nên quan trọng để cải thiện sự phân tán và phương pháp và quy trình kinh tế và thực tiễn mà làm cho nanoxenluloza phân tán cao trong polyme, như các hợp chất đàn hồi. Sử dụng các tác

nhân phân chia trong hoặc trước chính quy trình sấy khô nanoxenluloza, thay vì công nghệ xử lý sau, có thể giúp thu được mục tiêu này.

Về mặt cải thiện sự phân tán nanoxenluloza, nhiều phương pháp thay đổi bề mặt hóa học khác nhau đã được thử nghiệm sau khi sấy khô, và trong khi một số có thể cuối cùng đã thành công, các phương pháp này thường cần các biện pháp cực đoan mà sẽ chứng tỏ khó đạt được quy mô công nghiệp, và là không hiệu quả kinh tế. Nhìn chung, các phương pháp này được dựa trên sự đông khô (làm khô lạnh) nanoxenluloza, mà là phương pháp thí nghiệm, đã được thiết lập để ngăn ngừa sự liên kết giữa các hạt nanoxenluloza không thể đảo ngược. Làm khô lạnh không hiệu quả kinh tế và cũng không nâng quy mô để sản xuất thương mại nanoxenluloza.

Do đó, mong muốn có quy trình đơn giản hơn và kinh tế hơn. Nghĩa là, phương pháp phân chia nanoxenluloza để ngăn ngừa liên kết giữa các nanoxenluloza trước hoặc trong khi sấy khô được đề xuất, dẫn đến sự phân tán nanoxenluloza cải thiện trong các polyme như chất dẻo và chất đàn hồi.

CHẾ PHẨM PHÂN TÁN NANOXENLULOZA

Nanoxenluloza có thể được sản xuất bằng cách, ví dụ, bẻ gãy sinh khối thành sợi nano xenluloza dưới micron hoặc tinh thể nano sử dụng phương tiện hóa học, phương tiện cơ học, hoặc sự kết hợp của phương tiện cơ học và hóa học. Các phương pháp khác để cung cấp nanoxenluloza, như, ví dụ, nanoxenluloza vi khuẩn và nanoxenluloza có vỏ, là sẵn có. Thường là, sự sản xuất nanoxenluloza xảy ra ở hai giai đoạn ban đầu. Giai đoạn thứ nhất là tinh chế sinh khối để loại bỏ hầu hết các thành phần không phải xenluloza trong sinh khối như lignin, hemixenluloza, các chất chiết, và tạp chất vô cơ. Điều này thường được thực hiện bằng nghiền bột và tẩy trắng thông thường. Để sản xuất các sợi nano xenluloza, giai đoạn thứ hai thường đòi hỏi tinh chế cơ học các sợi sinh khối tinh khiết. Đối với tinh thể nano xenluloza, giai đoạn thứ hai thường đòi hỏi thủy phân axit các sợi tinh chế, tiếp theo là xử lý cơ học lực cắt cao. Quy trình sản xuất mới như quy trình AVAP® linh hoạt có thể sản xuất tinh thể nano xenluloza hoặc sợi nano xenluloza thông qua phân đoạn hóa học sinh khối sử dụng SO_2 và etanol (với nồng độ thay đổi), sau đó xử lý cơ học. Cho tất cả các loại nanoxenluloza khác nhau, sau giai đoạn xử lý cơ học cuối cùng, nanoxenluloza

thường được tạo huyền phù trong dung dịch chứa nước là gel ổn định trên nồng độ ngưỡng (thường lớn hơn 2 % trọng lượng chất rắn). Ngay khi làm khô và loại bỏ nước, các hạt nanoxenluloza thường sẽ liên kết và kết tụ không thể đảo ngược, do vậy dẫn đến sự phân tán kém trong hệ thống polyme.

Để giảm hoặc ngăn ngừa nanoxenluloza tự liên kết với nhau trong khi sấy khô, như được mô tả ở đây, tác nhân phân chia có thể được bổ sung vào phân tán nanoxenluloza chứa nước, mà sẽ tương tác thích hợp với bề mặt của nanoxenluloza và/hoặc phân bố đồng đều giữa các hạt nanoxenluloza để giảm hoặc ngăn ngừa sự kết tụ nanoxenluloza.

Quy trình phân chia nanoxenluloza thứ nhất trong hệ chứa nước để khả năng phân tán trong polyme được cải thiện có thể bao gồm (a) kết hợp sự phân tán nanoxenluloza trong nước với tác nhân phân chia để tạo thành hỗn hợp, và (b) sấy khô hỗn hợp này để tạo thành chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC). Quy trình phân chia nanoxenluloza thứ hai trong hệ chứa nước với tác nhân phân chia có thể bao gồm (A) kết hợp sự phân tán nanoxenluloza trong nước với tác nhân phân chia để tạo thành hỗn hợp, và (B) sấy khô hỗn hợp này để tạo thành chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC). Tác nhân phân chia có thể ổn định trong NDC và có thể được tạo khoảng không giữa các hạt nanoxenluloza để giảm hoặc ngăn ngừa sự kết tụ các hạt nanoxenluloza trong NDC. Chế phẩm phân tán nanoxenluloza được sản xuất bằng quy trình bất kỳ được bộc lộ ở đây cũng được bao hàm trong sáng chế này. Chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC) có thể chứa, ít nhất là, tác nhân phân chia và nanoxenluloza – và tác nhân phân chia có thể bao gồm chất độn muối than, nhựa mù đàn hồi, hoặc sáp, cũng như sự kết hợp bất kỳ các vật liệu này.

Trong bước (a) và bước (A) của quy trình thứ nhất và thứ hai, phân tán trong nước của nanoxenluloza có thể được kết hợp với tác nhân phân chia để tạo thành hỗn hợp. Phân tán trong nước của nanoxenluloza có thể chứa khối lượng thích hợp bất kỳ nanoxenluloza, nhưng thường ít nhất là khoảng 2% trọng lượng chất rắn và lên đến 10 % trọng lượng chất rắn (ví dụ, từ khoảng 2% trọng lượng đến khoảng 5 % trọng lượng chất rắn).

Điều kiện và bình thích hợp bất kỳ có thể được sử dụng để kết hợp phân tán trong nước của nanoxenluloza với tác nhân phân chia, và sao cho có thể được thực hiện theo từng đợt hoặc liên tục. Làm ví dụ, phân tán nanoxenluloza và tác nhân phân chia có thể được kết hợp trong bình thích hợp (ví dụ, thùng) dưới áp suất khí quyển, tùy ý kèm khuấy hoặc trộn, và ở nhiệt độ thích hợp bất kỳ, thường nằm trong khoảng từ 15°C đến 60°C.

Khối lượng tác nhân phân chia được sử dụng so với nanoxenluloza không bị giới hạn cụ thể, nhưng tỷ lệ theo trọng lượng của tác nhân phân chia với nanoxenluloza trong chế phẩm phân tán nanoxenluloza thường nằm trong khoảng từ 0,25:1 đến 25:1. Theo một số khía cạnh, tỷ lệ theo trọng lượng của tác nhân phân chia với nanoxenluloza có thể nằm trong khoảng từ 0,25:1 đến 25:1, từ khoảng 0,25:1 đến 15:1, từ khoảng 0,3:1 đến 10:1, từ khoảng 0,5:1 đến 25:1, từ khoảng 0,7:1 đến 15:1, từ khoảng 0,75:1 đến 15:1, từ khoảng 1:1 đến 10:1, từ khoảng 1,2:1 đến 12:1, từ khoảng 1,8:1 đến 8:1, từ khoảng 1,5:1 đến 10:1, từ khoảng 4:1 đến 15:1, hoặc khoảng 0,25:1, 0,4:1, 0,6:1, 0,8:1, 1:1, 1,2:1, 1,4:1, 1,6:1, 1,8:1, 2:1, 2,5:1, 3:1, 3,5:1, 4:1, 4,5:1, 5:1, 6:1, 7:1, 8:1, 9:1, 10:1, 11:1, 12:1, 13:1, 14:1, 15:1, 16:1, 17:1, 18:1, 19:1, 20:1, 21:1, 22:1, 23:1, 24:1, hoặc 25:1. Nếu nhiều hơn một tác nhân phân chia được sử dụng, tổng khối lượng tác nhân phân chia được sử dụng để xác định tỷ lệ trọng lượng.

Trong sự phân tán nanoxenluloza trong nước hoặc chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC), loại nanoxenluloza cũng không bị giới hạn cụ thể. Theo một khía cạnh, ví dụ, nanoxenluloza có thể bao gồm tinh thể nanoxenluloza (nanocellulose crystal-NC), sợi nanoxenluloza (nanocellulose fibril-NF), hoặc sự kết hợp của nó. Nanoxenluloza có thể chứa thêm lignin, là lignin bề mặt và/hoặc là lignin được chứa trong các hạt khối. Theo khía cạnh khác, nanoxenluloza có thể bao gồm tinh thể nanoxenluloza được phủ lignin (lignin-coated nanocellulose crystal-LCNC), các sợi nanoxenluloza được phủ lignin (lignin-coated nanocellulose fibril-LCNF), hoặc sự kết hợp của nó. Nhìn chung, các nguyên liệu được phủ lignin này là kỵ nước. Theo khía cạnh khác nữa, nanoxenluloza có thể bao gồm các tinh thể nanoxenluloza xenluloza ưa nước (CNC), các sợi nanoxenluloza xenluloza ưa nước (CNF), hoặc sự kết hợp của nó.

Diễn hình, tác nhân phân chia thích hợp là tương thích với polyme (ví dụ, chất đàn hồi, công thức cho lớp xe) và giảm sự kết tụ nanoxenluloza trong NDC, và giảm sự kết tụ trong chế phẩm polyme. Thông thường, tác nhân phân chia trong chế phẩm phân tán nanoxenluloza, hoặc tác nhân phân chia được sử dụng để tạo thành chế phẩm phân tán nanoxenluloza, có thể chứa chất độn muối than, nhựa mủ đàn hồi, sáp, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng. Mủ cao su thích hợp bất kỳ có thể được sử dụng, các ví dụ minh họa về mủ cao su có thể bao gồm, nhưng không bị giới hạn đến, cao su tự nhiên (natural rubber NR), cao su isopren (isoprene rubber-IR), cao su styren-butadien nhũ tương (emulsion styrene-butadiene rubber-ESBR), và cao su tương tự. Hỗn hợp hoặc sự kết hợp của hai hoặc nhiều vật liệu mủ cao su có thể được sử dụng.

Thành phần sáp có thể bao gồm, nhưng không bị giới hạn đến, sáp paraffin alkan không phân nhánh, sáp vi tinh thể bao gồm sáp paraffin phân nhánh và sáp ceresin (khoáng tự nhiên, dầu mỏ tinh chế hoặc lignin tinh chế), sáp polyetylen, sáp polyetylen có chức, và thành phần tương tự, hoặc sự kết hợp bất kỳ của nó.

Muội than theo sáng chế, khi có mặt, có thể bao gồm muội than bất kỳ thích hợp để sử dụng với NDC và/hoặc các vật liệu đàn hồi được sử dụng. Theo một khía cạnh, muội than có thể bao gồm (hoặc hầu như chứa, hoặc chứa) muội than lò. Ngoài ra hoặc theo cách khác, muội than có thể bao gồm (hoặc hầu như chứa, hoặc chứa) muội than lò được thay đổi bề mặt, như muội than trong lò được oxi hóa. Theo khía cạnh khác, muội than có thể bao gồm muội than thích hợp để sử dụng trong cao su, ví dụ, trong lớp. Theo khía cạnh khác, muội than có thể bao gồm muội than thích hợp để sử dụng trong lớp xe hoặc trong xác lớp. Theo các khía cạnh khác nhau, muội than có thể bao gồm muội than dòng N900, muội than dòng N800, muội than dòng N700, muội than dòng N600, muội than dòng N500, muội than dòng N400, muội than dòng N300, muội than dòng N200, muội than dòng N100, hoặc hỗn hợp của chúng. Nhiều đặc điểm vật lý khác nhau về muội than diễn hình mà có thể hữu ích trong sáng chế được viện dẫn lại dưới đây. Nên được hiểu rằng các giá trị và các giới hạn này nhằm là diễn hình trong tự nhiên và sáng chế không bị giới hạn đến giá trị, giới hạn hoặc sự kết hợp bất kỳ.

Muội than có thể có diện tích bề mặt nitơ, như được xác định bởi, ví dụ, phương pháp ASTM D6556-14, là từ 8 m²/g đến khoảng 140 m²/g; từ khoảng 20 m²/g đến khoảng 140 m²/g; từ khoảng 45 m²/g đến khoảng 140 m²/g; từ khoảng 60 m²/g đến khoảng 140 m²/g; từ khoảng 90 m²/g đến khoảng 140 m²/g; từ khoảng 95 m²/g đến khoảng 135 m²/g; từ khoảng 100 m²/g đến khoảng 130 m²/g; từ khoảng 105 m²/g đến khoảng 125 m²/g; từ khoảng 110 m²/g đến khoảng 125 m²/g; từ khoảng 115 m²/g đến khoảng 125 m²/g; từ khoảng 110 m²/g đến khoảng 120 m²/g; từ khoảng 115 m²/g đến khoảng 120 m²/g; từ khoảng 115 m²/g đến khoảng 121 m²/g; hoặc từ khoảng 116 m²/g đến khoảng 120 m²/g. Theo khía cạnh khác, muội than có thể có diện tích bề mặt nitơ là khoảng 90, 92, 94, 96, 98, 100, 102, 104, 106, 108, 110, 112, 114, 116, 118, 120, 122, 124, 126, 128, 130, 132, 134, 136, 138, hoặc 140 m²/g. Theo khía cạnh khác, muội than có thể có diện tích bề mặt nitơ là khoảng 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20, 22, 24, 26, 28, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95, 100, 105, 110, 115, 120, 125, 130, 135, hoặc 140 m²/g. Theo khía cạnh khác nữa, muội than có thể có diện tích bề mặt nitơ là khoảng 118 m²/g. Theo khía cạnh khác, muội than theo sáng chế có thể có diện tích bề mặt nitơ lớn hơn hoặc nhỏ hơn giá trị bất kỳ được viện dẫn cụ thể ở đây, và sáng chế không nhằm được giới hạn đến giá trị diện tích bề mặt nitơ cụ thể bất kỳ.

Muội than có thể có diện tích bề mặt bên ngoài, dựa trên phương pháp độ dày thống kê (STSA, ASTM D6556-14), là từ 8 m²/g đến khoảng 125 m²/g; từ khoảng 20 m²/g đến khoảng 125 m²/g; từ khoảng 45 m²/g đến khoảng 125 m²/g; từ khoảng 60 m²/g đến khoảng 125 m²/g; từ khoảng 80 m²/g đến khoảng 125 m²/g; từ khoảng 85 m²/g đến khoảng 120 m²/g; từ khoảng 90 m²/g đến khoảng 115 m²/g; từ khoảng 95 m²/g đến khoảng 110 m²/g; từ khoảng 95 m²/g đến khoảng 105 m²/g; từ khoảng 98 m²/g đến khoảng 104 m²/g; hoặc từ khoảng 99 m²/g đến khoảng 103 m²/g. Theo khía cạnh khác, muội than có thể có diện tích bề mặt bên ngoài là khoảng 101 m²/g. Theo khía cạnh khác, muội than có thể có diện tích bề mặt bên ngoài, dựa trên phương pháp độ dày thống kê, là khoảng 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20, 22, 24, 26, 28, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95, 100, 105, 110, 115, 120, hoặc 125 m²/g. Theo các khía cạnh khác nhau, diện tích bề mặt bên ngoài của muội than là diện tích bề mặt riêng mà có thể tiếp cận với hợp chất cao su. Theo khía cạnh khác, muội than theo

sáng chế có thể có diện tích bề mặt bên ngoài lớn hơn hoặc nhỏ hơn giá trị bất kỳ được viện dẫn cụ thể ở đây, và sáng chế không nhằm được giới hạn đến giá trị diện tích bề mặt bên ngoài cụ thể bất kỳ.

Muội than theo sáng chế có thể có pH, khi được đo bằng, ví dụ, phương pháp ASTM D1512-15 sử dụng Phương pháp thử nghiệm A hoặc Phương pháp thử nghiệm B, là từ 2,5 đến khoảng 4; từ khoảng 2,8 đến khoảng 3,6; hoặc từ khoảng 3 đến khoảng 3,4. Theo khía cạnh khác, muội than theo sáng chế có thể có pH là khoảng 3,2. Theo khía cạnh khác, muội than theo sáng chế có thể có pH lớn hơn hoặc nhỏ hơn giá trị bất kỳ được viện dẫn cụ thể ở đây, và sáng chế không nhằm được giới hạn đến giá trị pH cụ thể bất kỳ.

Muội than theo sáng chế có thể có thể tích trống, như được xác định bởi, ví dụ, phương pháp ASTM D6086-09a, là từ 55 cm³/100g đến khoảng 67 cm³/100g (50 GM); từ khoảng 60 cm³/100g đến khoảng 65 cm³/100g (50 GM); từ khoảng 25 cm³/100g đến khoảng 60 cm³/100g; từ khoảng 30 cm³/100g đến 60 cm³/100g; từ khoảng 35 cm³/100g đến 60 cm³/100g; từ khoảng 40 cm³/100g đến 60 cm³/100g; từ khoảng 45 cm³/100g đến 60 cm³/100g; từ khoảng 50 cm³/100g đến khoảng 60 cm³/100g (75 GM); từ khoảng 53 cm³/100g đến khoảng 58 cm³/100g (75 GM); từ khoảng 45 cm³/100g đến khoảng 55 cm³/100g (100 GM); hoặc từ khoảng 47 cm³/100g đến khoảng 53 cm³/100g (100 GM). Theo khía cạnh khác, muội than có thể có thể tích trống 50 GM là khoảng 62,2 cm³/100g; thể tích trống 75 GM là khoảng 55,3 cm³/100g; và/hoặc thể tích trống 100 GM là khoảng 50,4 cm³/100g. Theo khía cạnh khác, thể tích trống của muội than có thể lớn hơn hoặc nhỏ hơn giá trị bất kỳ được viện dẫn cụ thể ở đây, và sáng chế không nhằm được giới hạn đến thể tích trống cụ thể bất kỳ.

Muội than theo sáng chế có thể có độ ẩm, khi được đo bằng, ví dụ, phương pháp ASTM D1509-15, là từ 2,5% trọng lượng đến khoảng 4,5% trọng lượng; từ khoảng 3% trọng lượng đến khoảng 4% trọng lượng; hoặc từ khoảng 3,2% trọng lượng đến khoảng 3,8% trọng lượng. Theo khía cạnh khác, muội than theo sáng chế có thể có độ ẩm là khoảng 3,5% trọng lượng. Nên được hiểu rằng độ ẩm của nguyên liệu muội than có thể thay đổi, phụ thuộc vào, ví dụ, các điều kiện môi trường và/hoặc

bảo quản, và nghĩa là, hàm lượng độ ẩm xác định của mẫu muội than xác định có thể thay đổi. Theo khía cạnh khác, muội than theo sáng chế có thể có độ ẩm lớn hơn hoặc nhỏ hơn giá trị bất kỳ được viện dẫn cụ thể ở đây, và sáng chế không nhằm được giới hạn đến giá trị độ ẩm cụ thể bất kỳ.

Theo một khía cạnh, muội than theo sáng chế là muội than được oxi hóa, như muội than trong lò được oxi hóa. Các phương pháp khác nhau đang có để oxi hóa muội than, như, ví dụ, sự ozon hóa, và phương pháp cụ thể để oxi hóa muội than có thể thay đổi, miễn là các nhóm chức chứa oxy mong muốn có mặt trên bề mặt của muội than. Các nhóm chức chứa oxy điển hình có thể có mặt trên bề mặt của muội than được oxi hóa có thể bao gồm, ví dụ, các nhóm carboxyl, hydroxyl, phenol, lacton, aldehyt, keton, quinon, và hydroquinon. Theo các khía cạnh khác nhau, khối lượng của loại nhóm chức có mặt trên bề mặt của muội than được oxi hóa có thể thay đổi phụ thuộc vào cường độ và loại xử lý oxi hóa. Theo một khía cạnh, muội than đã được oxi hóa bằng cách xử lý với ozon.

Muội than theo sáng chế có thể có hàm lượng dễ bay hơi là từ 0,5% trọng lượng đến khoảng 6,5% trọng lượng; từ khoảng 1% trọng lượng đến khoảng 6,5% trọng lượng; từ khoảng 1,5% trọng lượng đến khoảng 6,5% trọng lượng; từ khoảng 2% trọng lượng đến khoảng 6,5% trọng lượng; từ khoảng 2,5% trọng lượng đến khoảng 6,5% trọng lượng; từ khoảng 3% trọng lượng đến khoảng 6,5% trọng lượng; từ khoảng 3,5% trọng lượng đến khoảng 6,5% trọng lượng; từ khoảng 4% trọng lượng đến khoảng 6,5% trọng lượng; từ khoảng 4,5% trọng lượng đến khoảng 6,5% trọng lượng; từ khoảng 5% trọng lượng đến khoảng 6% trọng lượng; hoặc từ khoảng 5,2% trọng lượng đến khoảng 5,8% trọng lượng. Theo khía cạnh khác, muội than theo sáng chế có thể có hàm lượng dễ bay hơi là ít nhất khoảng 4,5% trọng lượng, ít nhất khoảng 5% trọng lượng, ít nhất khoảng 5,5% trọng lượng, hoặc cao hơn. Theo khía cạnh khác, muội than theo sáng chế có thể có hàm lượng dễ bay hơi là khoảng 5,5% trọng lượng. Vẫn theo khía cạnh khác, hàm lượng dễ bay hơi của muội than có thể là lớn hơn hoặc nhỏ hơn giá trị bất kỳ được viện dẫn cụ thể ở đây, và sáng chế không nhằm được giới hạn đến giá trị hàm lượng dễ bay hơi cụ thể bất kỳ.

Muội than theo sáng chế có thể có hàm lượng oxy từ khoảng 0,25% trọng lượng đến khoảng 5,5% trọng lượng; từ khoảng 0,5% trọng lượng đến khoảng 5,5% trọng lượng; từ khoảng 1% trọng lượng đến khoảng 5,5% trọng lượng; từ khoảng 1,5% trọng lượng đến khoảng 5,5% trọng lượng; từ khoảng 2% trọng lượng đến khoảng 5,5% trọng lượng; từ khoảng 2,5% trọng lượng đến khoảng 5,5% trọng lượng; từ khoảng 3% trọng lượng đến khoảng 5% trọng lượng; từ khoảng 3,5% trọng lượng đến khoảng 4,5% trọng lượng; hoặc từ khoảng 3,7% trọng lượng đến khoảng 4,3% trọng lượng. Theo khía cạnh khác, muội than theo sáng chế có thể có hàm lượng oxy ít nhất khoảng 3,5% trọng lượng, ít nhất khoảng 4% trọng lượng, hoặc cao hơn. Theo khía cạnh khác, muội than theo sáng chế có thể có hàm lượng oxy khoảng 4% trọng lượng. Vẫn theo khía cạnh khác, hàm lượng oxy của muội than có thể là lớn hơn hoặc nhỏ hơn giá trị bất kỳ được viện dẫn cụ thể ở đây, và sáng chế không nhằm được giới hạn đến giá trị hàm lượng oxy cụ thể.

Tùy ý là, dầu hydrocarbon có thể được sử dụng cùng với (các) tác nhân phân chia. Ví dụ, trong bước (a) hoặc bước (A), phân tán trong nước nanoxenluloza có thể được kết hợp với (các) tác nhân phân chia và dầu hydrocarbon để tạo thành hỗn hợp. Dầu hydrocarbon có thể bao gồm hydrocarbon béo theo một khía cạnh, trong khi theo khía cạnh khác, dầu hydrocarbon có thể bao gồm hydrocarbon thơm. Cũng theo khía cạnh khác, dầu hydrocarbon có thể bao gồm hỗn hợp hoặc sự kết hợp của hydrocarbon béo và hydrocarbon thơm. Hydrocarbon béo và/hoặc thơm thích hợp bất kỳ có thể được sử dụng, tuy nhiên, sẽ có lợi rằng các hydrocarbon là trong pha lỏng ở các điều kiện trong đó phân tán nanoxenluloza trong nước và tác nhân phân chia được kết hợp. Ví dụ không giới hạn minh họa về dầu hydrocarbon thích hợp có thể được sử dụng làm tác nhân phân chia là dầu chiết xuất thơm chưng cất đã xử lý (treated distillate aromatica extract-TDAE).

Tùy ý, phân tán nanoxenluloza trong nước, các tác nhân phân chia, và dầu hydrocarbon tùy ý có thể được trộn dưới lực cắt cao để đảm bảo phân bố đồng nhất các thành phần riêng rẽ. Các kỹ thuật trộn lực cắt cao bao gồm, nhưng không bị giới hạn đến, trộn đồng nhất, trộn lưới sigma, trộn roto-stato, và trộn trong dòng tĩnh.

Trong bước (b) và bước (B) của quy trình thứ nhất và thứ hai, hỗn hợp này có thể được làm khô để tạo thành chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC). Thiết bị và kỹ thuật làm khô thích hợp bất kỳ có thể được sử dụng. Theo một khía cạnh, hỗn hợp chứa nước có thể được tiếp xúc với bước làm khô thích hợp để loại bỏ nước. Các kỹ thuật làm khô có thể bao gồm, nhưng không bị giới hạn đến, bay hơi, làm khô phun, làm khô lạnh, làm khô quay nhanh, trộn lực cắt cao, làm khô, và làm khô trống. Chế phẩm phân tán nanoxenluloza thu được – chứa tác nhân phân chia và nanoxenluloza – thường chứa ít hơn 1,5% trọng lượng nước/độ ẩm.

Trong bước làm khô và trong giai đoạn làm khô, một hoặc nhiều hóa học nổi có thể tùy ý được đưa vào trong chế phẩm NDC, ví dụ, để thay đổi bề mặt của nanoxenluloza và cho phép nổi sau đó bề mặt xenluloza với chất nền cao su trong quá trình lưu hóa hợp chất cao su được điều chế sử dụng NDC. Các tác nhân nổi được biết nhiều trong ngành và có thể, theo các khía cạnh khác nhau, bao gồm silan một và/hoặc hai chức dựa trên hóa học mercapto, alkoxy, vinyl, amino, và metacryloxy, bao gồm, ví dụ, silan nổi chứa lưu huỳnh hai chức thông thường như 3,3'-bis-(triethoxysilylpropyl)-tetrasulfua.

Lợi ích là, chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC), có thể chứa (i) tác nhân phân chia và (ii) nanoxenluloza, có sự phân tán nanoxenluloza vượt trội trong chế phẩm polyme so với chế phẩm của nanoxenluloza không có tác nhân phân chia, điển hình là nhiều hơn 25%, hoặc nhiều hơn 50%, khi được đo bằng kính hiển vi giao thoa (interferometric microscopy-IFM). Ví dụ, nếu khối lượng của vật liệu không phân tán (dựa trên diện tích) thông qua IFM là 12% cho nanoxenluloza không có tác nhân phân chia, sau đó sự cải thiện 25% sẽ là tỷ lệ diện tích của nguyên liệu không phân tán là 9%, và sự cải thiện 50% sẽ là tỷ lệ diện tích của nguyên liệu không phân tán là 6%

CÁC CHẾ PHẨM POLYME

Sáng chế này, theo một số sự thay đổi, cũng đề cập đến, và bao hàm chế phẩm, công thức, và vật phẩm sản xuất bất kỳ chứa chế phẩm phân tán nanoxenluloza bất kỳ được bộc lộ ở đây (và các đặc điểm hoặc các đặc trưng tương ứng của chúng, như khối lượng tương đối của tác nhân phân chia và nanoxenluloza, loại tác nhân phân chia, và loại nanoxenluloza, tác nhân khác). Theo khía cạnh cụ thể của sáng chế, chế

phẩm polyme được bộc lộ, và trong khía cạnh này, chế phẩm polyme có thể bao gồm polyme thích hợp bất kỳ (một hoặc nhiều hơn một) và chế phẩm phân tán nanoxenluloza bất kỳ được bộc lộ ở đây.

Khối lượng của chế phẩm phân tán nanoxenluloza được sử dụng trong chế phẩm polyme không bị giới hạn cụ thể, nhưng tỷ lệ theo trọng lượng của polyme với chế phẩm phân tán nanoxenluloza (polyme:NDC) thường nằm trong khoảng từ 100:1 đến 1:1, từ 80:1, đến khoảng 10:1, từ khoảng 75:1 đến 2:1, từ khoảng 60:1 đến 5:1, từ khoảng 50:1 đến 1:1, từ khoảng 40:1 đến 4:1, từ khoảng 75:1 đến 25:1, từ khoảng 90:1 đến 15:1, hoặc khoảng 100:1, 98:1, 96:1, 94:1, 92:1, 90:1, 85:1, 80:1, 75:1, 70:1, 65:1, 60:1, 55:1, 50:1, 45:1, 40:1, 35:1, 30:1, 25:1, 20:1, 15:1, 10:1, 8:1, 6:1, 4:1, 2:1, hoặc 1:1. Theo một số khía cạnh, tỷ lệ theo trọng lượng của polyme:NDC có thể nằm trong khoảng từ 75:1 đến 1.5:1, hoặc từ khoảng 50:1 đến 2:1.

Theo một khía cạnh, polyme trong chế phẩm polyme có thể bao gồm polyme nhiệt dẻo, trong đó theo khía cạnh khác, polyme có thể bao gồm chất dẻo nhiệt rắn. Theo khía cạnh khác, polyme có thể bao gồm, dạng đơn hoặc trong hỗn hợp bất kỳ, epoxy, acrylic, este, uretan, silicon, và/hoặc phenol. Theo khía cạnh khác nữa, polyme có thể bao gồm, dạng đơn hoặc trong hỗn hợp bất kỳ, polyetylen (ví dụ, copolyme dựa trên homopolyme etylen hoặc etylen), polypropylen, polybutylen terephthalat, acrylonitril butadien styren (acrylonitrile butadiene styrene-ABS), polyamit, polyimit, polystyren, polycarbonat, copolyme etylen-vinyl axetat (etylen-vinyl acetate-EVA), và/hoặc polyolefin-styren (ví dụ, etylen-styren).

Theo khía cạnh khác, polyme được sử dụng trong công thức/chế phẩm có thể bao gồm cao su hoặc chất đàn hồi thích hợp bất kỳ, dạng đơn chất hoặc ở dạng kết hợp bất kỳ, và các ví dụ không giới hạn có thể bao gồm cao su tự nhiên (natural rubber-NR), cao su tự nhiên được epoxy hóa (epoxidized natural rubber-ENR), cis-polyisopren tổng hợp (IR), cao su styren butadien nhũ tương (emulsion styrene butadiene rubber-eSBR), cao su styren butadien dung dịch (solution styrene butadiene rubber-sSBR), cao su polybutadien (polybutadiene rubber-BR), cao su butyl (IIR/CIIR/BIIR), cao su cloropren (chloroprene rubber-CR), chất đàn hồi nitril (NBR), chất đàn hồi nitril hydro hóa (HNBR), chất đàn hồi nitril carboxyl hóa (XNBR), cao

su etylen propylen (EPM/EPDM), floelastomer (FPM/FKM), cao su polyuretan (AU/EU/PU), và cao su tương tự, cũng như sự kết hợp bất kỳ của nó.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được minh họa tiếp bằng các ví dụ sau, mà không nhằm làm theo cách bất kỳ làm giới hạn đến phạm vi của sáng chế. Các khía cạnh, phương án, cải biến khác nhau và dạng tương tự của nó sau khi đọc bản mô tả này có thể được gợi ý bởi người có trình độ trung bình trong lĩnh vực này không tách khỏi phạm vi của sáng chế hoặc phạm vi của yêu cầu bảo hộ đính kèm.

Ngoài ra, các ví dụ này không làm giới hạn phạm vi của các tác nhân phân chia sẵn có hoặc nguyên liệu nanoxenluloza sẵn có mà có thể được sử dụng để điều chế chế phẩm phân tán nanoxenluloza để sử dụng trong các chế phẩm polyme, và chỉ được mô tả làm các ví dụ cho mục đích chứng minh khái niệm về sự kết hợp tác nhân phân chia và nanoxenluloza thành NDC phân tán cao.

Tinh thể nanoxenluloza hoặc các sợi nanoxenluloza trong các ví dụ này được sản xuất sử dụng quy trình AVAP® được mô tả trên đây và các phương pháp độc quyền mà bám lignin lên trên bề mặt của các sợi này hoặc các tinh thể này để làm cho chúng kỵ nước và tương thích hơn với polyme và chất đàn hồi.

Trong ví dụ 1, hợp chất cho talông lớp xe chở khách mô hình được trộn sử dụng loại muội than tham chiếu, N234. Hợp chất này được đưa vào là tham chiếu để chứng minh mức phân tán muội than thông thường. N234 chứa 100% chất độn trong hợp chất này, là tương đương với 75 phr trong công thức hợp chất này. Mô tả chi tiết về các công thức hợp chất điển hình (các giá trị theo phr) cũng như quy trình trộn tiêu chuẩn được tóm tắt trong các bảng 1-2. Như được thể hiện trong các hình ảnh SEM trong **FIG. 1 A & B**, muội than N234 có khả năng phân tán tuyệt vời. FIG. 1A là hình ảnh điện tử tán xạ ngược của bề mặt hợp chất cắt dao cạo và FIG. 1B là hình ảnh điện tử thứ cấp của vùng tương tự. Phân tán được định lượng bằng hiển vi giao thoa kế (interferometric microcopy IFM) thường nằm trong khoảng từ 98 đến 100% độ phân tán, với phần diện tích muội than không phân tán là 0,8%.

Ví dụ 2 được sản xuất sử dụng quy trình trộn tương tự như Ví dụ 1; tuy nhiên, tỷ lệ nhỏ (6,7% trọng lượng) N234 được thay thế bằng sợi nanoxenluloza được phủ lignin khô (LCNF). LCNF chứa 6,7% trọng lượng của tổng tải chất độn, là tương đương với 5 phr trong công thức hợp chất này. Tải chất độn còn lại bao gồm N234 (93,3% trọng lượng), là tương đương với 70 phr trong công thức hợp chất này. **FIG. 2 A & B** chứng minh rằng nanoxenluloza phân tán là rất kém, như được chứng minh bằng các sự kết tụ lớn các sợi nanoxenluloza toàn bộ mặt cắt ngang hợp chất bằng hình ảnh SEM bởi tán xạ ngược (FIG. 2A) và thứ cấp (FIG. 2B). Phần diện tích của vật liệu không phân tán là 9,11 %, như được định lượng bằng kính hiển vi giao thoa kế (IFM).

Ví dụ 3 được sản xuất sử dụng quy trình tương tự như Ví dụ 2. Thay vì bổ sung LCNF độc lập, khô như trong ví dụ 2, Ví dụ 3 sử dụng NDC, chứa LCNF được xử lý bằng muội than được thay đổi bề mặt (surface modified carbon black-SMCB, N234) làm tác nhân phân chia, cũng như dầu TDAE và mủ cao su tự nhiên. Tỷ lệ theo trọng lượng của LCNF với SMCB với dầu TDAE với mủ NR là 1:1:1:1. NDC được sản xuất bằng cách trộn phân tán nanoxenluloza trong nước với SMCB, dầu TDAE và mủ NR sau đó đồng nhất bằng lực cắt cao và sấy khô đến ít hơn 1,5% trọng lượng nước. Tổng tải của NDC là 20 phr, nghĩa là LCNF được bổ sung vào hợp chất cuối cùng là 6,7% trọng lượng của tổng tải chất độn, là tương đương với 5 phr trong công thức hợp chất này.

FIG. 3 A & B thể hiện chế phẩm nanoxenluloza thu được khi bổ sung LCNF/SMCB/TDAE/NR NDC vào máy trộn hợp chất cao su. FIG. 3A là hình ảnh điện tử tán xạ ngược của bề mặt hợp chất cắt dao cạo và FIG. 3B là hình ảnh điện tử thứ cấp của vùng tương tự. Phần diện tích của vật liệu không phân tán là 2,78% (như được định lượng bằng IFM), và là sự cải thiện đáng kể so với Ví dụ 2 (**FIG. 2A và 2B**), với sự kết tụ nanoxenluloza nhỏ hơn và ít hơn có trong mặt cắt. Độ phân tán là giống hơn so với độ phân tán của muội than N234 trong ví dụ 1 (**FIG. 1A và 1B**), với ít vùng không được phân tán.

Trong ví dụ 4, hợp chất cho talông lốp xe tải mô hình được trộn sử dụng loại muội than tham chiếu, N234. Hợp chất này được đưa vào làm tham chiếu để chứng

minh mức phân tán muối than thông thường. N234 chứa 100% chất độn trong hợp chất này, là tương đương với 50 phr trong công thức hợp chất này. Mô tả chi tiết về các công thức hợp chất điển hình (các giá trị theo phr) cũng như quy trình trộn tiêu chuẩn được tóm tắt trong các bảng **1 và 3**. Như được thể hiện trong **FIG. 4 A & B**, muối than N234 có khả năng phân tán tuyệt vời. FIG. 4A là hình ảnh điện tử tán xạ ngược của bề mặt hợp chất cắt dao cạo và FIG. 4B là hình ảnh điện tử thứ cấp của vùng tương tự. Phân tán được định lượng bằng hiển vi giao thoa kế (IFM) thường nằm trong khoảng từ 98 đến 100% độ phân tán, với phần diện tích muối than không phân tán là 0,15%.

Ví dụ 5 được sản xuất sử dụng quy trình trộn tương tự như Ví dụ 4; tuy nhiên, tỷ lệ nhỏ (10% trọng lượng) N234 được thay thế bằng sợi nanoxenluloza được phủ lignin khô (LCNF). LCNF chứa 10% trọng lượng của tổng tải chất độn, là tương đương với 5 phr trong công thức hợp chất này. Tải chất độn còn lại được chứa N234 (90% trọng lượng), là tương đương với 45 phr trong công thức hợp chất này. **FIG. 5 A & B** chứng minh rằng nanoxenluloza phân tán là rất kém bởi tán xạ ngược (FIG. 2A) và hình ảnh SEM thứ cấp (FIG. 2B), như được chứng minh bằng các sự kết tụ lớn các sợi nanoxenluloza toàn bộ mặt cắt ngang hợp chất. Phần diện tích của vật liệu không phân tán là 11,52 %, như được định lượng bằng kính hiển vi giao thoa kế (IFM).

Ví dụ 6 được sản xuất sử dụng quy trình trộn tương tự như Ví dụ 1. Thay vì bổ sung LCNF độc lập, khô là trong ví dụ 5, Ví dụ 6 được sử dụng NDC giống với Ví dụ 3. Trong ví dụ cụ thể, cao su NR được sử dụng trong NDC, do đây là nguyên liệu thông thường trong công thức talông lốp xe tải; tuy nhiên, nguyên liệu chất đàn hồi cao su khác có thể được sử dụng. Tỷ lệ theo trọng lượng của LCNF với SMCB với dầu TDAE với NR là 1:1:1:1. NDC được điều chế theo cách tương tự như phương pháp của Ví dụ 3. Tổng tải của NDC là 20 phr, sao cho LCNF được bổ sung vào hợp chất cuối cùng là 10% trọng lượng của tổng tải chất độn, là tương đương với 5 phr trong công thức hợp chất này **FIG. 6 A & B** thể hiện chế phẩm nanoxenluloza thu được khi bổ sung LCNF/ SMCB/TDAE/NR NDC vào hợp chất cao su này. FIG. 3A là hình ảnh điện tử tán xạ ngược của bề mặt hợp chất cắt dao cạo và FIG. 3B là hình ảnh điện tử thứ cấp của vùng tương tự. Phần diện tích của vật liệu không phân tán là

2,44% như được định lượng bằng IFM, và là sự cải thiện đáng kể so với Ví dụ 5 (**FIG. 5A và 5B**). Lưu ý rằng ít các vùng không phân tán trong mặt cắt ngang SEM là nhỏ hơn đáng kể so với các vùng không phân tán trong **FIG. 5A/5B**. Mức phân tán của nanoxenluloza đo được trong hợp chất này là giống như mức phân tán của Ví dụ 4.

Bảng 1

Thành phần	Lớp xe khách Ví dụ 1	Lớp xe khách Ví dụ 2	Lớp xe khách Ví dụ 3	Lớp xe tải Ví dụ 4	Lớp xe tải Ví dụ 5	Lớp xe tải Ví dụ 6
SBR	96,25	96,25	89,38	-	-	-
NR	-	-	5	80	80	80
BR	30	30	30	20	20	20
Muội than	75	70	70	50	45	45
LCNF	-	5	5	0	5	5
Dầu TDAE	5,75	5,75	7,63	4	4	4
ZnO	4	4	4	4	4	4
Axit Stearic	2	2	2	2	2	2
Sáp	2,5	2,5	2,5	3	3	3
6PPD	2	2	2	2	2	2
TMQ	2	2	2	1	1	1
Lưu huỳnh	1,9	1,9	1,9	1,8	1,8	1,8
TBBS	1,5	1,5	1,5	2,4	2,4	2,4

Bảng 2

Quy trình trộn (talông xe khách)				
Sự thao tác	Thời gian (giây)	Nhiệt độ (°C)	VÒNG MỖI PHÚT	Quy trình
1	--	40	77	Nạp: Polyme, NDC
1	30	40	77	Trộn nện xuống
1	--	40	77	Tải: 2/3 CBQuét
1	60	40	77	Trộn nện xuống
1	--	40	77	Nạp: Dầu, 1/3 CB (trộn)
1	90	40	Thay đổi	Trộn nện xuống – Phản hồi phản ứng đến 120 °C
1	--	40	77	Nạp hóa chất, quét
1	15	40	77	Trộn nện lên
1	30	40	Thay đổi	Trộn nện xuống – Phản hồi phản ứng đến 150 °C
1	180	40	Thay đổi	Trộn nện xuống – Phản hồi phản ứng đến 160 °C – Giữ ở 160 °C trong 3 phút
1	~400	--	77	Lấy ra
Nghiên: 70°C, 25:21 vòng mỗi phút, Khoảng cách 0,055-60"				
2	--	40	77	Nạp: hạt Masterbatch
2	30	40	77	Trộn nện xuống
2	--	40	77	Quét
2	30	40	Thay đổi	Trộn nện xuống – Phản hồi phản ứng đến 150 °C
2	180	40	Thay đổi	Trộn nện xuống – Phản hồi phản ứng đến 160 °C – Giữ ở 160 °C trong 3 phút
2	~240	--	77	Lấy ra
Nghiên: 70°C, 25:21 vòng mỗi phút, Khoảng cách 0,055-60"				
2	--	25	60	Nạp: 1/2 MB, Tác nhân xử lý, 1/2 MB

2	30	25	60	Trộn nện xuống
2	30	25	45	Trộn nện xuống
2	--	25	45	Quét
2	120	25	45	Trộn nện xuống
2	~180	--	45	Lấy ra (100°C Tối đa)
Nghiên: 70°C, 25:21 vòng mỗi phút, Khoảng cách 0,055-60"				

Bảng 3

Quy trình trộn (talông xe tải)				
Sự thao tác	Thời gian (giây)	Nhiệt độ (°C)	VÒNG MỖI PHÚT	Quy trình
1	--	40	77	Nạp: Polyme, NDC
1	60	40	77	Trộn nện xuống
1	--	40	77	Nạp: chất hóa học, dầu, 1/2 CB (trộn)
1	60	40	77	Trộn nện xuống
1	--	40	77	Nạp: 1/2 CB (trộn)
1	60	40	77	Trộn nện xuống
1	--	40	77	Quét
1	60	40	77	Trộn nện xuống
1	~300	--	77	Lấy ra (130°C Tối đa – RPM chậm nếu cần)
Nghiên: 70°C, 25:21 vòng mỗi phút, Khoảng cách 0,055-60"				
2	--	25	60	Nạp: 1/2 MB, Tác nhân xử lý, 1/2 MB
2	30	25	60	Trộn nện xuống
2	30	25	45	Trộn nện xuống
2	--	25	45	Quét
2	120	25	45	Trộn nện xuống

2	~180	--	45	Lấy ra (100°C Tối đa)
Nghiên: 70°C, 25:21 vòng mỗi phút, Khoảng cách 0,055-60"				

Sáng chế được mô tả trên đây tham chiếu đến một số khía cạnh và các ví dụ cụ thể. Nhiều biến đổi sẽ gợi ý cho chuyên gia trong ngành về mô tả chi tiết nêu trên. Tất cả các sự thay đổi hiển nhiên sẽ nằm trong phạm vi của yêu cầu bảo hộ đính kèm. Các khía cạnh khác của sáng chế có thể bao gồm, nhưng không bị giới hạn đến, dưới đây (các khía cạnh được mô tả là “chứa” nhưng theo cách khác, có thể “hầu như gồm” hoặc “gồm”):

Khía cạnh 1. Chế phẩm polyme chứa: (I) polyme; (II) chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC) chứa (i) tác nhân phân chia bao gồm chất độn muối than, nhựa mủ đàn hồi, sáp, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng, và (ii) nanoxenluloza; và (III) chất phụ gia muối than.

Khía cạnh 2. Chế phẩm polyme được xác định trong khía cạnh 1, trong đó tỷ lệ theo trọng lượng của polyme với chế phẩm phân tán nanoxenluloza (polyme:NDC) là nằm trong khoảng từ 100:1 đến 1:1.

Khía cạnh 3. Chế phẩm polyme được xác định trong khía cạnh 1, trong đó tỷ lệ theo trọng lượng của polyme với chế phẩm phân tán nanoxenluloza (polyme:NDC) là nằm trong khoảng từ 50:1 đến 2:1.

Khía cạnh 4. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-3, trong đó polyme này chứa chất dẻo nhiệt.

Khía cạnh 5. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-3, trong đó polyme này chứa chất đàn hồi.

Khía cạnh 6. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-3, trong đó polyme này chứa cao su tự nhiên (NR), cao su tự nhiên được epoxy hóa (ENR), cis-polyisopren tổng hợp (IR), cao su styren butadien nhũ tương (emulsion styrene butadiene rubber-eSBR), cao su styren butadien dung dịch (sSBR), cao su polybutadien (BR), cao su butyl (IIR/CIIR/BIIR), cao su chloropren (CR), chất đàn hồi nitril (NBR), chất đàn hồi nitril hydro hóa (HNBR), chất

đàn hồi nitril carboxyl hóa (XNBR), cao su etylen propylen (EPM/EPDM), floelastome (FPM/FKM), cao su polyuretan (AU/EU/PU), hoặc sự kết hợp bất kỳ của chúng.

Khía cạnh 7. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-6, trong đó tác nhân phân chia là tương thích với polyme và giảm sự kết tụ nanoxenluloza.

Khía cạnh 8. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-7, trong đó chế phẩm phân tán nanoxenluloza có sự phân tán nanoxenluloza lớn hơn trong chế phẩm polyme so với sự phân tán của nanoxenluloza không có tác nhân phân chia.

Khía cạnh 9. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-8, trong đó nanoxenluloza chứa tinh thể nanoxenluloza (NC), các sợi nanoxenluloza (NF), hoặc sự kết hợp của nó.

Khía cạnh 10. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-9, trong đó nanoxenluloza chứa tinh thể nanoxenluloza được phủ lignin (LCNC), các sợi nanoxenluloza được phủ lignin (LCNF), hoặc sự kết hợp của nó.

Khía cạnh 11. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-10, trong đó nanoxenluloza chứa các tinh thể nanoxenluloza xenluloza ưa nước (CNC), các sợi nanoxenluloza xenluloza ưa nước (CNF), hoặc sự kết hợp của nó.

Khía cạnh 12. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-11, trong đó chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC) chứa thêm dầu hydrocarbon.

Khía cạnh 13. Chế phẩm polyme được xác định trong khía cạnh 12, trong đó dầu hydrocarbon chứa hydrocarbon béo, hydrocarbon thơm, hoặc sự kết hợp của nó.

Khía cạnh 14. Chế phẩm polyme được xác định trong khía cạnh 12, trong đó dầu hydrocarbon chứa dầu chiết xuất thơm chưng cất đã xử lý (TDAE).

Khía cạnh 15. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-14, trong đó nhựa mủ chất đàn hồi bao gồm cao su tự nhiên (NR), cao su isopren (IR), cao su styren-butadien nhũ tương (ESBR), hoặc sự kết hợp bất kỳ của nó.

Khía cạnh 16. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-15, trong đó sáp này chứa sáp parafin alkan không phân nhánh; khoáng tự nhiên, dầu mỏ tinh chế, hoặc sáp paraffin phân nhánh tinh chế ignin hoặc sáp ceresin; sáp polyetylen; sáp polyetylen có chức; hoặc sự kết hợp bất kỳ của nó.

Khía cạnh 17. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-16, trong đó chất độn muội than và chất phụ gia muội than độc lập chứa muội than lò và/hoặc muội than lò được thay đổi bề mặt.

Khía cạnh 18. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-17, trong đó chất độn muội than và chất phụ gia muội than độc lập được đặc trưng bởi: diện tích bề mặt nitơ là từ $90 \text{ m}^2/\text{g}$ đến khoảng $140 \text{ m}^2/\text{g}$; diện tích bề mặt bên ngoài là từ $80 \text{ m}^2/\text{g}$ đến khoảng $125 \text{ m}^2/\text{g}$; pH là từ 2,5 đến khoảng 4; thể tích trống 50 GM là từ $55 \text{ cm}^3/100\text{g}$ đến khoảng $67 \text{ cm}^3/100\text{g}$; thể tích trống 75 GM là từ $50 \text{ cm}^3/100\text{g}$ đến khoảng $60 \text{ cm}^3/100\text{g}$; thể tích trống 100 GM là từ $45 \text{ cm}^3/100\text{g}$ đến khoảng $55 \text{ cm}^3/100\text{g}$; độ ẩm là từ 2,5% trọng lượng đến khoảng 4,5% trọng lượng; hàm lượng dễ bay hơi là từ 4,5% trọng lượng đến khoảng 6,5% trọng lượng; hàm lượng oxy từ khoảng 2,5% trọng lượng đến khoảng 5,5% trọng lượng; hoặc sự kết hợp bất kỳ của nó.

Khía cạnh 19. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-18, trong đó tác nhân phân chia chứa chất độn muội than, nhựa mủ chất đàn hồi, hoặc sáp.

Khía cạnh 20. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-18, trong đó tác nhân phân chia chứa ít nhất hai trong số chất độn muội than, nhựa mủ chất đàn hồi, và sáp.

Khía cạnh 21. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-20, trong đó tỷ lệ theo trọng lượng của tác nhân phân chia với nanoxenluloza là nằm trong khoảng từ 0,5:1 đến 25:1.

Khía cạnh 22. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-21, trong đó tỷ lệ theo trọng lượng của tác nhân phân chia với nanoxenluloza là nằm trong khoảng từ 1:1 đến 10:1.

Khía cạnh 23. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-22, trong đó chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC) được sản xuất bằng quy trình bao gồm: (a) kết hợp sự phân tán nanoxenluloza trong nước với tác nhân phân chia để tạo thành hỗn hợp; và (b) sấy khô hỗn hợp này để tạo thành chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC).

Khía cạnh 24. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 1-22, trong đó chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC) được sản xuất bằng quy trình bao gồm: (A) kết hợp sự phân tán nanoxenluloza trong nước với tác nhân phân chia để tạo thành hỗn hợp; và (B) sấy khô hỗn hợp này để tạo thành chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC); trong đó tác nhân phân chia là ổn định trong NDC và được tạo khoảng cách giữa các hạt nanoxenluloza để giảm hoặc ngăn ngừa sự kết tụ các hạt nanoxenluloza trong NDC.

Khía cạnh 25. Quy trình phân chia nanoxenluloza trong hệ chứa nước để khả năng phân tán trong polyme được cải thiện, quy trình này bao gồm: (a) kết hợp sự phân tán nanoxenluloza trong nước với tác nhân phân tán để tạo thành hỗn hợp, trong đó tác nhân phân chia chứa chất độn muối than; và (b) sấy khô hỗn hợp này để tạo thành chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC).

Khía cạnh 26. Quy trình phân chia nanoxenluloza trong hệ chứa nước với tác nhân phân tán, quy trình này bao gồm: (A) kết hợp sự phân tán nanoxenluloza trong nước với tác nhân phân chia để tạo thành hỗn hợp, trong đó tác nhân phân chia chứa chất độn muối than; và (B) sấy khô hỗn hợp này để tạo thành chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC); trong đó tác nhân phân chia là ổn định trong NDC và được tạo khoảng cách giữa các hạt nanoxenluloza để giảm hoặc ngăn ngừa sự kết tụ các hạt nanoxenluloza trong NDC.

Khía cạnh 27. Quy trình được xác định trong khía cạnh 25 hoặc 26, trong đó tỷ lệ theo trọng lượng của tác nhân phân chia với nanoxenluloza là nằm trong khoảng từ 0,5:1 đến 25:1.

Khía cạnh 28. Quy trình được xác định trong khía cạnh 25 hoặc 26, trong đó tỷ lệ theo trọng lượng của tác nhân phân chia với nanoxenluloza là nằm trong khoảng từ 1:1 đến 10:1.

Khía cạnh 29. Quy trình được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 25-28, trong đó nanoxenluloza chứa tinh thể nanoxenluloza (NC), các sợi nanoxenluloza (NF), hoặc sự kết hợp của nó.

Khía cạnh 30. Quy trình được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 25-29, trong đó nanoxenluloza chứa tinh thể nanoxenluloza được phủ lignin (LCNC), các sợi nanoxenluloza được phủ lignin (LCNF), hoặc sự kết hợp của nó.

Khía cạnh 31. Quy trình được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 25-30, trong đó nanoxenluloza chứa các tinh thể nanoxenluloza xenluloza ưa nước (CNC), các sợi nanoxenluloza xenluloza ưa nước (CNF), hoặc sự kết hợp của nó.

Khía cạnh 32. Quy trình được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 25-31, trong đó tác nhân phân chia chứa thêm nhựa mủ đàn hồi, sáp, hoặc sự kết hợp của nó.

Khía cạnh 33. Quy trình được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 25-32, trong đó nanoxenluloza phân tán trong nước được kết hợp với tác nhân phân chia và dầu hydrocarbon.

Khía cạnh 34. Quy trình được xác định trong khía cạnh 33, trong đó dầu hydrocarbon chứa hydrocarbon béo, hydrocarbon thơm, hoặc sự kết hợp của nó.

Khía cạnh 35. Quy trình được xác định trong khía cạnh 33, trong đó dầu hydrocarbon chứa dầu chiết xuất thơm chưng cất đã xử lý (TDAE).

Khía cạnh 36. Quy trình được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 32-35, trong đó nhựa mủ chất đàn hồi bao gồm cao su tự nhiên (NR), cao

su isopren (IR), cao su styren-butadien nhũ tương (ESBR), hoặc sự kết hợp bất kỳ của nó.

Khía cạnh 37. Quy trình được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 32-36, trong đó sáp này chứa sáp parafin alkan không phân nhánh; khoáng tự nhiên, dầu mỏ tinh chế, hoặc sáp paraffin phân nhánh tinh chế ignin hoặc sáp ceresin; sáp polyetylen; sáp polyetylen có chức; hoặc sự kết hợp bất kỳ của nó.

Khía cạnh 38. Quy trình được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 25-37, trong đó chất độn muội than chứa muội than lò và/hoặc muội than lò được thay đổi bề mặt.

Khía cạnh 39. Quy trình được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 25-38, trong đó chất độn muội than được đặc trưng bởi: diện tích bề mặt nitơ là từ $90 \text{ m}^2/\text{g}$ đến khoảng $140 \text{ m}^2/\text{g}$; diện tích bề mặt bên ngoài là từ $80 \text{ m}^2/\text{g}$ đến khoảng $125 \text{ m}^2/\text{g}$; pH là từ 2,5 đến khoảng 4; thể tích trống 50 GM là từ $55 \text{ cm}^3/100\text{g}$ đến khoảng $67 \text{ cm}^3/100\text{g}$; thể tích trống 75 GM là từ $50 \text{ cm}^3/100\text{g}$ đến khoảng $60 \text{ cm}^3/100\text{g}$; thể tích trống 100 GM là từ $45 \text{ cm}^3/100\text{g}$ đến khoảng $55 \text{ cm}^3/100\text{g}$; độ ẩm là từ 2,5% trọng lượng đến khoảng 4,5% trọng lượng; hàm lượng dễ bay hơi là từ 4,5% trọng lượng đến khoảng 6,5% trọng lượng; hàm lượng oxy từ khoảng 2,5% trọng lượng đến khoảng 5,5% trọng lượng; hoặc sự kết hợp bất kỳ của nó.

Khía cạnh 40. Chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC) được sản xuất bằng quy trình được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 25-39.

Khía cạnh 41. Chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC) chứa: (i) tác nhân phân chia bao gồm chất độn muội than; và (ii) nanoxenluloza.

Khía cạnh 42. Chế phẩm được xác định trong khía cạnh 40 hoặc 41, trong đó tác nhân phân chia là tương thích với polyme và giảm sự kết tụ nanoxenluloza.

Khía cạnh 43. Chế phẩm được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 40-42, trong đó chế phẩm phân tán nanoxenluloza có khả năng phân tán nanoxenluloza trong chế phẩm polyme lớn hơn so với khả năng phân tán của nanoxenluloza không có tác nhân phân chia.

Khía cạnh 44. Chế phẩm được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 40-43, trong đó nanoxenluloza chứa tinh thể nanoxenluloza (NC), các sợi nanoxenluloza (NF), hoặc sự kết hợp của nó.

Khía cạnh 45. Chế phẩm được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 40-44, trong đó nanoxenluloza chứa tinh thể nanoxenluloza được phủ lignin (LCNC), các sợi nanoxenluloza được phủ lignin (LCNF), hoặc sự kết hợp của nó.

Khía cạnh 46. Chế phẩm được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 40-45, trong đó nanoxenluloza chứa các tinh thể nanoxenluloza xenluloza ưa nước (CNC), các sợi nanoxenluloza xenluloza ưa nước (CNF), hoặc sự kết hợp của nó.

Khía cạnh 47. Chế phẩm được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 40-46, trong đó tác nhân phân chia chứa thêm nhựa mủ đàn hồi, sáp, hoặc sự kết hợp của nó.

Khía cạnh 48. Chế phẩm được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 40-47, trong đó chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC) chứa thêm dầu hydrocarbon.

Khía cạnh 49. Chế phẩm được xác định trong khía cạnh 48, trong đó dầu hydrocarbon chứa hydrocarbon béo, hydrocarbon thơm, hoặc sự kết hợp của nó.

Khía cạnh 50. Chế phẩm được xác định trong khía cạnh 48, trong đó dầu hydrocarbon chứa dầu chiết xuất thơm chưng cất đã xử lý (TDAE).

Khía cạnh 51. Chế phẩm được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 47-50, trong đó nhựa mủ chất đàn hồi bao gồm cao su tự nhiên (NR), cao su isopren (IR), cao su styren-butadien nhũ tương (ESBR), hoặc sự kết hợp bất kỳ của nó.

Khía cạnh 52. Chế phẩm được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 47-51, trong đó sáp này chứa sáp parafin alkan không phân nhánh; khoáng tự nhiên, dầu mỏ tinh chế, hoặc sáp paraffin phân nhánh tinh chế ignin hoặc sáp ceresin; sáp polyetylen; sáp polyetylen có chức; hoặc sự kết hợp bất kỳ của nó.

Khía cạnh 53. Chế phẩm được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 40-52, trong đó chất độn muối than chứa muối than lò và/hoặc muối than lò được thay đổi bề mặt.

Khía cạnh 54. Chế phẩm được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 40-53, trong đó chất độn muối than được đặc trưng bởi: diện tích bề mặt nitơ là từ $90 \text{ m}^2/\text{g}$ đến khoảng $140 \text{ m}^2/\text{g}$; diện tích bề mặt bên ngoài là từ $80 \text{ m}^2/\text{g}$ đến khoảng $125 \text{ m}^2/\text{g}$; pH là từ 2,5 đến khoảng 4; thể tích trống 50 GM là từ $55 \text{ cm}^3/100\text{g}$ đến khoảng $67 \text{ cm}^3/100\text{g}$; thể tích trống 75 GM là từ $50 \text{ cm}^3/100\text{g}$ đến khoảng $60 \text{ cm}^3/100\text{g}$; thể tích trống 100 GM là từ $45 \text{ cm}^3/100\text{g}$ đến khoảng $55 \text{ cm}^3/100\text{g}$; độ ẩm là từ 2,5% trọng lượng đến khoảng 4,5% trọng lượng; hàm lượng dễ bay hơi là từ 4,5% trọng lượng đến khoảng 6,5% trọng lượng; hàm lượng oxy từ khoảng 2,5% trọng lượng đến khoảng 5,5% trọng lượng; hoặc sự kết hợp bất kỳ của nó.

Khía cạnh 55. Chế phẩm được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 40-54, trong đó tỷ lệ theo trọng lượng của tác nhân phân chia với nanoxenluloza là nằm trong khoảng từ 0,5:1 đến 25:1.

Khía cạnh 56. Chế phẩm được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 40-55, trong đó tỷ lệ theo trọng lượng của tác nhân phân chia với nanoxenluloza là nằm trong khoảng từ 1:1 đến 10:1.

Khía cạnh 57. Chế phẩm polyme chứa: (I) polyme; và (II) chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC) được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 40-56.

Khía cạnh 58. Chế phẩm polyme được xác định trong khía cạnh 57, trong đó tỷ lệ theo trọng lượng của polyme với chế phẩm phân tán nanoxenluloza (polyme:NDC) là nằm trong khoảng từ 100:1 đến 1:1.

Khía cạnh 59. Chế phẩm polyme được xác định trong khía cạnh 57, trong đó tỷ lệ theo trọng lượng của polyme với chế phẩm phân tán nanoxenluloza (polyme:NDC) là nằm trong khoảng từ 50:1 đến 2:1.

Khía cạnh 60. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 57-59, trong đó polyme này chứa chất dẻo nhiệt.

Khía cạnh 61. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 57-59, trong đó polyme này chứa chất đàn hồi.

Khía cạnh 62. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 57-59, trong đó polyme này chứa cao su tự nhiên (NR), cao su tự nhiên được epoxy hóa (ENR), cis-polyisopren tổng hợp (IR), cao su styren butadien nhũ tương (eSBR), cao su styren butadien dung dịch (sSBR), cao su polybutadien (BR), cao su butyl (IIR/CIIR/BIIR), cao su cloropren (CR), chất đàn hồi nitril (NBR), chất đàn hồi nitril hydro hóa (HNBR), chất đàn hồi nitril carboxyl hóa (XNBR), cao su etylen propylen (EPM/EPDM), floelastome (FPM/FKM), cao su polyuretan (AU/EU/PU), hoặc sự kết hợp bất kỳ của nó.

Khía cạnh 63. Chế phẩm polyme được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ 57-62, trong đó chế phẩm polyme chứa thêm chất phụ gia muối than.

Khía cạnh 64. Chế phẩm hoặc quy trình được xác định trong một khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh nêu trên, trong đó chế phẩm polyme, và/hoặc NDC, và/hoặc tác nhân phân chia không chứa nguyên liệu muối than (ví dụ, chất phụ gia muối than hoặc chất độn muối than).

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC) chứa:
 - (i) tác nhân phân chia bao gồm chất độn muội than, và ít nhất một trong số nhựa mủ đàn hồi và/hoặc sáp; và
 - (ii) nanoxenluloza
2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC) chứa thêm (iii) dầu hydrocarbon.
3. Chế phẩm theo điểm 2, trong đó dầu hydrocarbon chứa hydrocarbon béo, hydrocarbon thơm, hoặc sự kết hợp của nó.
4. Chế phẩm theo điểm 2, trong đó dầu hydrocarbon chứa dầu chiết xuất thơm chưng cất đã xử lý (TDAE).
5. Chế phẩm theo một điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1-4, trong đó tác nhân phân chia chứa nhựa mủ đàn hồi.
6. Chế phẩm theo điểm 5, trong đó nhựa mủ đàn hồi chứa cao su tự nhiên (NR), cao su isopren (IR), cao su styren-butadien nhũ tương (ESBR), hoặc sự kết hợp bất kỳ của nó.
7. Chế phẩm theo một điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1-6, trong đó tác nhân phân chia chứa sáp.
8. Chế phẩm theo điểm 7, trong đó sáp này chứa sáp parafin alkan không phân nhánh; khoáng tự nhiên, dầu mỏ tinh chế, hoặc sáp paraffin phân nhánh tinh chế lignin hoặc sáp ceresin; sáp polyetylen; sáp polyetylen có chức; hoặc sự kết hợp bất kỳ của nó.

9. Chế phẩm theo một điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1-8, trong đó chất độn muối than chứa muối than lò và/hoặc muối than lò được thay đổi bề mặt.
10. Chế phẩm theo một điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1-9, trong đó chất độn muối than được đặc trưng bởi:
- diện tích bề mặt nitơ là từ $90 \text{ m}^2/\text{g}$ đến $140 \text{ m}^2/\text{g}$;
 - diện tích bề mặt bên ngoài là từ $80 \text{ m}^2/\text{g}$ đến $125 \text{ m}^2/\text{g}$;
 - pH là từ 2,5 đến 4;
 - thể tích trống 50 GM là từ $55 \text{ cm}^3/100\text{g}$ đến $67 \text{ cm}^3/100\text{g}$;
 - thể tích trống 75 GM là từ $50 \text{ cm}^3/100\text{g}$ đến $60 \text{ cm}^3/100\text{g}$;
 - thể tích trống 100 GM là từ $45 \text{ cm}^3/100\text{g}$ đến $55 \text{ cm}^3/100\text{g}$;
 - độ ẩm là từ 2,5% trọng lượng đến 4,5% trọng lượng;
 - hàm lượng dễ bay hơi là từ 4,5% trọng lượng đến 6,5% trọng lượng;
 - hàm lượng oxy từ khoảng 2,5% trọng lượng đến khoảng 5,5% trọng lượng; hoặc
- sự kết hợp bất kỳ của nó.
11. Chế phẩm theo một điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1-10, trong đó nanoxenluloza chứa tinh thể nanoxenluloza (NC), các sợi nanoxenluloza (NF), hoặc sự kết hợp của nó.
12. Chế phẩm theo một điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1-10, trong đó nanoxenluloza chứa tinh thể nanoxenluloza được phủ lignin (LCNC), các sợi nanoxenluloza được phủ lignin (LCNF), hoặc sự kết hợp của nó.
13. Chế phẩm theo một điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1-10, trong đó nanoxenluloza chứa các tinh thể nanoxenluloza xenluloza ưa nước (CNC), các sợi nanoxenluloza xenluloza ưa nước (CNF), hoặc sự kết hợp của nó.
14. Chế phẩm theo một điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1-13, trong đó tỷ lệ theo trọng lượng của tác nhân phân chia với nanoxenluloza là nằm trong khoảng từ 0,5:1 đến 25:1.

15. Chế phẩm polyme chứa:

(I) polyme; và

(II) chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC) theo một điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1-14.

16. Chế phẩm polyme theo điểm 15, trong đó tỷ lệ theo trọng lượng của polyme với chế phẩm phân tán nanoxenluloza (polyme:NDC) là nằm trong khoảng từ 100:1 đến 1:1.

17. Quy trình sản xuất chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC) theo điểm 1, quy trình này bao gồm:

(a) kết hợp sự phân tán nanoxenluloza trong nước với tác nhân phân chia để tạo thành hỗn hợp; và

(b) sấy khô hỗn hợp này để tạo thành chế phẩm phân tán nanoxenluloza (NDC).

18. Quy trình theo điểm 17, trong đó sự phân tán nanoxenluloza trong nước được kết hợp với tác nhân phân chia và dầu hydrocarbon.

1/6

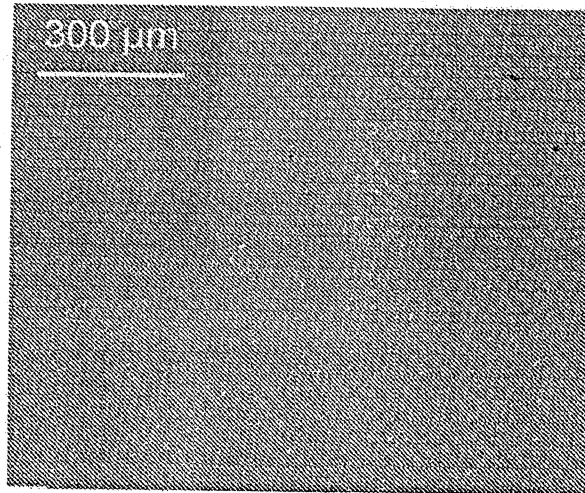


FIG. 1A

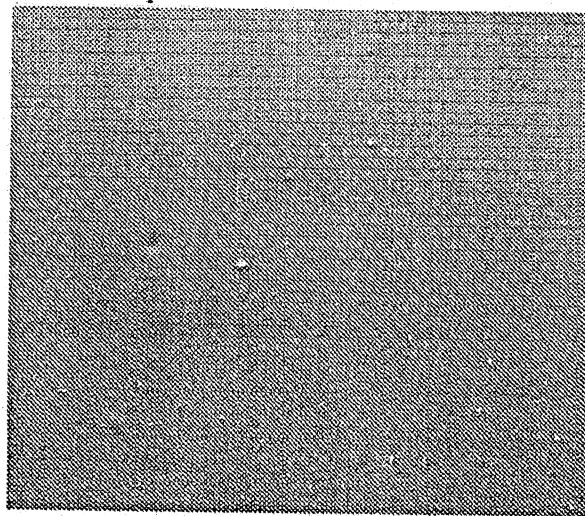


FIG. 1B

2/6

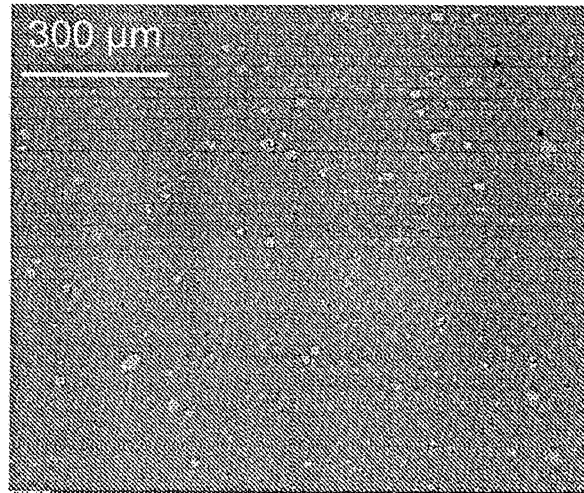


FIG. 2A

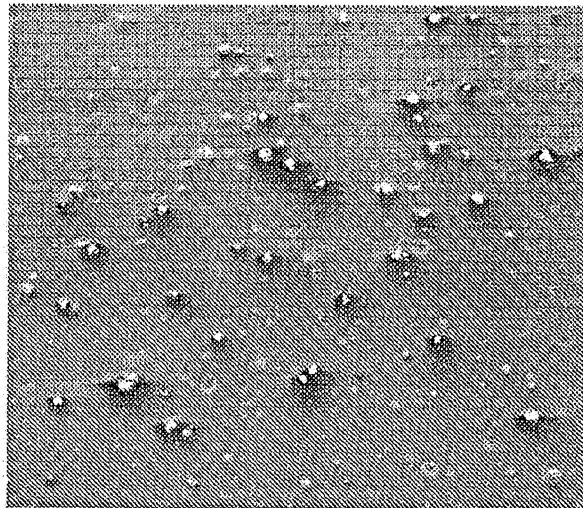


FIG. 2B

3/6

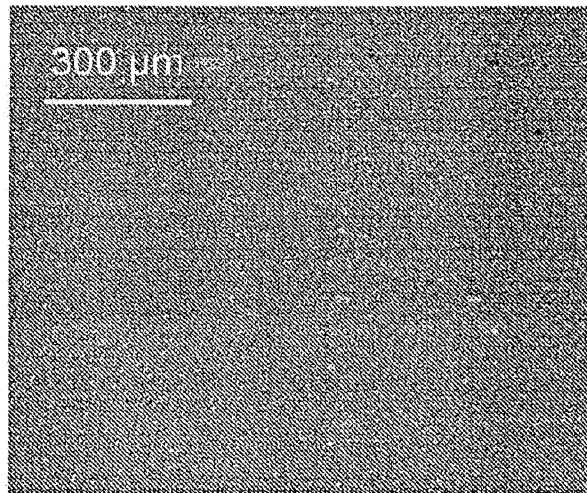


FIG. 3A

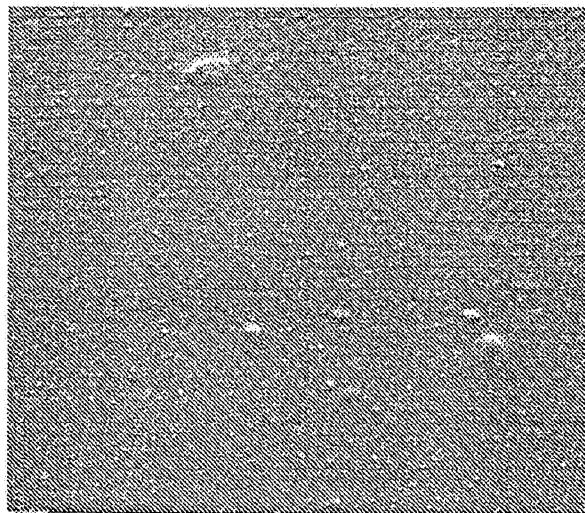


FIG. 3B

4/6

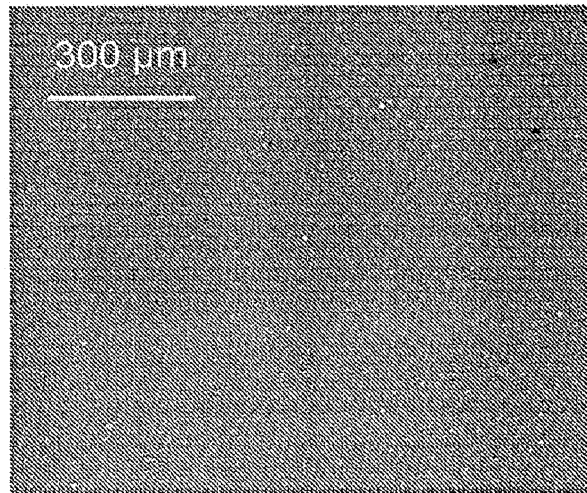


FIG. 4A

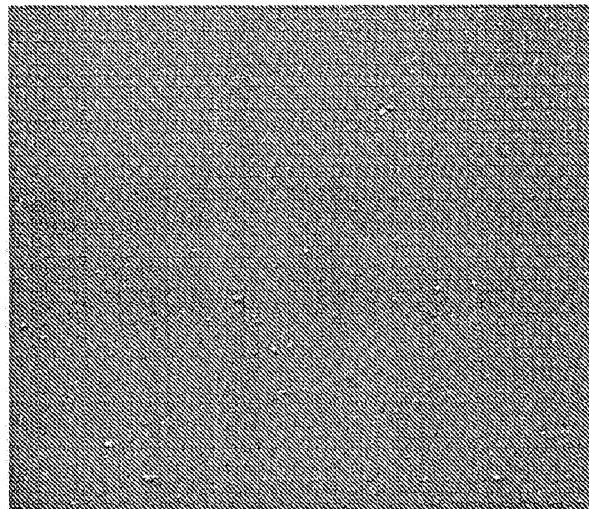


FIG. 4B

5/6

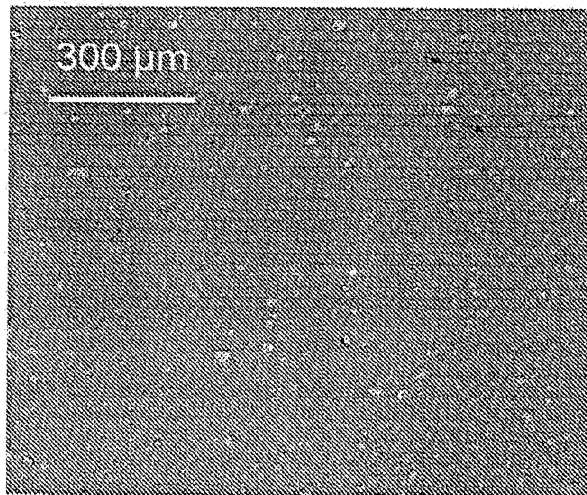


FIG. 5A

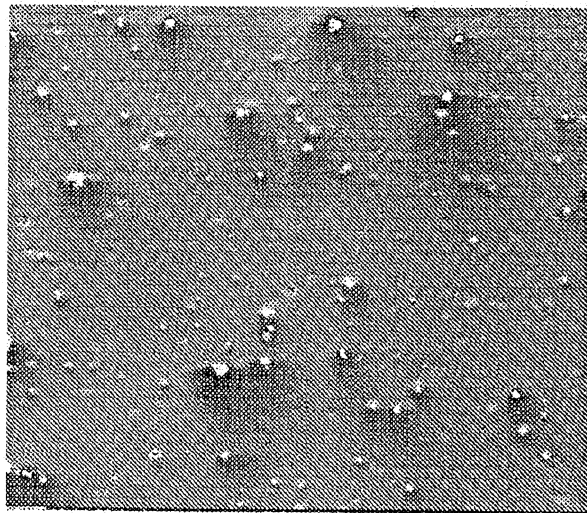


FIG. 5B

6/6

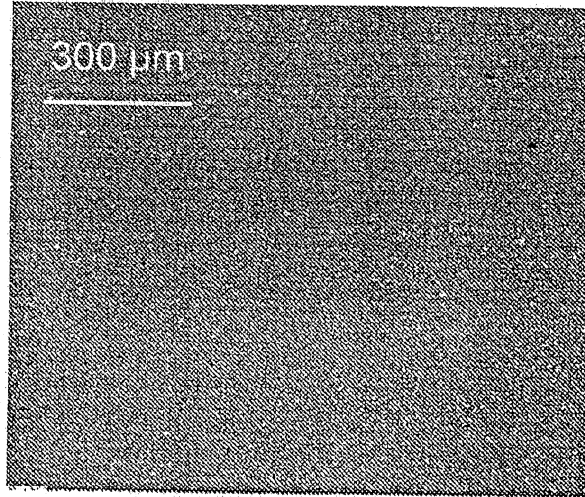


FIG. 6A

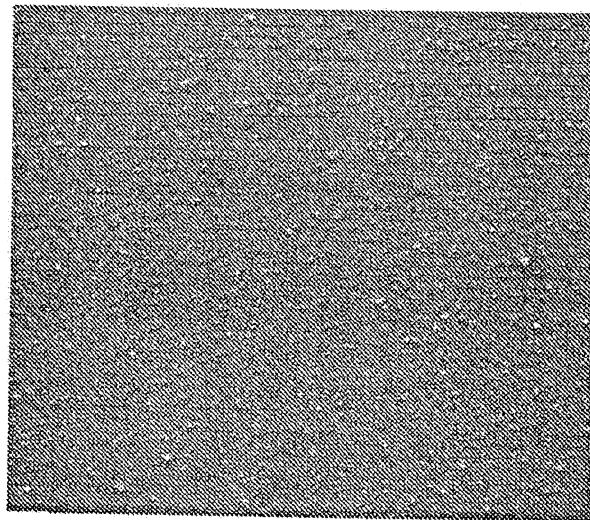


FIG. 6B