



(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)



1-0048610

(51)⁸ C08K 3/04; C08J 3/16; C08J 3/215; (13) B
C08J 3/22; C08L 9/10; C08K 3/36; C08L
21/02; C08L 7/02; C08J 3/05

(21) 1-2018-00684

(22) 13/07/2016

(86) PCT/US2016/042081 13/07/2016

(87) WO2017/011548 19/01/2017

(30) 62/192,891 15/07/2015 US

(45) 25/07/2025 448

(43) 26/04/2018 361A

(73) CABOT CORPORATION (US)

Two Seaport Lane Suite 1300 Boston, Massachusetts 02210, United States of America

(72) XIONG, Jincheng (US); GREEN, Martin C. (GB); WILLIAMS, William R. (US); FOMITCHEV, Dmitry (US); ADLER, Gerald D. (US); MCDONALD, Duane G. (US); GROSZ, Ron (US).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT HỢP THỂ ĐÀN HỒI CHỨA SILIC OXIT, PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT HỢP CHẤT CAO SU, PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT SẢN PHẨM CAO SU VÀ SẢN PHẨM CÓ PHA CAO SU LIÊN TỤC CHỨA SILIC OXIT

(21) 1-2018-00684

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi chứa silic oxit bằng thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit, cùng với hợp thể đàn hồi chứa silic oxit được tạo ra bằng phương pháp này. Các lợi ích đạt được bằng phương pháp này cũng được mô tả. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sản xuất hợp chất cao su, phương pháp sản xuất sản phẩm cao su và sản phẩm có pha cao su liên tục chứa silic oxit.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi chứa silic oxit. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến hợp thể đàn hồi được gia cường bằng silic oxit được tạo ra bằng phương pháp hỗn hợp gốc ướt.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhiều sản phẩm có giá trị thương mại được tạo ra từ các hợp thể đàn hồi trong đó vật liệu gia cường dạng hạt được phân tán trong hợp thể bất kỳ trong số các hợp thể đàn hồi tổng hợp, cao su tự nhiên hoặc các hợp thể đàn hồi khác nhau. Muội than và silic oxit, ví dụ, được sử dụng nhiều dưới dạng các tác nhân gia cường trong cao su tự nhiên và các hợp thể đàn hồi khác. Hỗn hợp gốc thường được tạo ra, tức là hỗn hợp sơ chế chứa vật liệu gia cường, hợp thể đàn hồi và các chất phụ gia tùy ý khác nhau, như dầu độn. Nhiều sản phẩm có giá trị thương mại được tạo ra từ các hợp thể đàn hồi như vậy. Các sản phẩm này bao gồm, ví dụ, lốp xe trong đó các hợp thể đàn hồi khác nhau có thể được sử dụng cho phần mặt gai, thành lốp, phần bọc tanh và phần cốt của lốp. Các sản phẩm khác bao gồm, ví dụ, bạc lót bộ động cơ, băng tải, thanh lau tấm chắn gió, đệm kín, đệm lót, bánh xe, bộ giảm xóc và các sản phẩm tương tự.

Việc phân tán tốt tác nhân gia cường dạng hạt trong các hợp chất cao su đôi khi được coi là một trong số các mục tiêu quan trọng nhất để đạt được chất lượng tốt và đặc tính sản phẩm đồng nhất, và đã và đang có các nỗ lực đáng kể nhằm phát triển các phương pháp nâng cao chất lượng phân tán trong cao su. Hỗn hợp gốc và các thao tác trộn khác có tác động trực tiếp đến hiệu quả và chất lượng phân tán. Nói chung, ví dụ, khi muội than được dùng để gia cường cao su, các thể phân tán lớn chứa muội than chấp nhận được có thể thu được trong hỗn hợp gốc trộn khô. Tuy nhiên, phân tán đồng nhất, chất lượng cao chứa silic oxit bằng các quy trình trộn khô này gặp nhiều khó khăn và các giải pháp khác nhau đã và đang được đề xuất bởi

ngành công nghiệp này để giải quyết vấn đề này, như silic oxit kết tủa ở dạng “silic oxit rất dễ phân tán” hoặc hạt dễ chảy “HDS”. Việc trộn mạnh hơn có thể nâng cao sự phân tán silic oxit, nhưng cũng có thể làm thoái biến hợp thể đàn hồi thành chất độn mà đang được phân tán. Đây là vấn đề đặc biệt khó giải quyết trong trường hợp cao su tự nhiên, mà rất dễ bị thoái biến cơ học/do nhiệt.

Ngoài các kỹ thuật trộn khô, đã biết việc nạp latec đàn hồi hoặc dung dịch chứa polyme và muối than hoặc huyền phù chứa silic oxit vào bể được khuấy. Kỹ thuật “hỗn hợp gốc ướt” như vậy có thể được sử dụng với latec cao su tự nhiên và các hợp thể đàn hồi tổng hợp được tạo nhũ tương, như cao su styren butadien (styrene butadiene rubber-SBR). Tuy nhiên, trong khi kỹ thuật trộn ướt này đã thể hiện triển vọng khi chất độn là muối than, kỹ thuật trộn ướt này, khi chất độn là silic oxit, có thử thách trong việc thu được hợp thể đàn hồi chấp nhận được. Các kỹ thuật cụ thể để tạo ra hỗn hợp gốc ướt, như các kỹ thuật được bộc lộ trong patent Mỹ số 6,048,923, nội dung của patent Mỹ đó được đưa vào bản mô tả này bằng cách viện dẫn, là không hữu hiệu để tạo ra các hợp thể đàn hồi dùng hạt silic oxit dưới dạng tác nhân duy nhất hoặc tác nhân gia cường chính.

Do đó, cần đến việc cải thiện các phương pháp hợp nhất silic oxit trong các hợp thể đàn hồi trong quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt, như phương pháp cho phép kết hợp hai chất lưu với nhau trong các điều kiện tác động liên tục với năng lượng cao, để có được hợp thể đàn hồi đạt yêu cầu có chất gia cường chủ yếu hoặc duy nhất là các hạt silic oxit.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi bằng cách sử dụng quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt cho phép sử dụng silic oxit, mà vẫn có được các hợp thể đàn hồi chứa silic oxit mong muốn.

Để có được các ưu điểm này và các ưu điểm khác, và theo mục đích của sáng chế, như được thể hiện và đã được mô tả một cách khái quát trong bản mô tả này, sáng chế đề cập đến việc bố trí có kiểm soát và chọn lọc hoặc việc đưa silic oxit trong quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt tạo ra hợp thể đàn hồi.

Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp tạo ra hợp thể đàn hồi trong quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt bao gồm các bước, nhưng không chỉ giới hạn ở, việc sử dụng chất lỏng mà chứa latec đàn hồi và sử dụng chất lỏng bổ sung mà có thể phân tán được làm mất ổn định chứa silic oxit dạng hạt. Hai chất lỏng được kết hợp với nhau trong các điều kiện dòng liên tục và vận tốc được chọn. Sự kết hợp là sao cho silic oxit được phân tán trong latec đàn hồi và song song (hoặc hầu như song song), latec đàn hồi được chuyển hoá từ hợp thể đàn hồi dạng lỏng sang dạng rắn hoặc bán rắn, như sang pha cao su liên tiếp chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn. Quá trình chuyển hoá này có thể xảy ra, ví dụ, trong khoảng hai giây hoặc ít hơn như một phần của hai giây, do một chất lỏng tác động đến chất lỏng kia với đủ năng lượng để khiến cho phân tán đồng nhất và đều nhau của hạt silic oxit trong hợp thể đàn hồi. Việc sử dụng thể phân tán được làm mất ổn định chứa silic oxit trong quy trình hỗn hợp gốc cho phép tạo ra hợp thể đàn hồi với các đặc tính mong muốn.

Sáng chế còn đề cập đến hợp thể đàn hồi được tạo ra từ một quy trình bất kỳ hoặc nhiều trong số các quy trình được mô tả trong bản mô tả này. Sáng chế còn đề cập đến sản phẩm mà được tạo ra từ hoặc chứa (các) hợp thể đàn hồi của sáng chế.

Cần phải hiểu rằng cả phần mô tả chung nêu trên và phần mô tả chi tiết sau chỉ là ví dụ và chỉ là phần giải thích và được dự định để đưa ra phần giải thích hợp nữa sáng chế như được yêu cầu bảo hộ.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Các hình vẽ kèm theo, mà được đưa vào bản mô tả này và cấu thành một phần của bản mô tả, minh hoạ các dấu hiệu kỹ thuật khác nhau của sáng chế và cùng với phần mô tả này, nhằm mục đích giải thích các nguyên lý của sáng chế.

Các hình vẽ Fig.1(a), Fig.1(b) và Fig.1(c) là các sơ đồ minh hoạ các thiết bị trộn làm ví dụ mà có thể được sử dụng theo sáng chế và mà được sử dụng trong một số ví dụ.

Fig.2 là sơ đồ khối thể hiện các bước khác nhau mà có thể xảy ra trong quá trình tạo ra hợp thể đàn hồi dễ lưu hoá và hợp thể đàn hồi được lưu hoá theo các

phương án của sáng chế và trong quá trình tạo ra các hợp chất cao su chứa hợp thể đàn hồi này.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề cập đến việc đưa theo cách chọn lọc hoặc có tính chiến lược silic oxit cũng như muối than vào latec đàn hồi trong quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt, nhanh chóng và liên tục. Quy trình này có thể được thực hiện trong vùng phản ứng bán giới hạn, như buồng trộn dạng ống hoặc buồng trộn khác của thiết bị thích hợp để thực hiện quy trình như vậy trong các tham số dòng theo thể tích và vận tốc được kiểm soát, dẫn đến các đặc tính có lợi mà sẽ không thu được, nhưng nhờ có việc sử dụng lựa chọn và chiến lược này của silic oxit. Như được giải thích một cách chi tiết hơn trong bản mô tả này, thuật ngữ 'lựa chọn', sáng chế sử dụng thể phân tán được làm mất ổn định chứa silic oxit. Và, bằng việc đưa vào 'theo chiến lược', sáng chế sử dụng ít nhất hai chất lỏng riêng rẽ, một chất lỏng chứa latec đàn hồi và chất lỏng kia chứa thể phân tán được làm mất ổn định chứa silic oxit. Hai chất lỏng này có thể được bơm hoặc được chuyển vào trong vùng phản ứng, như vùng phản ứng bán giới hạn. Hai chất lỏng này có thể được kết hợp trong các điều kiện dòng liên tục và trong các điều kiện dòng theo thể tích và vận tốc được lựa chọn. Việc tổ hợp trong áp suất với các điều kiện vận tốc khác nhau được lựa chọn là đủ năng lượng mà silic oxit có thể được phân tán trong hai giây hoặc ít hơn, như trong hàng mili giây, trong latec đàn hồi và latec đàn hồi là này được chuyển hoá từ pha lỏng sang pha rắn, như sang hợp thể đàn hồi chứa silic oxit ở dạng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn.

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi chứa silic oxit, hầu như bao gồm hoặc bao gồm các bước sau:

(a) tạo ra dòng liên tục trong áp suất ít nhất là chất lỏng thứ nhất chứa thể phân tán được làm mất ổn định chứa silic oxit và cung cấp dòng liên tục của chất lỏng thứ hai chứa latec đàn hồi;

(b) điều chỉnh dòng theo thể tích của chất lỏng thứ nhất và chất lỏng thứ hai để thu được hợp thể đàn hồi có hàm lượng silic oxit nằm trong khoảng từ 15phr đến 180phr; và

(c) tổ hợp dòng chất lỏng thứ nhất và dòng chất lỏng thứ hai (ví dụ trong vùng phản ứng bán giới hạn) với đủ tác động để phân tán silic oxit trong latec đàn hồi, để thu được dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng bán rắn. Phương pháp chuyển hoá latec đàn hồi từ chất lỏng sang dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn. Pha cao su liên tục chứa silic oxit có thể được thu gom dưới dạng dòng hầu như liên tục của pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn.

Phần mô tả chi tiết hơn nữa và/hoặc các lựa chọn đối với phương pháp theo sáng chế được mô tả dưới đây.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, “silic oxit” có nghĩa là silic dioxit dạng hạt hoặc hạt được phủ bằng silic dioxit và chứa silic oxit kết tủa ở dạng bất kỳ, như hạt rất dễ phân tán (HDS), hạt không HDS, khối kết tụ silic oxit và hạt silic oxit; silic oxit dạng keo; silic oxit hun khói; và các tổ hợp bất kỳ của chúng. Silic dioxit hoặc hạt được phủ silic dioxit như vậy có thể được xử lý bằng hoá học để có nhóm chức được gắn kết (được gắn (ví dụ, được gắn bằng hoá học) hoặc được kết dính (ví dụ, được hấp phụ)) vào các bề mặt silic oxit. Do đó, “silic oxit” bao gồm hạt bất kỳ có bề mặt hầu như gồm có silic oxit hoặc silic oxit có nhóm chức được gắn kết hoặc được gắn vào đó.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, “thể phân tán” có nghĩa là huyền phù ổn định chứa hạt rắn trong chất lỏng, trong đó điện tích ở bề mặt của hạt ngăn không cho kết tụ hạt và thể phân tán này được đặc trưng bởi độ phóng đại điện thế zeta lớn hơn hoặc bằng 30mV.

Điện thế zeta được dùng để đo độ ổn định của hạt mang điện, như hạt silic oxit, được phân tán trong chất lỏng. Việc đo điện thế zeta có thể có phương sai, ví dụ +/-2mV và như được sử dụng trong bản mô tả này, độ lớn điện thế zeta dùng

để chỉ trị số tuyệt đối theo số, ví dụ, trị số điện thế zeta là -30mV có độ lớn lớn hơn trị số điện thế zeta là -10mV.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, "thể phân tán được làm mất ổn định" có nghĩa là huyền phù chứa hạt rắn trong chất lỏng trong đó điện tích ở bề mặt hạt đã được giảm nhờ sự có mặt của một các nhân hoặc nhờ việc xử lý hạt rắn và được đặc trưng bởi độ lớn điện thế zeta nhỏ hơn 30mV hoặc tốt hơn nữa là điện thế zeta nhỏ hơn 28mV hoặc nhỏ hơn 25mV. Chất lỏng có thể là nước, chất lỏng trộn lẫn được với nước (ví dụ rượu hoặc ete), chất lỏng trộn lẫn được một phần với nước hoặc hỗn hợp chất lỏng chứa ít nhất chất lỏng trộn lẫn được với nước hoặc chất lỏng trộn lẫn được một phần với nước.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, các thuật ngữ "huyền phù chứa silic oxit" và "thể phân tán" có nghĩa là thể phân tán chứa silic oxit trong chất lỏng, trong đó điện tích ở bề mặt silic oxit ngăn không cho kết tụ hạt và thể phân tán này được đặc trưng bởi trị số điện thế zeta với độ lớn ít nhất là 30mV. Huyền phù chứa silic oxit hoặc thể huyền phù có thể được làm mất ổn định bằng việc xử lý với đủ (các) tác nhân hoặc bằng việc xử lý silic oxit, để làm giảm điện tích trên bề mặt của silic oxit và huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định thu được (hoặc thể phân tán silic oxit được làm mất ổn định) được đặc trưng bởi độ lớn điện thế zeta nhỏ hơn 30mV.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ "đồng nhất" và "theo cách đồng nhất" được dự định có nghĩa là, theo cách thông thường đối với chuyên gia trong lĩnh vực này, nồng độ của thành phần, ví dụ, chất độn dạng hạt, theo phần hoặc tỷ lệ phần trăm đã nêu bất kỳ (ví dụ, 5%) thể tích giống (ví dụ, trong 2%) với nồng độ của thành phần đó trong tổng thể tích của vật yêu cầu, ví dụ, hợp thể đàn hồi hoặc thể phân tán. Chuyên gia trong lĩnh vực này sẽ có khả năng xác nhận tính đồng nhất thống kê của vật liệu, nếu cần, nhờ các phép đo nồng độ của thành phần bằng cách sử dụng vài mẫu được lấy từ các vị trí khác nhau (ví dụ gần với bề mặt hoặc sau hơn trong khối).

Như được sử dụng trong bản mô tả này, "hợp thể đàn hồi chứa silic oxit" có nghĩa là hỗn hợp gốc (hỗn hợp sơ chế chứa vật liệu gia cường, hợp thể đàn hồi

và các chất phụ gia tùy ý khác nhau, như dầu độn) gồm cao su cố kết chứa lượng gia cường (ví dụ, khoảng từ 15phr đến 180phr) silic oxit được phân tán. Hợp thể đàn hồi chứa silic oxit có thể chứa các thành phần khác tùy ý như axit, muối, chất chống oxy hoá, chất chống thoái biến, chất ghép nối, lượng nhỏ (ví dụ, 10% trọng lượng hoặc nhỏ hơn tổng số hạt) của các hạt khác, chất trợ giúp xử lý và/hoặc dầu độn hoặc các tổ hợp bất kỳ của nó.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, “pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn” có nghĩa là hợp thể chứa pha cao su liên tục và pha phân tán đồng nhất chứa silic oxit và ví dụ, tối đa 90% trọng lượng chất lỏng trong nước. Pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn có thể là dạng dây cáp hoặc ống xoắn liên tục. Khi được nén, các sản phẩm này giải phóng ra nước. Pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn có thể chứa các thành phần khác tùy ý như axit, muối, chất chống oxy hoá, chất ghép nối, lượng nhỏ của các hạt khác (ví dụ, 10% trọng lượng hoặc ít hơn tổng các hạt) và/hoặc dầu xử lý hoặc tổ hợp bất kỳ của nó.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, “pha cao su liên tục chứa silic oxit ở dạng bán rắn” có nghĩa là hợp thể có độ sệt dạng bột nhão, có pha cao su liên tục chứa silic oxit. Sản phẩm dạng bán rắn có pha cao su liên tục, với silic oxit được bấy được phân tán đồng nhất qua toàn bộ pha cao su. Pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng bán rắn vẫn cố kết và thải nước, trong khi hàm lượng chất rắn còn lại, khi xử lý tiếp trong một hoặc nhiều thao tác tiếp theo được chọn để phát triển vật liệu dạng bột nhão hoặc vật liệu dạng gel thành pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, vật liệu “cố kết” là vật liệu có ở dạng hầu như đồng nhất mà đã được tạo ra nhờ sự cố kết của nhiều phần nhỏ hơn, như khối lượng dạng rắn đàn hồi của cao su được tạo ra nhờ sự kết dính của nhiều hạt cao su nhỏ với nhau.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, “dòng liên tục” là dòng chất lỏng không đổi hoặc cố định mà không bị gián đoạn với nguồn cấp (ví dụ, bể). Nhưng, cần phải hiểu rằng sự gián đoạn tạm thời (ví dụ, một giây hoặc vài phút) của dòng chảy vẫn có thể được cho là dòng liên tục (ví dụ, khi chuyển đổi việc cấp từ các

khu vực duy trì cấp khác nhau, như các bể và các nguồn tương tự hoặc làm gián đoạn dòng để chứa các quy trình đơn vị cửa xả hoặc bảo trì thiết bị).

Hợp thể đàn hồi dễ lưu hoá có thể được tạo ra trong quy trình dòng liên tục bao gồm hỗn hợp chất lỏng chứa latec đàn hồi và thể phân tán được làm mất ổn định chứa silic oxit. Dụng cụ hoặc thiết bị hoặc hệ thống bất kỳ có thể được sử dụng, với điều kiện là dụng cụ, thiết bị hoặc hệ thống này có thể được vận hành sao cho hỗn hợp chất lỏng chứa latec đàn hồi và thể phân tán chứa silic oxit được làm mất ổn định có thể được kết hợp trong các điều kiện dòng liên tục và trong các điều kiện dòng theo thể tích, áp suất và vận tốc có kiểm soát, bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, thiết bị được thể hiện trên các hình vẽ Fig.1(a), Fig.1(b) hoặc Fig.1(c) hoặc kiểu máy trộn bằng vòi phun hoặc máy phun hoặc thiết bị khác bất kỳ được bố trí để tổ hợp dòng liên tục ít nhất là hai dòng chất lỏng trong các điều kiện dòng theo thể tích, áp suất và vận tốc có kiểm soát vào trong và qua vùng phản ứng. Thiết bị được mô tả trong các patent Mỹ số US20110021664, US6048923, các công bố đơn quốc tế số WO2011034589, WO2011034587, patent Mỹ số US20140316058 và công bố đơn quốc tế số WO2014110499 (nội dung của mỗi tài liệu đó được đưa vào bản mô tả này bằng cách vận dẫn) có thể được sử dụng hoặc được làm thích ứng với các quy trình được mô tả trong bản mô tả này. Ngoài ra, máy phun và máy trộn bằng vòi phun hoặc ống xi phong như máy trộn bằng vòi phun tia nước hoặc xi phong phun hơi nước có thể được sử dụng (ví dụ, các thiết bị có bán sẵn trên thị trường của Schutte & Koerting, Trevose, PA).

Thiết bị có thể bao gồm bể cấp, ống dẫn, van, dụng cụ đo và bơm khác nhau để kiểm soát dòng theo thể tích, áp suất và vận tốc. Hơn nữa, như được thể hiện ở cửa nạp (3) trên các hình vẽ Fig.1(a), Fig.1(b) và Fig.1(c), các kiểu và kích cỡ khác nhau của vòi hoặc chi tiết điều khiển kích cỡ miệng khác (3a) có thể được dùng để kiểm soát vận tốc của huyền phù chứa silic oxit. Kích thước theo thể tích của vùng phản ứng (13) có thể được lựa chọn để tạo ra dòng chất lỏng theo thể tích và hợp thể đàn hồi mong muốn. Cửa nạp (11) cấp latec đàn hồi cho vùng phản ứng có thể được tạo hình côn để tạo ra tốc độ dòng và thể tích dòng theo thể tích khác nhau. Các thiết

bị có thể bao gồm cửa nạp (11) có đường kính đồng nhất, mà không cần phải tạo hình côn bất kỳ ở miệng dẫn đến vùng phản ứng.

Trong phương pháp này, chất lỏng chứa latex đàn hồi và chất lỏng bổ sung chứa thể phân tán được làm mất ổn định chứa silic oxit được cấp, ví dụ, dưới dạng tia trong áp suất được kết hợp với nhau trong các điều kiện dòng liên tục và trong các tốc độ dòng theo thể tích, áp suất và vận tốc được chọn để trộn nhanh chóng và trộn kỹ hai chất lỏng. Việc tổ hợp, ví dụ trong khoảng trống bán giới hạn dưới áp suất, là sao cho silic oxit được phân phối quan toàn bộ latex đàn hồi và theo cách song song, latex đàn hồi được chuyển hoá từ pha lỏng sang pha rắn hoặc bán rắn, nghĩa là sự chuyển hoá từ chất lỏng sang chất rắn hoặc quá trình đông kết tụ latex xảy ra, bắt giữ silic oxit được phân phối và nước trong cao su và tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc bán rắn trong dòng chảy ra liên tục hoặc bán liên tục của vùng phản ứng (ví dụ, từ phần hở ở đáy (7) trên các hình vẽ Fig.1 (a) đến Fig.1(c)). Tại điểm này, sản phẩm có thể được cho là hợp thể đàn hồi chứa pha cao su liên tục chứa hạt silic oxit, cao su cố kết chứa silic oxit hoặc hợp thể đàn hồi chứa silic oxit. Tin rằng hạt silic oxit trước tiên phải được phân tán vào latex đàn hồi để thu được sản phẩm mong muốn và sự chuyển hoá từ pha lỏng sang pha rắn tiếp theo ngay khi phân tán silic oxit. Tuy nhiên, với tốc độ tổ hợp nhau các chất lỏng liên tục và rất nhanh chóng (ví dụ, ít hơn 2 giây, ít hơn 1 giây, ít hơn 0,5 giây, ít hơn 0,25 giây, ít hơn 0,1 giây hoặc theo thứ tự mili giây) và việc trộn mạnh và kỹ các thể tích tương đối nhỏ của chất lỏng trong vùng phản ứng (ví dụ, các thể tích chất lỏng trên thứ tự từ 10 đến 500cc), các bước phân phối song song của hạt silic oxit và quá trình chuyển đổi từ pha lỏng sang pha rắn của latex đàn hồi có thể xảy ra gần như là đồng thời. Thuật ngữ ‘vùng phản ứng’ như được sử dụng trong bản mô tả này là vùng mà ở đó việc trộn kỹ xảy ra cùng với sự kết tụ của hỗn hợp. Hỗn hợp di chuyển qua vùng phản ứng và đến cửa xả (7).

Phương pháp làm ví dụ tạo ra hợp thể đàn hồi bao gồm bước nạp đồng thời chất lỏng thứ nhất chứa thể phân tán được làm mất ổn định chứa silic oxit và chất lỏng thứ hai chứa chất lỏng latex đàn hồi (ví dụ latex cao su tự nhiên) vào vùng phản ứng. Chất lỏng thứ nhất chứa thể phân tán được làm mất ổn định chứa silic

oxit có thể được nạp vào ở tốc độ dòng dựa vào thể tích của nó và chất lỏng thứ hai chứa latex đàn hồi có thể được nạp vào ở tốc độ dòng dựa vào thể tích của nó (nghĩa là tốc độ dòng theo thể tích). Các dòng theo thể tích của chất lỏng thứ nhất, chất lỏng thứ hai, hoặc cả chất lỏng thứ nhất và thứ hai có thể được điều chỉnh hoặc được tạo ra để thu được hợp thể đàn hồi có hàm lượng silic oxit nằm trong khoảng từ 15 đến 180 phần tính theo phần tính theo trăm trọng lượng cao su (phr) (ví dụ, nằm trong khoảng từ 35 đến 180phr, từ 20phr đến 150phr, từ 25phr đến 125phr, từ 25phr đến 100phr, từ 35 đến 115phr hoặc từ 40phr đến 115phr hoặc từ 40phr đến 90phr và tương tự). Chất lỏng mà chứa thể phân tán được làm mất ổn định chứa silic oxit có thể được dùng để chỉ chất lỏng thứ nhất theo một số phương án trong bản mô tả này. Chất lỏng này là chất lỏng riêng biệt với chất lỏng chứa latex đàn hồi. Chất lỏng có thể được đưa vào qua một cửa nạp hoặc điểm phun hoặc qua nhiều hơn một cửa nạp hoặc điểm phun.

Tỷ lệ dòng theo thể tích của chất lỏng thứ nhất (thể phân tán chứa silic oxit được làm mất ổn định) với chất lỏng thứ hai (chất lỏng latex) có thể được điều chỉnh để cho phép hợp thể đàn hồi mong muốn tạo ra. Các ví dụ về tỷ lệ dòng theo thể tích như vậy bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, tỷ lệ theo thể tích nằm trong khoảng từ 0,4:1 (chất lỏng thứ nhất với chất lỏng thứ hai) đến 3,2:1; từ 0,2:1 đến 2:1 và tương tự. Tỷ lệ dòng theo thể tích giữa chất lỏng thứ nhất và chất lỏng thứ hai có thể được điều chỉnh bằng phương tiện hoặc kỹ thuật bất kỳ. Ví dụ, tốc độ dòng theo thể tích của chất lỏng thứ nhất hoặc thứ hai hoặc cả hai chất lỏng này có thể được điều chỉnh bằng cách a) làm gia tăng tốc độ dòng theo thể tích, b) làm giảm tốc độ dòng theo thể tích, và/hoặc c) điều chỉnh tốc độ dòng của các chất lỏng tương đối với nhau. Áp suất được tạo ra bởi các ràng buộc vật lý được áp dụng cho dòng chất lỏng thứ nhất khiến cho tạo ra tia vận tốc cao mà cho phép tổ hợp của thể phân tán chứa silic oxit được làm mất ổn định với latex đàn hồi xảy ra một cách nhanh chóng, ví dụ, trong phân đoạn thứ hai. Là một ví dụ, khoảng thời gian mà trong đó hai chất lỏng được trộn và quá trình chuyển hoá từ pha lỏng thành pha rắn xảy ra có thể là trên thứ tự hàng mili giây (ví dụ, nằm trong khoảng từ 50ms đến 1500ms hoặc khoảng từ 100ms đến 1000ms). Để lựa chọn các chất lỏng đã nêu, nếu vận tốc của chất lỏng thứ nhất quá chậm để trộn một cách phù hợp

chất lỏng hoặc thời gian ổn định quá ngắn, thì pha cao su dạng rắn và tốc độ dòng của sản phẩm dạng rắn không thể phát triển. Nếu khoảng thời gian của quy trình quá dài, đối áp có thể phát triển trong vùng phản ứng và dòng tiếp tục của vật liệu được chia đôi. Tương tự, nếu vận tốc của chất lỏng thứ nhất quá nhanh và khoảng thời gian của quy trình quá ngắn, pha cao su dạng rắn và dòng sản phẩm dạng rắn không thể phát triển.

Như được mô tả trên đây, dòng theo thể tích tương đối của chất lỏng thứ nhất (huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định) và chất lỏng thứ hai (latec) có thể được điều chỉnh và khi ít nhất một muối được sử dụng làm tác nhân làm mất ổn định, được ưu tiên để điều chỉnh tỷ lệ dòng theo thể tích của huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định với latec đàn hồi để cần nằm trong khoảng từ 0,4:1 đến 3,2:1. Các tỷ lệ dòng khác có thể được sử dụng.

Khi ít nhất một axit được sử dụng làm tác nhân làm mất ổn định, được ưu tiên để điều chỉnh tỷ lệ dòng theo thể tích của huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định với latec đàn hồi sao cho để nằm trong khoảng từ 0,2:1 đến 2:1. Các tỷ lệ dòng khác có thể được sử dụng.

Latec đàn hồi có thể chứa ít nhất một bazơ (như amoniac) và thể phân tán được làm mất ổn định chứa silic oxit có thể thu được với việc bổ sung ít nhất một axit, trong đó tỷ lệ mol của axit trong chất lỏng thứ nhất (silic oxit) và bazơ (ví dụ, amoniac) trong chất lỏng thứ hai (latec) là ít nhất là 1,0 hoặc ít nhất là 1,1 hoặc ít nhất là 1,2, như nằm trong khoảng từ 1 đến 2 hoặc từ 1,5 đến 4,5. Bazơ có thể có mặt với các lượng theo latec đàn hồi, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, nằm trong khoảng từ 0,3% trọng lượng đến 0,7% trọng lượng (tính theo tổng trọng lượng của latec đàn hồi) hoặc các lượng khác thấp hơn hoặc cao hơn khoảng này.

Thể phân tán silic oxit được làm mất ổn định có thể được nạp vào vùng phản ứng tốt hơn là dưới dạng vận tốc cao liên tục, ví dụ, nằm trong khoảng từ 6m/s đến 250m/s hoặc khoảng từ 30m/s đến 200m/s, hoặc khoảng từ 10m/s đến 150m/s hoặc khoảng từ 6m/s đến 200m/s, tia chất lỏng được phun và chất lỏng chứa latec đàn hồi có thể được nạp ở vận tốc tương đối thấp, ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,4m/s đến 11m/s hoặc khoảng từ 0,4m/s đến 5m/s hoặc khoảng từ

1,9m/s đến 11m/s hoặc khoảng từ 1m/s đến 10m/s hoặc khoảng từ 1m/s đến 5m/s. Các vận tốc của chất lỏng được chọn để làm tối ưu hoá việc chọn giữa chất lỏng và sự kết tụ nhanh của latec đàn hồi. Vận tốc của latec đàn hồi được nạp vào trong vùng phản ứng tốt hơn là sẽ đủ cao để tạo ra dòng lốc xoáy để trộn tốt hơn với huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định. Hơn nữa, vận tốc của latec đàn hồi nên được duy trì đủ thấp sao cho latec không thể kết tụ do lực biến dạng trước khi nó được trộn kỹ với huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định. Ngoài ra, vận tốc của latec đàn hồi nên được duy trì đủ thấp trước khi nó đi vào trong vùng phản ứng để ngăn không cho làm nghẽn đường ống cấp latec do sự kết tụ latec do lực biến dạng cao. Tương tự, cũng có khoảng tối ưu về vận tốc của thể phân tán chứa silic oxit được làm mất ổn định. Theo lý thuyết, nếu vận tốc của huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định quá cao, tốc độ lực biến dạng do sự kết tụ hạt silic oxit gây ra có thể quá cao để cho phép việc trộn đồng nhất phù hợp giữa hạt silic oxit và hạt latec đàn hồi. Việc tạo độ dày do lực biến dạng do kết tụ và tạo mạng hạt silic oxit cũng có thể làm giảm độ lốc xoáy của huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định và tác dụng bất lợi đến việc trộn giữa silic oxit và latec. Mặt khác, nếu vận tốc của huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định quá thấp, có thể không có việc trộn đủ giữa hạt silic oxit và hạt latec đàn hồi. Tốt hơn là, ít nhất một trong số các chất lỏng đi vào trong vùng phản ứng có dòng lốc xoáy. Nói chung, do vận tốc quá cao của thể phân tán silic oxit được làm mất ổn định thông thường tương đối với latec đàn hồi thông thường, vận tốc cao hơn nhiều của thể phân tán chứa silic oxit được làm mất ổn định cần phải tạo ra động học chất lỏng tốt để trộn với latec đàn hồi và dòng kết tụ nhanh latec. Dòng có vận tốc cao như vậy của thể phân tán silic oxit được làm mất ổn định có thể khiến cho tạo ra lỗ hổng trong vùng phản ứng để làm tăng cường việc trộn nhanh chất lỏng và phân phối hạt silic oxit trong latec đàn hồi. Vận tốc của thể phân tán silic oxit được làm mất ổn định có thể được làm thay đổi bằng cách sử dụng các tốc độ dòng theo thể tích khác nhau hoặc vòi hoặc đầu mút khác nhau (đường kính rộng hơn hoặc hẹp hơn) ở cửa nạp (3a) mà nạp chất lỏng thứ nhất chứa thể phân tán silic oxit được làm mất ổn định. Với việc sử dụng vòi để làm gia tăng vận tốc của thể phân tán silic oxit được làm mất ổn định, nó có thể được tạo ra

trong áp suất nằm trong khoảng từ 30psi đến 3.000psi, hoặc khoảng từ 30psi đến 200psi hoặc khoảng từ 200psi đến 3.000psi hoặc khoảng từ 500psi đến 2.000psi hoặc áp suất tương đối ít nhất là cao hơn 2 lần so với áp suất được áp dụng cho chất lỏng chứa latec đàn hồi hoặc cao hơn từ 2 đến 100 lần. Chất lỏng thứ hai chứa latec đàn hồi có thể được tạo ra, là một ví dụ, ở áp suất nằm trong khoảng từ 20psi đến 30psi. Áp suất trong hệ thống cấp chất lỏng thứ nhất có thể được thiết lập đến khoảng 500psi.

Sự vào các thay đổi về sản xuất được mô tả trong bản mô tả này, như vận tốc của chất lỏng huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định, vận tốc của chất lỏng latec, tốc độ dòng tương đối của huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định và chất lỏng latec, nồng độ của tác nhân làm mất ổn định như muối và/hoặc axit, nồng độ của silic oxit trong huyền phù được làm mất ổn định, tỷ lệ phần trăm trọng lượng cao su trong latec, tỷ lệ nồng độ amoniac trong latec và/hoặc axit (nếu có mặt) với amoniac, tốt hơn là điều khiển, thu được và/hoặc dự đoán quá trình tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc bán rắn trong khoảng nồng độ silic oxit mong muốn. Do đó, quy trình có thể được vận hành trong khoảng thay đổi tối ưu. Do đó, a) vận tốc của một hoặc cả hai chất lỏng, b) tỷ lệ dòng theo thể tích của chất lỏng, c) bản chất được làm mất ổn định của silic oxit, d) nồng độ silic oxit dạng hạt, ví dụ, nằm trong khoảng từ 6 đến 35 phần trăm trọng lượng của thể phân tán silic oxit được làm mất ổn định, và e) hàm lượng cao su khô, ví dụ, nằm trong khoảng từ 10 đến 70 phần trăm trọng lượng của latec, có thể cho phép trộn trong các điều kiện tác động cao để khiến cho chuyển hoá latec đàn hồi từ dạng lỏng thành dạng rắn và phân tán đồng nhất silic oxit trong latec ở tỷ lệ silic oxit với cao su được chọn và do đó tạo ra dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn. Việc thu hồi dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn có thể thu được với kỹ thuật thông thường bất kỳ để thu hồi dòng vật liệu dạng rắn hoặc dạng bán rắn. Việc thu gom có thể cho phép dòng dạng rắn hoặc dạng bán rắn đi vào trong đồ chứa hoặc bể hoặc thiết bị chứa khác. Đồ chứa hoặc bể chứa như vậy có thể chứa dung dịch muối hoặc axit hoặc cả hai để tạo ra sự kết tụ hơn nữa sản phẩm thành trạng thái đàn hồi hơn. Ví dụ, việc thu gom có thể là vận chuyển hoặc bơm dòng

chất rắn vào các vùng xử lý khác hoặc các thiết bị để xử lý khác, mà một số lựa chọn được mô tả trong bản mô tả này. Việc thu gom có thể là liên tục, bán liên tục hoặc theo mẻ. Tốt hơn là, đầu dòng ra của vùng phản ứng được bán giới hạn và hở với không khí và tốt hơn là dòng hợp thể đàn hồi dạng rắn hoặc dạng bán rắn được thu gom ở áp suất môi trường để cho phép thao tác quy trình liên tục.

Dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn có thể ở dạng “ống xoắn” dạng dây cáp đàn hồi nhiều hoặc ít đàn hồi hoặc hình cầu. Pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn có thể được kéo giãn đến 130-150% so với chiều dài ban đầu của nó mà không đứt. Trong các trường hợp khác, pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng bán rắn có thể ở dạng vật liệu dạng bột nhão nhót không đàn hồi hoặc dạng gel mà có thể có các đặc tính đàn hồi. Trong mỗi trường hợp, lượng ra là cố kết, chất rắn chảy mà độ đặc của nó có thể đàn hồi ở mức cao hoặc đàn hồi không đáng kể và nhót. Lượng ra từ vùng phản ứng có thể là dòng hầu như không đổi đồng thời với việc nạp latex đàn hồi đang diễn ra và chất lỏng phân tán được làm mất ổn định chứa silic oxit vào trong vùng phản ứng. Các bước trong quy trình, như việc tạo ra chất lỏng, có thể được thực hiện như các thao tác liên tục, bán liên tục hoặc theo mẻ. Pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc bán rắn thu được có thể được đưa vào các bước xử lý hơn nữa tiếp theo, bao gồm các thao tác liên tục, bán liên tục hoặc theo mẻ.

Pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc bán rắn được tạo ra trong quy trình chứa nước hoặc chất lỏng trong nước khác và chất hoà tan từ các chất lỏng ban đầu và, ví dụ, có thể chứa khoảng từ 40% trọng lượng đến 95% trọng lượng nước hoặc 40% trọng lượng đến 90% trọng lượng nước hoặc khoảng từ 45% trọng lượng đến 90% trọng lượng nước hoặc khoảng từ 50 đến 85% trọng lượng nước hoặc khoảng từ 60 đến 80% trọng lượng nước, tính theo tổng trọng lượng dòng hợp thể đàn hồi chứa silic oxit. Là sự tùy chọn, sau khi tạo ra pha cao su chứa silic oxit dạng rắn hoặc bán rắn bao gồm hàm lượng nước như vậy, sản phẩm này có thể được đưa vào các bước làm mất nước và làm nhuyễn thích hợp và các bước tạo hỗn hợp để phát triển các đặc tính cao su mong muốn và các hợp chất cao su chế tạo. Phần mô tả chi tiết hơn nữa về quy trình và các bước sau xử

lý khác được đưa ra dưới đây và có thể được sử dụng trong phương án bất kỳ của sáng chế.

Pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng bán rắn có thể được chuyển hoá thành pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn. Ví dụ việc này có thể được thực hiện bằng cách đưa pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng bán rắn vào các bước cơ học mà loại bỏ nước ra khỏi hợp thể và/hoặc có vật liệu dạng bán rắn đặt trong thời gian (ví dụ, sau khi thu gom từ vùng phản ứng ở vị trí ngoại tuyến) ví dụ, từ 10 phút đến 24 giờ hoặc nhiều hơn; và/hoặc gia nhiệt pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng bán rắn để loại bỏ hàm lượng nước (ví dụ, nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 200°C); và/hoặc đưa vật liệu dạng bán rắn vào axit hoặc axit bổ sung như trong bể axit hoặc vào muối hoặc muối bổ sung hoặc vào tổ hợp chứa axit và muối và tương tự. Một hoặc nhiều hoặc tất cả các bước này có thể được sử dụng. Trong thực tế, một hoặc nhiều hoặc tất cả các bước có thể được sử dụng như (các) bước xử lý hơn nữa thậm chí khi pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn được thu gom ban đầu hoặc tiếp theo.

Mức độ làm mất ổn định của huyền phù chứa silic oxit, ít nhất là một phần, xác định lượng silic oxit mà có thể có mặt trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit (ví dụ, được khuấy và được phân tán một cách đồng nhất trong hợp thể) đối với nồng độ silic oxit đã nêu trong huyền phù chứa silic oxit và hàm lượng latec của cao su khô đã nêu. Ở tỷ lệ silic oxit đích được lựa chọn với cao su thấp (ví dụ, từ 15phr đến 45phr), nồng độ của tác nhân làm mất ổn định không thể đủ cao trong huyền phù chứa silic oxit và cuối cùng là hỗn hợp silic oxit/latec để kết tụ nhanh chóng và tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn. Ngoài ra, việc lựa chọn nồng độ silic oxit và cao su thích hợp và tốc độ dòng chất lỏng tương đối thích hợp như được mô tả trong bản mô tả này là các vấn đề suy xét để tạo ra sản phẩm dạng rắn hoặc dạng bán rắn. Ví dụ, ở tỷ lệ dòng theo thể tích tương đối thấp của huyền phù được làm mất ổn định với latec, lượng tác nhân làm mất ổn định trong huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định không thể đủ để tạo điều kiện thuận lợi cho việc kết tụ nhanh chóng latec đàn hồi trong vùng phản ứng. Nói chung, đối với latec đàn hồi đã nêu, có thể thu được lượng silic oxit

thấp hơn bằng cách làm gia tăng việc làm mất ổn định của huyền phù chứa silic oxit và/hoặc làm giảm tỷ lệ phần trăm trọng lượng của silic oxit trong huyền phù được làm mất ổn định.

Khi thể phân tán chứa silic oxit được làm mất ổn định, hạt silic oxit có xu hướng kết bông. Khi thể phân tán chứa silic oxit được làm mất ổn định ở mức quá cao, silic oxit có thể ‘rơi ra khỏi’ dung dịch và trở nên không thích hợp để sử dụng theo các phương án được ưu tiên.

Khi quá trình làm mất ổn định xảy ra, điện tích bề mặt trên silic oxit thường không được loại bỏ hoàn toàn. Tuy nhiên, đôi khi khi hạt silic oxit hoặc thể phân tán chứa silic oxit, được xử lý để làm mất ổn định, điểm đẳng điện (IEP) có thể được đi ngang qua từ trị số điện thế zeta âm đến trị số điện thế zeta dương. Thông thường đối với silic oxit, điện tích thực trên bề mặt của hạt silic oxit được giảm và độ lớn của điện thế zeta được giảm trong quá trình giảm độ ổn định.

Đối với tỷ lệ silic oxit với cao su cao hơn trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit, tỷ lệ có thể lựa chọn nồng độ silic oxit cao hơn trong huyền phù được làm mất ổn định và/hoặc tỷ lệ dòng theo thể tích của chất lỏng chứa silic oxit với chất lỏng latec cao hơn. Một khi huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định và được kết hợp ban đầu với chất lỏng latec, nếu hỗn hợp không kết tụ, tỷ lệ dòng theo thể tích của chất lỏng thứ nhất và chất lỏng thứ hai có thể được điều chỉnh, như bằng cách làm giảm dòng latec theo thể tích, mà tạo ra một cách hữu hiệu tỷ lệ silic oxit với cao su cao hơn trong hợp thể đàn hồi. Ở bước điều chỉnh lượng latec có mặt này, lượng latec là hoặc trở nên, lượng mà không khiến cho sự pha loãng quá mức nồng độ của tác nhân làm mất ổn định trong toàn bộ hỗn hợp sao cho sản phẩm mong muốn có thể được tạo ra trong thời gian ổn định trong vùng phản ứng. Để thu tỷ lệ silic oxit với cao su mong muốn trong hợp thể đàn hồi, sẵn có các lựa chọn khác. Là một sự lựa chọn, mức độ làm mất ổn định của huyền phù chứa silic oxit có thể được gia tăng, sao cho bằng cách giảm độ lớn điện thế zeta của huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định (ví dụ, bằng cách bổ sung nhiều muối và/hoặc axit). Hoặc, là một sự lựa chọn, nồng độ silic oxit trong huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định có thể được điều chỉnh, ví dụ, bằng cách làm giảm hoặc làm gia tăng nồng

độ silic oxit trong huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định. Hoặc, là một sự lựa chọn, latec có thể được sử dụng mà có hàm lượng cao su cao hơn hoặc latec có thể được pha loãng đến hàm lượng cao su thấp hơn hoặc tốc độ dòng tương đối của latec có thể được gia tăng. Hoặc, là một sự lựa chọn, tốc độ dòng và kích cỡ miệng lỗ (trong đó mỗi sự lựa chọn có thể điều khiển hoặc tác động đến vận tốc của (các) chất lỏng) hoặc hướng tương đối của hai dòng chất lỏng có thể được cải biến để rút ngắn hoặc kéo dài thời gian ổn định của chất lỏng tổ hợp trong vùng phản ứng, và/hoặc làm thay đổi lượng và kiểu lốc xoáy ở điểm tác động của chất lỏng thứ nhất lên chất lỏng thứ hai. Lựa chọn bất kỳ hoặc nhiều trong số các lựa chọn này có thể được sử dụng để điều chỉnh các tham số của quy trình và thu tỷ lệ silic oxit với cao su đích hoặc mong muốn trong hợp thể đàn hồi.

Lượng hoặc mức độ làm mất ổn định của huyền phù chứa silic oxit là yếu tố chính để xác định tỷ lệ silic oxit với cao su có thể thu được trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit. Tác nhân làm mất ổn định được sử dụng để làm mất ổn định silic oxit trong huyền phù có thể đóng vai trò thúc đẩy sự kết tụ của hạt latec đàn hồi khi huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định được trộn với latec đàn hồi trong vùng phản ứng. Theo lý thuyết, tốc độ kết tụ latec trong vùng phản ứng có thể phụ thuộc vào nồng độ của tác nhân làm mất ổn định trong các chất lỏng tổ hợp. Đã quan sát được rằng bằng cách vận hành quy trình tạo ra hợp thể đàn hồi chứa silic oxit trong các điều kiện khác nhau, có thể xác định nồng độ ngưỡng của tác nhân làm mất ổn định có mặt trong hỗn hợp tổ hợp chứa các chất lỏng tại thời gian trộn mà là hữu hiệu tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn. Một ví dụ về các điều kiện của quy trình lựa chọn và điều chỉnh để thu được nồng độ ngưỡng để thu được pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn, được mô tả trong các ví dụ thực hiện sáng chế dưới đây. Nếu nồng độ ngưỡng đối với sự lựa chọn và hợp thể chất lỏng đã nêu, dòng theo thể tích và vận tốc không được làm cân bằng hoặc được vượt quá, pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn thường sẽ không được tạo ra.

Lượng tối thiểu làm mất ổn định của huyền phù chứa silic oxit được thể hiện bởi độ lớn điện thế zeta nhỏ hơn 30mV (ví dụ với điện thế zeta như nằm trong

khoảng từ -29,9mV đến 29,9mV, khoảng từ -28mV đến 20mV, khoảng từ -27mV đến 10mV, khoảng từ -27mV đến 0mV, khoảng từ -25mV đến 0mV, khoảng từ -20mV đến 0mV, khoảng từ -15mV đến 0mV, khoảng từ -10mV đến 0mV và tương tự). Nếu huyền phù chứa silic oxit đã được làm mất ổn định để nằm trong khoảng điện thế zeta này, thì silic oxit trong huyền phù được làm mất ổn định này có thể được hợp nhất vào trong pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn khi được kết hợp với latec đàn hồi.

Trong khi có thể mong muốn làm mất ổn định latec trước khi kết hợp nó với huyền phù chứa silic oxit, trong các điều kiện lực biến dạng như lực biến dạng có mặt trong khi bơm liên tục latec vào trong vùng phản ứng, sẽ khó làm mất ổn định chất lỏng latec trước mà không gây ra sự kết tụ sớm latec. Tuy nhiên, tác nhân làm mất ổn định được sử dụng trong huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định có thể có mặt với lượng dư để làm tăng cường quá trình làm mất ổn định của latec và/hoặc làm giảm sự pha loãng của tác nhân này một khi huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định và chất lỏng latec được kết hợp. Là một sự lựa chọn khác, ở nồng độ silic oxit đặc biệt cao (ví dụ, >25% trọng lượng silic oxit trong huyền phù chứa silic oxit), một số tác nhân làm mất ổn định được bổ sung có thể được bổ sung theo cách riêng biệt vào hỗn hợp chứa huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định và latec đàn hồi trong vùng phản ứng để làm tăng cường sự kết tụ của latec.

Mặc dù không bị ràng buộc bởi lý thuyết bất kỳ, nhưng tin rằng quy trình tạo ra hợp thể đàn hồi chứa silic oxit tạo ra mạng cố kết thâm nhập của cả hạt cao su và khối kết tụ silic oxit trong khoảng hai giây hoặc ít hơn, như một phần của giây, khi hai chất lỏng này tổ hợp và quá trình chuyển đổi pha xảy ra, dẫn đến vật liệu dạng rắn hoặc dạng bán rắn chứa các mạng này với nước được bao ngoài. Quá trình tạo ra mạng nhanh như vậy cho phép tạo ra liên tục pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn. Theo lý thuyết, sự kết tụ gây ra lực biến dạng của hạt silic oxit khi huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định đi qua vòi vào cần được kết hợp với latec đàn hồi có thể là hữu ích để tạo ra cách bố trí hạt đồng nhất duy nhất trong các hỗn hợp gốc cao su và bắt giữ hạt silic oxit trong cao su thông qua quá trình kết tụ khác loại giữa silic oxit và hạt cao su. Hơn nữa,

theo lý thuyết mà không có mạng thâm nhập như vậy, không thể có hợp thể chứa pha cao su liên tiếp dạng rắn hoặc dạng bán rắn chứa hạt silic oxit được phân tán, ở dạng ống xoắn hoặc mẫu rắn, chẳng hạn, mà bao nang khoảng từ 40 đến 95% trọng lượng nước và giữ lại tất cả hoặc hầu hết silic oxit trong các quy trình làm mất nước tiếp theo bao gồm việc vắt ép và hoạt động cơ học năng lượng cao.

Theo lý thuyết mà sự hình thành mạng silic oxit tăng, ít nhất một phần, từ khối kết tụ hạt silic oxit gây ra lực biến dạng khi huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định đi qua vòi tăng áp (3a) ở vận tốc cao qua cửa nạp thứ nhất (3) vào trong vùng phản ứng (13), như được thể hiện trên Fig.1. Quy trình này được tạo điều kiện thuận lợi bằng việc làm giảm độ ổn định của silic oxit trong huyền phù được làm mất ổn định khi huyền phù chứa silic oxit đã được làm mất ổn định (ví dụ, bằng cách xử lý huyền phù chứa silic oxit với muối hoặc axit hoặc cả hai).

Theo lý thuyết, sự chuyển hoá latec từ pha lỏng thành pha rắn có thể là do các yếu tố khác nhau, bao gồm sự kết tụ gây ra lực biến dạng do trộn với tia huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định ở vận tốc cao, sự tương tác của bề mặt silic oxit với các thành phần latec, sự kết bông ion hoặc hoá học do tiếp xúc với huyền phù chứa silic oxit chứa tác nhân làm mất ổn định và tổ hợp của các yếu tố này. Để tạo ra vật liệu hợp thể chứa mạng silic oxit thâm nhập sâu và mạng cao su, tốc độ tạo ra mỗi mạng cũng như tốc độ trộn sẽ được làm cân bằng. Ví dụ, đối với huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định ở mức cao ở nồng độ muối cao trong huyền phù, sự kết tụ và hình thành mạng của hạt silic oxit xảy ra nhanh chóng trong các điều kiện biến dạng. Trong trường hợp này, dòng theo thể tích và vận tốc được thiết lập do đó latec có tốc độ kết tụ nhanh để tạo ra các mạng silic oxit/cao su thâm nhập sâu. Tốc độ tạo ra chậm hơn với các huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định không đáng kể hơn.

Một quy trình làm ví dụ để tạo ra hợp thể đàn hồi chứa silic oxit bao gồm bước nạp dòng chất lỏng liên tục mà chứa ít nhất latec đàn hồi (đôi khi được dùng để chỉ chất lỏng thứ hai) qua cửa nạp 11 (Fig.1(a), Fig.1(b) và/hoặc Fig.1(c)), vào vùng phản ứng 13 ở tốc độ dòng theo thể tích nằm trong khoảng từ 20L/giờ đến 1900L/giờ. Phương pháp này còn bao gồm bước nạp dòng liên tục của chất lỏng

khác chứa thể phân tán được làm mất ổn định chứa silic oxit qua cửa nạp 3 (đôi khi được dùng để chỉ chất lỏng thứ nhất) dưới áp suất mà có thể được hoàn thành bởi đầu vòi (trên Fig1, ở 3a) ở tốc độ dòng theo thể tích nằm trong khoảng từ 30L/giờ đến 1700L/giờ. Trạng thái được làm mất ổn định của thể phân tán silic oxit và sự tác động của hai dòng chất lỏng (được đưa vào ở cửa nạp 3 và 11) trong các điều kiện năng lượng cao được tạo ra bằng cách đưa chất lỏng thứ nhất dưới dạng tia vận tốc cao (ví dụ, nằm trong khoảng từ 6m/s đến 250m/s) mà tác động đến dòng latex vận tốc thấp (ví dụ, từ 0,4 đến 11m/s) vào vùng phản ứng ở một góc gần vuông góc với tia tốc độ cao của chất lỏng thứ nhất hữu hiệu để trộn kỹ silic oxit với dòng latex, thúc đẩy sự phân tán đồng nhất silic oxit trong dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn từ cửa xả của vùng phản ứng.

Là một sự lựa chọn, latex đàn hồi được đưa vào, ví dụ, qua cửa nạp 11 có thể là hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều latex, như hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều latex tổng hợp. Là một sự lựa chọn, thiết bị trên các hình vẽ Fig.1(a), Fig.1(b) và/hoặc Fig.1(c) có thể được sửa đổi để có một hoặc nhiều cửa nạp bổ sung để đưa các thành phần khác vào vùng phản ứng, như một hoặc nhiều latex bổ sung. Ví dụ, trên Fig.1(c), cửa nạp 14 có thể được dùng để đưa latex khác bên cạnh việc sử dụng cửa nạp 11. Một hoặc nhiều cửa nạp bổ sung có thể theo trình tự với nhau hoặc liên kế với nhau hoặc được bố trí theo hướng bất kỳ miễn là vật liệu (ví dụ latex) được đưa vào qua (các) cửa nạp có đủ thời gian để phân tán hoặc hợp nhất vào trong dòng thu được. Trong công bố đơn quốc tế số WO 2011/034587, nội dung của công bố này được đưa vào bản mô tả này bằng cách viện dẫn, các hình vẽ Fig.1, Fig.2A, và Fig.2B thể hiện các ví dụ về cửa nạp bổ sung và các hướng của chúng mà có thể được làm thích ứng ở đây để sử dụng theo các phương án của sáng chế. Là một ví dụ cụ thể, một cửa nạp có thể đưa dòng mà chứa cao su tự nhiên và cửa nạp bổ sung có thể đưa latex đàn hồi tổng hợp vào và các dòng latex này được kết hợp với dòng thể phân tán được làm mất ổn định chứa silic oxit để dẫn đến dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn. Khi nhiều hơn một cửa nạp được dùng để đưa latex đàn hồi vào, tốc độ dòng có thể giống nhau hoặc khác nhau.

Fig.2 thể hiện một ví dụ, bằng cách sử dụng sơ đồ khối gồm các bước xử lý

có thể có mặt trong quy trình tạo ra hợp thể đàn hồi. Như được thể hiện trên Fig.2, thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định (chất lưu thứ nhất) 100 được đưa vào vùng phản ứng 103 và chất lưu chứa latec đàn hồi (chất lưu thứ hai) 105 cũng được đưa vào vùng phản ứng 103. Theo một phương án tùy chọn, dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn ra khỏi vùng phản ứng 103 và có thể tùy ý đi vào vùng chờ 116 (ví dụ, thùng chứa, cùng với hoặc không cùng với việc bổ sung dung dịch muối hoặc axit để tăng cường hơn nữa sự đông tụ của cao su và sự hình thành các mạng silic oxit/cao su); và có thể tùy ý đi vào, trực tiếp, hoặc sau khi chuyển hướng vào vùng chờ 116, vùng làm mất nước 105; có thể tùy ý đi vào máy trộn/thiết bị hoá hợp liên tục 107; có thể tùy ý đi vào máy nghiền (ví dụ, máy nghiền hở, còn được gọi là máy cán trực) 109; có thể được tiến hành nghiền thêm 111 (các điều kiện giống hoặc khác với máy nghiền 109) (như năng lượng đầu vào bằng hoặc cao hơn); có thể được tiến hành trộn tùy ý bởi máy trộn 115, và/hoặc có thể được tạo hạt nhờ sử dụng máy tạo hạt 117, và sau đó tùy ý có thể được đóng bao, bằng cách sử dụng máy đóng bao 119, và có thể tùy ý có thể được nghiền vỡ bằng cách sử dụng máy trộn bổ sung 121.

Đối với silic oxit, một hoặc nhiều loại silic oxit, hoặc hỗn hợp bất kỳ của (các) silic oxit, có thể được sử dụng theo phương án bất kỳ của sáng chế. Silic oxit thích hợp để gia cường hợp thể đàn hồi này có thể là, khác biệt ở chỗ, diện tích bề mặt (BET) nằm trong khoảng từ $20\text{m}^2/\text{g}$ đến $450\text{m}^2/\text{g}$; từ $30\text{m}^2/\text{g}$ đến $450\text{m}^2/\text{g}$; từ $30\text{m}^2/\text{g}$ đến $400\text{m}^2/\text{g}$; hoặc từ $60\text{m}^2/\text{g}$ đến $250\text{m}^2/\text{g}$; và đối với các mảnh lớp xe tải nặng, diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng từ $60\text{m}^2/\text{g}$ đến $250\text{m}^2/\text{g}$ hoặc, ví dụ, nằm trong khoảng từ $80\text{m}^2/\text{g}$ đến $200\text{m}^2/\text{g}$. Silic oxit kết tủa có khả năng phân tán cao có thể được sử dụng làm các chất độn theo các phương pháp của sáng chế. Silic oxit kết tủa có khả năng phân tán cao ("HDS") được hiểu là để chỉ silic oxit bất kỳ có khả năng đáng kể để không kết tụ và phân tán trong mạng thể đàn hồi. Việc xác định như vậy có thể được quan sát theo cách đã biết bởi kính hiển vi điện tử hoặc quang học trên các lát cắt mỏng của hợp thể đàn hồi. Ví dụ về các loại thương phẩm HDS này bao gồm, silic oxit Perkasil® GT 3000GRAN của hãng WR Grace & Co, silic oxit Ultrasil® 7000 của hãng Evonik Industries, Zeosil® 1165 MP và silic oxit 1115 MP của hãng Solvay S.A., silic oxit Hi-Sil®

EZ 160G của hãng PPG Industries, Inc., và silic oxit Zeopol® 8741 hoặc 8745 của hãng JM Huber Corporation. Các silic oxit kết tủa không HDS thông thường cũng có thể được sử dụng. Ví dụ về các loại thương phẩm thông thường của silic oxit kết tủa thông thường bao gồm, silic oxit Perkasil® KS 408 của hãng WR Grace & Co, silic oxit Zeosil® 175GR của hãng Solvay S.A., silic oxit Ultrasil® VN3 của hãng Evonik Industries, silic oxit Hi-Sil® 243 của hãng PPG Industries, Inc. và silic oxit Hubersil® 161 của hãng JM Huber Corporation. Các silic oxit kết tủa kỵ nước có các chất kết hợp silan được gắn vào bề mặt cũng có thể được sử dụng. Ví dụ về các loại thương phẩm thông thường của silic oxit kết tủa kỵ nước bao gồm silic oxit Agilon® 400, 454, hoặc 458 của hãng PPG Industries, Inc. và silic oxit Coupsil silic của hãng Evonik Industries, ví dụ, silic oxit Coupsil 6109.

Silic oxit thông thường (ví dụ, các hạt silic oxit) có hàm lượng silic oxit ít nhất là 20% trọng lượng, ít nhất là 25% trọng lượng, ít nhất là 30% trọng lượng, ít nhất là 35% trọng lượng, ít nhất là 40% trọng lượng, ít nhất là 50% trọng lượng, ít nhất là 60% trọng lượng, ít nhất là 70% trọng lượng, ít nhất là 80% trọng lượng, ít nhất là 90% trọng lượng, hoặc gần như là 100% trọng lượng hoặc là 100% trọng lượng, hoặc nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến 100% trọng lượng, tất cả đều tính theo tổng trọng lượng của hạt. Silic oxit bất kỳ trong các silic oxit này có thể được tạo chức hóa học, như để có các nhóm hoá hóa học được gắn hoặc được hấp thụ, như các nhóm hữu cơ được gắn hoặc được hấp thụ. Hỗn hợp bất kỳ của các silic oxit có thể được sử dụng. Silic oxit tạo ra huyền phù đặc chứa silic oxit và/hoặc huyền phù đặc chứa silic oxit đã được làm mất ổn định có thể có một phần hoặc toàn bộ là silic oxit có bề mặt kỵ nước, nó có thể là silic oxit kỵ nước hoặc silic oxit trở nên có tính kỵ nước bởi việc làm cho bề mặt của silic oxit kỵ nước bằng cách xử lý (ví dụ, xử lý hóa học). Bề mặt kỵ nước này có thể được tạo ra bởi việc cải biến hóa học hạt silic oxit bằng các silan kỵ nước không có các nhóm ion, ví dụ, bis-trietoxysilylpropyltetrasulfua. Phản ứng bề mặt như vậy trên silic oxit có thể được thực hiện trong một bước xử lý riêng biệt trước khi phân tán, hoặc được thực hiện tại chỗ trong thể phân tán silic oxit. Phản ứng bề mặt này làm giảm mật độ silanol trên bề mặt silic oxit, do vậy làm giảm mật độ điện tích ion

của hạt silic oxit trong huyền phù đặc này. Các hạt silic oxit đã được xử lý bề mặt thích hợp để dùng trong các thể phân tán có thể được lấy từ các nguồn cung cấp thương mại, như silic oxit Agilon® 454 và silic oxit Agilon® 400, của hãng PPG Industries. Thể phân tán silic oxit và thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định có thể được tạo ra nhờ sử dụng các hạt silic oxit có mật độ silanol bề mặt thấp. Các silic oxit như vậy có thể được tạo ra thông qua quá trình khử hydroxyl ở nhiệt độ trên 150°C nhờ quy trình nung chẳng hạn.

Hơn thế, huyền phù đặc chứa silic oxit và/hoặc huyền phù đặc chứa silic oxit đã được làm mất ổn định có thể chứa, theo một phương án tùy chọn, một lượng nhỏ (10% trọng lượng hoặc ít hơn, tính theo tổng trọng lượng của vật liệu hạt) của các hạt không phải silic oxit bất kỳ, như (các) muối than hoặc kẽm oxit, hoặc canxi cacbonat, hoặc các vật liệu hạt khác hữu ích trong các hỗn hợp cao su (ví dụ, 95% trọng lượng silic oxit kết tủa và 5% trọng lượng muối than). Loại vật liệu muối than gia cường hoặc không gia cường bất kỳ có thể được chọn để có được tính chất mong muốn trong các hỗn hợp cao su cuối.

Silic oxit có thể được phân tán trong chất lưu dạng nước theo kỹ thuật bất kỳ đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Thể phân tán silic oxit dạng hạt có thể được xử lý cơ học, ví dụ, để làm giảm cỡ hạt. Việc này có thể được tiến hành trước khi hoặc trong khi hoặc sau khi làm mất ổn định thể phân tán này và có thể góp phần thứ yếu hoặc chủ yếu tới việc làm mất ổn định thể phân tán này. Việc xử lý cơ học có thể gồm hoặc bao gồm việc nghiền, xay, nghiền nhỏ, tác động mạnh, hoặc xử lý chất lưu dưới tác động cắt mạnh, hoặc sự kết hợp bất kỳ của chúng.

Ví dụ, huyền phù đặc chứa silic oxit có thể được tạo ra bằng cách phân tán silic oxit trong chất lưu bởi quy trình nghiền. Quy trình nghiền như vậy làm giảm kích thước của phần lớn các kết tập silic oxit (ví dụ, trên 80% thể tích) trong chất lưu này xuống dưới 10micromét, và tốt hơn là dưới 1 micronmét, khoảng cỡ hạt thông thường của các hạt keo. Chất lưu này có thể là nước, chất lưu dạng nước, hoặc chất lưu phân cực không nước. Huyền phù đặc này, ví dụ, có thể chứa các hạt chứa silic oxit với lượng nằm trong khoảng từ 6% trọng lượng đến 35% trọng lượng, tính theo trọng lượng của huyền phù đặc. Kích cỡ của các hạt silic oxit có

thể được xác định nhờ sử dụng kỹ thuật tán xạ ánh sáng. Huyền phù đặc như vậy khi được tạo ra trong nước nhờ sử dụng các hạt silic oxit có hàm lượng tồn dư thấp ở độ pH nằm trong khoảng 6-8, thường có trị số điện thế zeta lớn hơn hoặc bằng 30mV và cho thấy có độ ổn định tốt chống kết tụ, gel hóa, và lắng trong thùng chứa có khuấy chậm (ví dụ, tốc độ khuấy dưới 60 vòng/phút). Do các hạt silic oxit đã được nghiền mịn nội chung là bền trong nước ở độ pH khoảng 7 do điện tích âm cao trên silic oxit, nên nó chung cần phải có tác động cắt rất cao để vượt qua hàng rào năng lượng đẩy nằm giữa các hạt gây ra sự kết tập hạt.

Theo một phương pháp được lấy làm ví dụ sử dụng silic oxit, như các hạt HDS, silic oxit có thể được kết hợp với nước, và hỗn hợp thu được được cho đi qua máy nghiền keo, máy nghiền kiểu đường ống, hoặc thiết bị tương tự để tạo ra chất lưu phân tán. Sau đó, chất lưu này được chuyển vào máy làm đồng nhất mà nó sẽ làm phân tán nhuyễn vào nhau hơn chất độn trong chất mang lỏng để tạo ra huyền phù đặc. Các máy làm đồng nhất được lấy làm ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, hệ thống Microfluidizer® là thương phẩm của hãng Microfluidics International Corporation (Newton, Mass., USA). Cũng thích hợp là các máy làm đồng nhất loại MS18, MS45 và MC120, và loạt máy làm đồng nhất là thương phẩm của hãng APV Homogenizer Division of APV Gaulin, Inc. (Wilmington, Mass., USA). Các máy làm đồng nhất thích hợp khác là có bán sẵn và người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ biết rõ về các tính năng của chúng. Áp suất vận hành tối ưu cho một máy làm đồng nhất có thể phụ thuộc vào thiết bị thực tế, loại silic oxit và/hoặc hàm lượng silic oxit. Ví dụ, máy làm đồng nhất có thể được vận hành ở áp suất nằm trong khoảng từ 10psi (68,9 KPa) đến 5000psi (34450KPa) hoặc cao hơn, ví dụ, nằm trong khoảng từ 10psi (68,9 KPa) đến 1000psi (6890KPa), từ 1000psi (6890KPa) đến 1700psi (11713KPa), từ 1700psi (11713KPa) đến 2200psi (1378KPa) (15158KPa), từ 2200psi (1378KPa) (15158KPa) đến 2700psi (18603KPa), từ 2700psi (18603KPa) đến 3300psi (22737KPa), từ 3300psi (22737KPa) đến 3800psi (26182KPa), từ 3800psi (26182KPa) đến 4300psi (29627KPa), hoặc từ 4300psi (29627KPa) đến 5000psi (34450KPa). Như đã chỉ ra ở trên, thể phân tán silic oxit dạng hạt được làm mất ổn định trước khi tiến hành quy trình tạo ra hỗn hợp gốc,

và thể phân tán này có thể được làm mất ổn định theo một trong những kỹ thuật được nêu trong phần mô tả, trước, trong, hoặc sau quy trình nghiền bất kỳ hoặc quy trình cơ học tương tự.

Tuỳ thuộc vào phương pháp tạo hỗn hợp gốc ướ́t được sử dụng, nồng độ silic oxit cao trong huyền phù đặc có thể được sử dụng để giảm bớt công việc loại bỏ nước dư hoặc chất mang khác. Đối với thể phân tán hạt silic oxit đã được làm mất ổn định, chất lưu được sử dụng có thể là nước hoặc chất lưu dạng nước khác hoặc các chất lưu khác. Đối với thể phân tán đã được làm mất ổn định này, chất độn có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 6 phần trăm trọng lượng đến 35 phần trăm trọng lượng, ví dụ, từ 6 phần trăm trọng lượng đến 9 phần trăm trọng lượng, từ 9 phần trăm trọng lượng đến 12 phần trăm trọng lượng, từ 12 phần trăm trọng lượng đến 16 phần trăm trọng lượng, từ 10 phần trăm trọng lượng đến 28 phần trăm trọng lượng, từ 16 phần trăm trọng lượng đến 20 phần trăm trọng lượng, từ 20 phần trăm trọng lượng đến 24 phần trăm trọng lượng, từ 24 phần trăm trọng lượng đến 28 phần trăm trọng lượng, hoặc từ 28 phần trăm trọng lượng đến 30 phần trăm trọng lượng, tính theo trọng lượng của thể phân tán đã được làm mất ổn định. Đối với thể phân tán đã được làm mất ổn định này, nồng độ silic oxit cao có thể có nhiều lợi ích. Ví dụ, nồng độ silic oxit trong huyền phù đặc đã được làm mất ổn định có thể là ít nhất là 10 phần trăm trọng lượng hoặc ít nhất là 15 phần trăm trọng lượng, tính theo trọng lượng của huyền phù đặc (ví dụ, nằm trong khoảng từ 12% trọng lượng đến 35% trọng lượng hoặc từ 15,1% trọng lượng đến 35% trọng lượng, hoặc từ 20% trọng lượng đến 35% trọng lượng), chúng có thể mang lại các lợi ích như, nhưng không chỉ giới hạn ở, giảm bớt nước thải, tăng năng suất, và/hoặc làm giảm kích thước thiết bị cần thiết cho quy trình này. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ thừa nhận và biết rõ lợi ích của sáng chế là nồng độ silic oxit (tính theo phần trăm trọng lượng) của huyền phù đặc chứa silic oxit (và trong huyền phù đặc chứa silic oxit đã được làm mất ổn định) cần phải được phối hợp với các biến quy trình khác trong quy trình tạo ra hỗn hợp gốc ướ́t này để đạt được tỷ lệ mong muốn giữa silic oxit và cao su (tính theo phr) trong sản phẩm cuối.

Các chi tiết về thể phân tán silic oxit được mô tả tiếp ở dưới. Nói chung,

thể phân tán có thể là vật liệu gồm nhiều pha trong đó ít nhất một trong các pha này là, bao gồm hoặc gồm pha được chia nhỏ, tùy ý với khoảng kích cỡ keo, được phân tán trong toàn bộ pha liên tục. Thể phân tán hoặc huyền phù đặc của silic oxit hoặc thể phân tán silic oxit có thể được tạo ra dưới dạng huyền phù bền của silic oxit dạng hạt trong chất lưu dạng nước, trong đó điện tích ở bề mặt của hạt ngăn ngừa sự kết tụ hạt và thể phân tán này, khác biệt bởi trị số điện thế zeta lớn hơn hoặc bằng 30mV. Trong các thể phân tán như vậy, các hạt silic oxit duy trì ở trạng thái phân tán, và/hoặc huyền phù bền không bị kết tụ và kết lắng, ví dụ, trong ít nhất là 8 giờ. Thể phân tán bền có thể là thể phân tán mà trong đó cỡ hạt không đổi được duy trì, và trong đó các hạt không bị lắng đọng hoặc tạo gel, hoặc không bị sa lắng trong một khoảng thời gian dài khi có khuấy chậm hoặc khuấy theo định kỳ, ví dụ, không lắng đọng đáng kể sau 8 giờ, hoặc 12 giờ hoặc 24 giờ, hoặc 48 giờ. Ví dụ, đối với các hạt silic oxit keo được phân tán kỹ trong chất lưu dạng nước, tính ổn định có thể nhận thấy được với độ pH nằm trong khoảng từ 8 đến 10. Ngoài ra, với việc khuấy chậm thể phân tán này, các hạt silic oxit duy trì trạng thái treo lơ lửng trong chất lưu này nhờ vào các yếu tố bao gồm điện tích bề mặt hạt, tính phân cực bề mặt hạt, độ pH, nồng độ hạt được chọn, việc xử lý bề mặt hạt, và sự kết hợp các yếu tố này. Chất lưu này có thể là hoặc bao gồm nước, hỗn hợp nước, hoặc chất lưu dễ trộn lẫn với nước hoặc chất lưu có thể trộn lẫn một phần với nước, như các rượu khác nhau, các ete, và các dung môi dễ trộn lẫn với nước có trong lượng phân tử thấp khác, tốt hơn là các nhóm hữu cơ có 1 tới 5 nguyên tử cacbon (ví dụ, etanol, metanol, propanol, etyl ete, axeton, và các chất tương tự). Như đã nêu trên, thể phân tán này, ví dụ, có thể chứa các hạt chứa silic oxit với lượng nằm trong khoảng từ 6% trọng lượng đến 35% trọng lượng, từ 10% trọng lượng đến 28% trọng lượng, từ 12% trọng lượng đến 25% trọng lượng, hoặc từ 15% trọng lượng đến 30% trọng lượng, tính theo trọng lượng của thể phân tán này.

Thể phân tán bền có thể là thể phân tán dạng keo. Nói chung, thể phân tán dạng keo hoặc chất keo có thể là chất mà trong đó các hạt phân tán được treo lơ lửng trong một chất khác. Các hạt của pha phân tán có đường kính nằm trong khoảng từ 1 nanomét đến 1000 nanomét, và thông thường nằm trong khoảng từ 100

nanomét đến 500 nanomét. Trong thể phân tán dạng keo bền, cỡ hạt, tỷ trọng, và nồng độ phải sao cho các hạt không dễ bị lắng đọng do trọng lực ra khỏi thể phân tán này một cách dễ dàng. Các chất keo có trị số điện thế zeta bằng 30mV hoặc lớn hơn nói chung được xem là hệ chất keo bền. Việc làm giảm độ ổn định hạt (ví dụ, silic oxit) trong chất keo hoặc thể phân tán do sự ổn định điện tích có thể xác định được bằng cách làm giảm trị số điện thế zeta. Cỡ hạt có thể đo được bởi phương pháp tán xạ ánh sáng.

Thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định có thể được hiểu là thể phân tán silic oxit trong một chất lưu mà trong đó việc lực đẩy giữa các hạt yếu cho phép kết cụm các hạt và hình thành gel hoặc mạng giữa các hạt khi thể phân tán này được tác động cắt một cách có hiệu quả. Trong các trường hợp nhất định, tác động cắt cơ học có thể gây ra sự mất ổn định của các thể phân tán silic oxit và làm kết cụm các hạt silic oxit. Mức độ làm mất ổn định huyền phù đặc chứa silic oxit càng cao, tác động cắt cần thiết đối với các kết tụ của các hạt càng nhỏ, và tốc độ kết tụ hạt càng cao. Đối với một thể phân tán đã được làm mất ổn định, thể phân tán này có thể chứa silic oxit dạng hạt với lượng nằm trong khoảng từ 6% trọng lượng đến 35% trọng lượng (tính theo trọng lượng của thể phân tán), ví dụ, nằm trong khoảng từ 8% trọng lượng đến 35% trọng lượng, từ 10% trọng lượng đến 28% trọng lượng, từ 12% trọng lượng đến 25% trọng lượng, từ 15% trọng lượng đến 30% trọng lượng. Chất lưu dạng nước trong thể phân tán hạt silic oxit đã được làm mất ổn định có thể là hoặc bao gồm nước, hỗn hợp nước, hoặc chất lưu dễ trộn lẫn với nước hoặc có thể trộn lẫn một phần với nước, như các rượu khác nhau, các ete, và các dung môi dễ trộn lẫn với nước có trong lượng phân tử thấp khác, tốt hơn là các nhóm hữu cơ có 1 tới 5 nguyên tử cacbon (ví dụ, etanol, metanol, propanol, etyl ete, axeton, và các chất tương tự). Để tạo ra các hợp thể đàn hồi chứa silic oxit, độ bền của các hạt silic oxit trong huyền phù đặc hoặc thể phân tán được làm giảm (tức là, được làm mất ổn định) bằng cách làm giảm hàng rào năng lượng tĩnh điện giữa các hạt bằng cách sử dụng lượng hữu hiệu của chất làm mất ổn định như axit hoặc muối hoặc cả hai trước khi huyền phù đặc này được trộn với latec. Chất làm mất ổn định có thể được chọn về khả năng của nó để làm giảm sự tương tác điện tích đẩy giữa các bề mặt hạt ngăn không cho các hạt

kết tụ trong chất lưu này.

Thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định có thể được tạo ra bằng cách làm giảm độ pH của thể phân tán silic oxit tới mức gần với điểm đẳng điện của silic oxit (độ pH bằng khoảng 2 đối với các silic oxit ưa nước thông thường). Ví dụ, việc làm mất ổn định silic oxit có thể đạt được bằng cách bổ sung axit vào để làm giảm độ pH của thể phân tán silic oxit dạng hạt nằm trong khoảng từ 2 đến 4, do vậy làm giảm trị số điện thế zeta của thể phân tán tới mức thấp hơn 30mV, như khoảng thấp hơn 28mV (ví dụ, điện thế zeta có giá trị nằm trong khoảng từ 18mV đến 6mV đối với chất làm mất ổn định là axit formic). Việc bổ sung axit và/hoặc muối vào huyền phù đặc chứa silic oxit có thể làm giảm một cách có hiệu quả độ ổn định của các hạt silic oxit được phân tán trong nước. Nồng độ mol axit hoặc muối nói chung là một yếu tố chi phối quyết định điện thế zeta của huyền phù đặc chứa silic oxit đã được làm mất ổn định. Nói chung, một lượng đủ axit hoặc muối hoặc cả hai có thể được sử dụng để làm giảm trị số điện thế zeta của huyền phù đặc chứa silic oxit tới mức nhỏ hơn 30mV, như 28mV hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 25mV hoặc nhỏ hơn, để tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn.

Lượng axit được sử dụng để làm mất ổn định thể phân tán silic oxit có thể là một lượng để tạo ra trị số điện thế zeta trong thể phân tán đã được làm mất ổn định nhỏ hơn 30mV, như 28mV hoặc nhỏ hơn, hoặc 25mV hoặc nhỏ hơn. Axit này có thể gồm ít nhất một axit hữu cơ hoặc vô cơ. Axit này có thể là hoặc bao gồm axit axetic, axit formic, axit xitric, axit phosphoric, hoặc axit sulfuric, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng. Axit này có thể là hoặc bao gồm axit chứa C₁-C₄ alkyl. Axit này có thể là hoặc bao gồm axit có phân tử lượng hoặc trọng lượng phân tử trung bình khối nhỏ hơn 200, như nhỏ hơn 100MW, hoặc nhỏ hơn 75MW, hoặc nằm trong khoảng từ 25MW đến 100mW. Lượng axit có thể thay đổi và tùy thuộc vào thể phân tán silic oxit phân tán được làm mất ổn định. Lượng axit có thể là, ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,8% trọng lượng đến 7,5% trọng lượng, ví dụ, nằm trong khoảng từ 1,5% trọng lượng đến 7,5% trọng lượng hoặc lớn hơn (tính theo tổng trọng lượng của chất lưu chứa thể phân tán silic oxit). Nếu axit là chất làm mất ổn định duy nhất được sử dụng, thì lượng axit có thể là lượng đủ để làm giảm độ pH của thể phân tán silic oxit ít nhất là 2 đơn vị pH, hoặc ít nhất là độ pH bằng

5 hoặc thấp hơn, hoặc khoảng độ pKa của axit hoặc các axit khi sử dụng, để làm giảm sự tương tác điện giữa các hạt.

Thể phân tán đã được làm mất ổn định này có thể được tạo ra bằng cách xử lý thể phân tán silic oxit bằng chất làm mất ổn định bao gồm một hoặc nhiều muối để làm thay đổi điện thế zeta của huyền phù đặc zeta nằm trong khoảng đã nêu trên. Muối này có thể là hoặc bao gồm ít nhất một muối kim loại (ví dụ, các kim loại nhóm 1, 2, hoặc 13). Muối này có thể là hoặc bao gồm muối canxi, muối magie, hoặc muối nhôm. Các ion trái dấu được lấy làm ví dụ bao gồm nitrat, axetat, sulfat, các ion halogen như clorua, bromua, iot, và các ion tương tự. Lượng muối có thể là, ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,2% trọng lượng đến 2% trọng lượng hoặc lớn hơn, ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,5 hoặc 1% trọng lượng đến 1,6 % trọng lượng (tính theo trọng lượng của chất lưu chứa thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định).

Hỗn hợp gồm ít nhất một muối và/hoặc ít nhất một axit có thể được sử dụng để làm mất ổn định thể phân tán silic oxit.

Khi thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định được tạo ra với việc bổ sung nhất một muối, thì nồng độ muối trong thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định có thể nằm trong khoảng từ 10mM đến 160mM, hoặc các lượng khác nằm trên hoặc dưới khoảng này.

Khi thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định được tạo ra với việc bổ sung ít nhất một axit, thì nồng độ axit trong thể phân tán đã được làm mất ổn định có thể nằm trong khoảng từ 200mM đến 1000mM, ví dụ, nằm trong khoảng từ 340mM đến 1000mM, hoặc các lượng khác nằm trên hoặc dưới khoảng này.

Thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định có thể được tạo ra bằng cách sử dụng các hạt silic oxit đã được xử lý để chứa một lượng thích hợp các nhóm chức bề mặt mang điện tích dương để sao cho điện tích toàn phần trên bề mặt silic oxit được làm giảm đủ để làm giảm trị số điện thế zeta của thể phân nghiền nhỏ hơn 30mV. Điện tích toàn phần trên bề mặt silic oxit có thể là điện tích dương, thay vì điện tích âm, do việc xử lý bề mặt như vậy. Nhóm chức mang điện tích dương có thể được đưa vào bề mặt silic oxit thông qua việc gắn hóa học hoặc hấp phụ vật lý. Ví dụ, bề mặt silic oxit có thể được xử lý bằng N-

trimetoxylsilylpropyl-N,N,N-trimetylamonit clorua trước hoặc sau khi tạo ra thể phân tán silic oxit. Nó cũng có thể hấp phụ chất phủ cation, như các phân tử chứa amin và các axit amin cơ bản trên bề mặt silic oxit. Điều được giả thuyết là điện tích dương trên các bề mặt của hạt hạt silic oxit có thể làm tăng sự đông tụ của latec, bao gồm các hạt cao su mạng điện tích âm, nhờ quá trình đông tụ khác loại.

Đối với "chất lưu thứ hai", nó chứa ít nhất một latec đàn hồi, chất lưu này có thể chứa một hoặc nhiều latec đàn hồi. Một latec đàn hồi có thể được xem là thể phân tán dạng keo bền của cao su và có thể chứa, ví dụ, cao su với lượng nằm trong khoảng từ 10% trọng lượng đến 70% trọng lượng tính theo tổng trọng lượng của latec này. Cao su này có thể được phân tán trong chất lưu, như nước hoặc chất lưu dạng nước khác, chẳng hạn. Hàm lượng nước của chất lưu này (hoặc lượng nước) có thể bằng 40% trọng lượng hoặc lớn hơn, như 50% trọng lượng hoặc lớn hơn, hoặc 60% trọng lượng hoặc lớn hơn, hoặc 70% trọng lượng hoặc lớn hơn, ví dụ, nằm trong khoảng từ 40% trọng lượng đến 90% trọng lượng tính theo trọng lượng của chất lưu chứa ít nhất một latec đàn hồi. Các latec đàn hồi thích hợp bao gồm cả các latec đàn hồi tự nhiên lẫn các latec đàn hồi tổng hợp và các hỗn hợp trộn latec. Ví dụ, latec đàn hồi có thể được tổng hợp bằng cách trùng hợp monome như styren đã được nhũ hóa bằng các chất hoạt động bề mặt. Latec này cần phải thích hợp cho quy trình tạo ra hỗn hợp gốc ước được chọn và mục đích hoặc ứng dụng được dự định cho sản phẩm cao su cuối. Điều sẽ nằm trong khả năng của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này để lựa chọn latec thể đàn hồi thích hợp hoặc hỗn hợp trộn thích hợp của các latec để dùng trong các phương pháp và thiết bị được nêu trong bản mô tả trên cơ sở xem xét các lợi ích theo sáng chế.

Latec đàn hồi này có thể là hoặc bao gồm cao su thiên nhiên, như nhũ tương cao su thiên nhiên. Latec cao su thiên nhiên được lấy làm ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, mủ latec, latec cô đặc (được sản xuất, ví dụ, bằng cách làm bay hơi, ly tâm hoặc làm lắng), latec bột (ví dụ, dịch nổi bề mặt còn lại sau khi sản xuất latec cô đặc bằng cách ly tâm) và các hỗn hợp trộn của hai hoặc nhiều latec theo tỷ lệ bất kỳ. Latec cao su thiên nhiên thông thường được xử lý bằng amoniac để bảo quản nó, và độ pH của latec đã được xử lý thông thường nằm trong khoảng từ 9

đến 11. Hàm lượng amoniac của latec cao su thiên nhiên có thể được điều chỉnh, và có thể được làm giảm, ví dụ, bằng cách sục khí ni tơ qua hoặc trong toàn bộ latec này. Thông thường, các nhà sản xuất latec tách bùn cho latec bằng cách bổ sung diamoni phosphat vào. Họ cũng có thể làm ổn định latec bằng cách bổ sung amoni laurat vào. Latec cao su thiên nhiên có thể được pha loãng tới một hàm lượng cao su khô mong muốn (DRC). Do vậy, latec mà có thể được sử dụng theo sáng chế có thể là latec đã được tách bùn. Chất bảo quản thứ cấp, là hỗn hợp gồm tetramethylthiuram disulfua và kẽm oxit (dung dịch TZ) cũng có thể được có mặt. Latec này cần phải thích hợp cho quy trình tạo ra hỗn hợp gốc ước được chọn và mục đích hoặc ứng dụng được dự định cho sản phẩm cao su cuối. Latec này được thường được tạo ra trong một chất mang lỏng chứa nước (ví dụ, nước). Lượng chất mang lỏng chứa nước này có thể thay đổi, và ví dụ, nằm trong khoảng từ 30% trọng lượng đến 90% trọng lượng tính theo trọng lượng của chất lưu. Nói cách khác, các latec cao su thiên nhiên như vậy có thể chứa, hoặc có thể được điều chỉnh để chứa, ví dụ, cao su với lượng nằm trong khoảng từ 10% trọng lượng đến 70% trọng lượng. Việc lựa chọn latec hoặc hỗn hợp trộn latec thích hợp sẽ nằm trong khả năng của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này dựa trên cơ sở xem xét các lợi ích theo án lệ và các tiêu chí lựa chọn nói chung đã biết rõ trong ngành công nghiệp này.

Latec cao su thiên nhiên cũng có thể được cải biến hóa học theo một số cách. Ví dụ, nó có thể được xử lý để cải biến hoặc khử bằng enzym các thành phần không phải cao su khác nhau, hoặc bản thân trọng lượng phân tử cao su có thể được cải biến bằng các monome khác nhau hoặc các nhóm hóa học khác như clo. Latec cao su thiên nhiên đã được epoxy hóa có thể là đặc biệt có lợi bởi vì cao su đã được epoxy hóa này được tin là có tương tác với bề mặt silic oxit (Martin, et al., Cao su Chemistry and Technology, May 2015, doi:10.5254/rect15.85940). Các phương pháp được lấy làm ví dụ để cải biến hóa học latec cao su thiên nhiên đã được mô tả trong các công bố đơn yêu cầu cấp patent Châu Âu số 1489102, 1816144, và 1834980, các công bố patent Nhật bản số 2006152211, 2006152212, 2006169483, 2006183036, 2006213878, 2006213879, 2007154089, và 2007154095, patent Anh số GB2113692, các patent

Mỹ số 6,841,606 và 7,312,271, và công bố đơn yêu cầu cấp patent Mỹ số 2005-0148723. Các phương pháp đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này cũng có thể được sử dụng.

Các thể đàn hồi được lấy làm ví dụ khác bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các cao su, các polyme (ví dụ, các homopolyme, các copolyme và/hoặc các terpolyme) của 1,3-butadien, styren, izopren, isobutylen, 2,3-dialkyl-1,3-butadien, trong đó alkyl có thể là metyl, etyl, propyl, v.v., acrylonitril, etylen, propylen và các chất tương tự. Thể đàn hồi này có thể có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g), khi được đo bằng phép đo nhiệt lượng quét vi sai (DSC), nằm trong khoảng từ -120°C đến 0°C . Các ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, cao su styren-butadien (SBR), cao su thiên nhiên và các dẫn xuất của nó như cao su đã được clo hóa, polybutadien, polyizopren, poly(styren-co-butadien) và các dẫn xuất đã được độn dầu của thể đàn hồi bất kỳ trong số chúng. Các hỗn hợp trộn của thể đàn hồi bất kỳ trong số các thể đàn hồi nêu trên cũng có thể được sử dụng. Latec này có thể ở trong chất mang lỏng trong nước. Các cao su tổng hợp đặc biệt thích hợp bao gồm: copolyme của styren và butadien có khoảng từ 10 phần trăm trọng lượng tới khoảng 70 phần trăm trọng lượng styren và khoảng từ 90 tới khoảng 30 phần trăm trọng lượng butadien như copolyme gồm 19 phần styren và 81 phần butadien, copolyme gồm 30 phần styren và 70 phần butadien, copolyme gồm 43 phần styren và 57 phần butadien và copolyme gồm 50 phần styren và 50 phần butadien; các polyme và các copolyme của các dien liên hợp như polybutadien, polyizopren, polycloropren, và tương tự, và các copolyme của các dien liên hợp này có nhóm monome chứa nhóm etylen dễ trùng hợp với nó như styren, metyl styren, clostyren, acrylonitril, 2-vinylpyridin, 5-metyl-2-vinylpyridin, 5-etyl-2-vinylpyridin, 2-metyl-5-vinylpyridin, acrylat đã được thế bằng alyl, vinyl keton, metyl isopropenyl keton, metyl vinyl hoặc là, các axit alpha-metylen carboxylic và các este và các amit của chúng, như axit acrylic và amit của axit dialkylacrylic. Cũng thích hợp để sử dụng theo sáng chế là các copolyme của etylen và các alpha olefin cao khác như propylen, 1-buten, và 1-penten. Hỗn hợp trộn của hai hoặc nhiều loại latec đàn hồi, bao gồm các hỗn hợp trộn của latec cao su tổng hợp và latec cao su thiên nhiên hoặc với hai hoặc nhiều loại cao su tổng hợp hoặc thiên nhiên, cũng có thể được sử dụng.

Các hỗn hợp cao su có thể chứa, ngoài thể đàn hồi và chất độn và chất kết hợp, các chất bổ trợ gia công, chất độn dầu, chất chống lão hoá, chất chống oxy hoá, khác nhau và/hoặc các chất phụ gia khác.

Lượng silic oxit (phần trọng lượng cho 100 phần trọng lượng cao su, hoặc phr) có mặt trong hợp thể đàn hồi này có thể nằm trong khoảng từ 15phr đến 180phr, từ 20phr đến 150phr, từ 25phr đến 80phr, từ 35phr đến 115phr, từ 35phr đến 100phr, từ 40phr đến 100phr, từ 40phr đến 90phr, từ 40phr đến 80phr, từ 29phr đến 175phr, từ 40phr đến 110phr, từ 50phr đến 175phr, từ 60phr đến 175phr, và các khoảng tương tự. Hợp thể đàn hồi được gia cường bằng silic oxit tùy ý có thể bao gồm một lượng nhỏ muội than để tạo màu, tính dẫn, và/hoặc độ bền UV và/hoặc cho các mục đích khác. Lượng nhỏ muội than có trong hợp thể đàn hồi này có thể nằm trong khoảng, ví dụ, từ 0,1% trọng lượng đến 10% trọng lượng, tính theo trọng lượng của toàn bộ các hạt có mặt trong hợp thể đàn hồi này. Hạng hoặc loại muội than bất kỳ có thể được sử dụng, như các muội than lò loại dùng cho lớp gia cường hoặc bán gia cường và các muội than tương tự. Ví dụ, nếu muội than hoặc chất độn khác được bổ sung vào và cấu thành một phần của hợp thể đàn hồi, thì muội than hoặc chất độn khác này có thể được bổ sung vào, ví dụ, nhờ sử dụng khối trộn 3 đường. Một ví dụ được thể hiện trên Fig.1(c). Với phương án thực hiện như vậy, muội than hoặc chất độn khác có thể được bổ sung vào đồng thời với huyền phù đặc chứa silic oxit để tạo ra hỗn hợp trộn của các hạt gia cường trong hợp thể đàn hồi. Muội than này có thể được phân tán trong huyền phù đặc trong nước trước khi sử dụng.

Trong phương pháp bất kỳ để sản xuất hợp thể đàn hồi, phương pháp này có thể còn bao gồm một hoặc nhiều bước sau, sau khi tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn:

một hoặc nhiều bước chờ hoặc bước hóa rắn hoặc đông tụ tiếp để phát triển tiếp tính đàn hồi;

một hoặc nhiều bước làm mất nước có thể được sử dụng để làm mất nước cho hợp thể này để tạo ra hợp thể đã làm mất nước;

một hoặc nhiều bước ép đùn;

một hoặc nhiều bước cán;

một hoặc nhiều bước nghiền để tạo ra hợp thể đã được nghiền;
một hoặc nhiều bước tạo hạt;
một hoặc nhiều bước đóng bao để tạo ra sản phẩm hoặc hỗn hợp đã được đóng bao;
sản phẩm hoặc hỗn hợp đã được đóng bao có thể được phá vỡ để tạo ra hỗn hợp dạng hạt;
một hoặc nhiều bước trộn hoặc trộn lẫn để tạo ra hợp thể đã được trộn lẫn.

Như một ví dụ tiếp theo, trình tự nêu dưới đây của các bước xử lý có thể xảy ra và mỗi bước có thể được lặp lại nhiều lần (với các chế độ thiết lập giống nhau hoặc khác nhau), sau khi tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn:

một hoặc nhiều bước chờ hoặc bước đông tụ tiếp để phát triển tiếp tính đàn hồi;
làm mất nước hợp thể này (ví dụ, hợp thể đàn hồi có trong vùng phản ứng) để tạo ra hợp thể đã được làm mất nước;
trộn hoặc trộn lẫn hợp thể đã được làm mất nước để tạo ra hỗn hợp đã được trộn lẫn;
nghiền hỗn hợp đã được trộn lẫn này để tạo ra hỗn hợp đã được nghiền (ví dụ, nghiền bằng trục lẫn);
tạo hạt hoặc trộn hỗn hợp đã được nghiền này;
tùy ý, đóng bao hỗn hợp này sau khi tạo hạt hoặc trộn để tạo ra hỗn hợp đã được đóng bao;
tùy ý, phá vỡ hỗn hợp đã được đóng bao và trộn.

Theo phương án bất kỳ, chất kết hợp có thể được đưa vào bước bất kỳ (hoặc vào nhiều bước hoặc nhiều vị trí) miễn là chất kết hợp này có cơ hội được phân tán được phân tán trong hợp thể đàn hồi. Ví dụ, một hoặc nhiều chất kết hợp (ví dụ, chất kết hợp silan) có thể được cho phản ứng với huyền phù đặc chứa silic oxit (ví dụ, huyền phù đặc chứa silic oxit kết tủa) trước khi huyền phù đặc này được cấp vào vùng phản ứng tạo hỗn hợp gốc ướt. Ví dụ, quy trình được mô tả trong patent Mỹ số 8,357,733 có thể được thực hiện trong các phương pháp theo sáng chế. Một ví dụ khác là bổ sung một hoặc nhiều chất kết hợp (ví dụ, chất kết hợp silan) vào pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn sau quá trình đông tụ, ví dụ, trước và/hoặc trong bước làm mất nước hoặc làm nhuyễn nằm sau bất kỳ cùng với ưu tiên

có đủ nhiệt để tăng cường phản ứng của silic oxit với chất kết hợp này. Một ví dụ khác có thể là việc bổ sung một hoặc nhiều chất kết hợp qua cửa nạp thứ ba trong vùng phản ứng như được thể hiện trên Fig.1(c). Phương án tùy chọn này có thể được tối ưu bằng cách điều chỉnh độ pH để sao cho độ pH của huyền phù đặc chứa silic oxit đủ cao để cho chất kết hợp phản ứng nhanh với silic oxit (ví dụ, silic oxit đã được làm mất ổn định bằng muối) trong khi được trộn với latec đàn hồi.

Ví dụ, pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn có trong khu vực hoặc vùng phản ứng có thể được vận chuyển bởi một thiết bị thích hợp (ví dụ, đai chuyền hoặc băng chuyền), vào máy ép đùn làm mất nước. Các máy ép đùn làm mất nước thích hợp là các thương phẩm đã biết có sẵn, ví dụ, của hãng French Oil Mill Machinery Co. (Piqua, Ohio, USA). Theo cách khác hoặc ngoài ra, pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn có thể được ép, ví dụ, giữa các tấm kim loại, để đẩy ra ít nhất một phần của pha chất lưu trong nước cho đến khi hàm lượng nước của vật liệu này nhỏ hơn 40% trọng lượng.

Nói chung, các bước xử lý sau có thể bao gồm bước ép hợp thể đàn hồi để loại bỏ khoảng 1% trọng lượng tới khoảng 15% trọng lượng hoặc nhiều hơn, pha chất lưu trong nước, tính theo tổng trọng lượng của hợp thể đàn hồi. Máy ép đùn làm mất nước có thể làm cho hợp thể đàn hồi chứa silic oxit có hàm lượng nước nằm trong khoảng từ 40% đến 95% xuống còn nằm trong khoảng từ 5% đến 60% (ví dụ, hàm lượng nước nằm trong khoảng từ 5% đến 10%, từ 10% đến 20%, từ 15% đến 30%, hoặc từ 30% đến 50%) với tất cả các hàm lượng tính theo phần trăm trọng lượng đều được tính theo tổng trọng lượng của hợp thể này. Máy ép đùn làm mất nước có thể được sử dụng để làm giảm hàm lượng nước của hợp thể đàn hồi chứa silic oxit xuống còn khoảng 35% trọng lượng hoặc các lượng khác. Hàm lượng nước tối ưu có thể thay đổi tùy theo thể đàn hồi được sử dụng, lượng, và/hoặc loại chất độn, và các thiết bị được sử dụng để làm nhuyễn sản phẩm đã được làm mất nước. Hợp thể đàn hồi này có thể được làm mất nước tới một hàm lượng nước được mong muốn, tiếp đó, sản phẩm đã được làm mất nước thu được có thể được làm nhuyễn tiếp trong khi được làm khô để có một mức độ ẩm được mong muốn (ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,5% đến 10%, chẳng hạn, nằm trong khoảng từ 0,5% đến 1%, từ 1% đến 3%, từ 3% đến 5%, hoặc từ 5% đến 10%, tốt

hơn là nhỏ hơn 1% với tất cả các hàm lượng tính theo phần trăm trọng lượng được tính theo tổng trọng lượng của sản phẩm). Năng lượng cơ học tác động lên vật liệu này có thể cho phép cải thiện các tính chất cao su. Ví dụ, sản phẩm đã được làm mất nước có thể được xử lý bằng cơ học bằng một hoặc nhiều máy trộn liên tục, máy trộn trong, máy ép đùn trục kép, máy ép đùn trục đơn, hoặc máy cán trục. Bước trộn tùy chọn này có thể có khả năng làm nhuyễn hỗn hợp và/hoặc tạo ra diện tích bề mặt hoặc làm lộ ra bề mặt mà có thể cho phép loại bỏ nước (ít nhất là một phần của nó) có thể có mặt trong hỗn hợp này. Các thiết bị làm nhuyễn thích hợp là đã biết và là các thương phẩm có sẵn, bao gồm, ví dụ, máy trộn Unimix Continuous Mixer và máy trộn MVX (Mixing, Venting, eXtruding) của hãng Farrel Corporation of Ansonia, CT, USA, máy trộn liên tục dài của hãng Pomini, Inc., máy trộn liên tục Pomini, máy ép đùn liên động hai động cơ quay cùng chiều, máy ép đùn liên động hai động cơ quay ngược chiều, máy trộn Banbury, máy trộn Brabender, máy trộn trong kiểu liên động, máy trộn trong kiểu ngào trộn, máy ép đùn trộn lẫn liên tục, máy ép đùn nghiền hai trục của hãng Kobe Steel, Ltd., và máy trộn Kobe Continuous Mixer. Các thiết bị làm nhuyễn khác sẽ là quen thuộc đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này và có thể được sử dụng.

Khi sản phẩm đã được làm mất nước được xử lý trong một thiết bị đã định, thì thiết bị này tác động năng lượng lên vật liệu này. Mặc dù không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết cụ thể bất kỳ, song điều tin chắc là sự ma sát sinh ra trong quá trình làm nhuyễn cơ học sẽ làm nóng sản phẩm đã được làm mất nước. Một phần của nhiệt này được tiêu thụ bởi việc làm nóng và làm bay hơi hơi ẩm trong sản phẩm đã được làm mất nước. Một phần của nước cũng có thể được loại bỏ bằng cách ép vật liệu này đồng thời với việc làm nóng. Nhiệt độ cần phải đủ cao để làm bốc hơi nước một cách nhanh chóng thành hơi nước để được giải phóng vào môi trường và/hoặc được loại bỏ ra khỏi thiết bị, nhưng cũng không được quá cao để có thể dẫn đến sự lưu hoá sớm cao su. Sản phẩm đã được làm mất nước này có thể đạt nhiệt độ nằm trong khoảng từ 130°C đến 180°C, như nằm trong khoảng từ 140°C đến 160°C, đặc biệt là khi chất kết hợp được bổ sung vào trước hoặc trong quá trình làm nhuyễn. Chất kết hợp này có thể có một lượng nhỏ lưu huỳnh, và

hiệt độ cần phải được duy trì ở mức đủ thấp để tránh việc cao su bị liên kết ngang trong quá trình làm nhuễn.

Theo một phương án tùy chọn, các chất phụ gia có thể được kết hợp với sản phẩm đã được làm mất nước trong máy trộn cơ học. Đặc biệt, các chất phụ gia như chất độn (nó có thể là giống như, hoặc khác với chất độn được sử dụng trong máy trộn; các chất độn được lấy làm ví dụ bao gồm silic oxit, muội than, và/hoặc kẽm oxit), các thể đàn hồi khác, hỗn hợp gốc khác hoặc hỗn hợp gốc bổ sung, chất chống oxy hoá, chất kết hợp, chất dẻo hoá, chất hỗ trợ gia công (ví dụ, axit stearic, nó cũng có thể được sử dụng làm chất đóng rắn, các polyme lỏng, dầu, sáp, và các chất tương tự), nhựa, chất chống cháy, dầu pha loãng, và/hoặc chất làm trơn, và hỗn hợp bất kỳ của chúng, có thể được bổ sung vào trong máy trộn cơ học. Các thể đàn hồi bổ sung có thể được kết hợp với sản phẩm đã được làm mất nước để tạo ra các hỗn hợp trộn thể đàn hồi. Các thể đàn hồi thích hợp bao gồm các thể đàn hồi bất kỳ thường được dùng ở dạng latex trong quy trình trộn được mô tả ở trên và các thể đàn hồi như EPDM không sẵn có ở dạng latex và có thể là giống như hoặc khác với thể đàn hồi trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit. Các thể đàn hồi được lấy làm ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các cao su, các polyme (ví dụ, các homopolyme, các copolyme và/hoặc các terpolyme) của 1,3-butadien, styren, izopren, isobutylen, 2,3-di-alkyl-1,3-butadien, trong đó alkyl có thể là methyl, ethyl, propyl, v.v., acrylonitril, etylen, propylen, và các chất tương tự. Các phương pháp sản xuất hỗn hợp gốc đã được mô tả trong các patent Mỹ của cùng Người nộp đơn số 7,105,595, 6,365,663, và 6,075,084 và công bố đơn PCT WO2014/189826. Chất chống oxy hoá (một ví dụ của chất ức chế thoái biến) có thể là chất chống oxy hoá loại amin, chất chống oxy hoá loại phenol, chất chống oxy hoá loại imidazol, muối kim loại của carbamat, para-phenylen diamin và/hoặc dihydrotrimetylquinolin, chất chống oxy hoá quinin đã được trùng hợp, và/hoặc sáp và/hoặc chất chống oxy hoá khác thường được dùng trong các chế phẩm thể đàn hồi. Các ví dụ cụ thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, N-(1,3-dimethylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylenđiamin (6-PPD, ví dụ, ANTIGENE 6C, thương phẩm của hãng Sumitomo Chemical Co., Ltd. và NOCLAC 6C, thương phẩm của hãng Ouchi Shinko Chemical Industrial Co., Ltd.), "Ozonon" 6C của

hãng Seiko Chemical Co., Ltd., 1,2-đihydro-2,2,4-trimetyl quinolin đã được trùng hợp (TMQ, ví dụ, Agerite Resin D, thương phẩm của hãng R. T. Vanderbilt), 2,6-đi-t-butyl-4-metylphenol (thương phẩm Vanox PC của hãng Vanderbilt Chemicals LLC), butylhydroxytoluen (BHT), và butylhydroxyanisol (BHA), và các chất tương tự. Các chất chống oxy hoá tiêu biểu khác có thể là, ví dụ, điphenyl-p-phenylendiamin và các chất khác như, ví dụ, các chất đã được mô tả trong ấn phẩm: The Vanderbilt Rubber Handbook (1978), các trang 344-346.

Một ưu điểm khác của sáng chế là phương án tùy chọn để tạo ra hợp chất cao su bao gồm việc áp dụng phương pháp theo sáng chế bằng cách tạo ra hợp thể đàn hồi chứa silic oxit như được nêu trong bản mô tả. Sau đó, hợp thể đàn hồi chứa silic oxit này có thể được kết hợp với các hợp phần khác như được chỉ ra trong bản mô tả để tạo ra hợp chất cao su. Thuật ngữ “các hợp phần khác” có thể được dùng để chỉ ít nhất một chất chống oxy hoá và tốt hơn là chất chống oxy hoá này có ái lực với silic oxit thấp hơn so với chất chống oxy hoá N-(1,3-đimetylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylendiamin (“6-PPD”). Một ví dụ về chất chống oxy hoá như vậy là 2,2,4-trimetyl 1-1,2 đihydroquinolin đã được trùng hợp. Nhóm chung của các chất chống oxy hoá này là có dạng quinolin hoặc dạng monophenol. Các ví dụ về thương phẩm bao gồm các hạt Agerite Resin D của hãng by Vanderbilt hoặc Vanox PC của hãng Vanderbilt. Với một tùy chọn như vậy, tức là, (các) chất chống oxy hoá có ái lực thấp đối với silic oxit, có thể tránh được việc hấp phụ nhanh chất chống oxy hoá lên trên bề mặt silic oxit, để lại chất chống oxy hoá đủ để bảo vệ cho cao su bao quanh không bị oxy hóa. Ngoài ra, do có ít chất chống oxy hoá bị hấp phụ lên trên bề mặt silic oxit, nên silic oxit sẽ có hoạt tính phản ứng cao với chất kết hợp bất kỳ có mặt, khiến cho việc kết hợp silic oxit với cao su tốt hơn. Do đó, với loại chất chống oxy hoá này trong quy trình theo sáng chế, sự silan hoá silic oxit và/hoặc sự tạo ra cao su được gắn kết có thể được tăng cường hoặc sự ức chế chúng có thể được làm giảm hoặc tránh được.

Nói chung, nếu một chất chống oxy hoá được bổ sung vào để tạo ra hợp chất cao su, thì thứ tự bổ sung (các) chất chống oxy hoá cùng với “các hợp phần khác” bất kỳ là không quan trọng. Nhiều chất chống oxy hoá có thể được sử dụng và/hoặc một hoặc nhiều chất chống oxy hoá có thể được bổ sung ở một hoặc

nhiều công đoạn của quy trình để tạo ra hợp chất cao su, bao gồm một hoặc nhiều công đoạn bất kỳ trước khi tạo ra cao su và/hoặc công đoạn hoặc bước bất kỳ được thể hiện trên Fig. 2.

Chất kết hợp có thể là hoặc bao gồm một hoặc nhiều chất kết hợp silan, một hoặc nhiều chất kết hợp zirconat, một hoặc nhiều chất kết hợp titanat, một hoặc nhiều chất kết hợp nitro, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng. Chất kết hợp này có thể là hoặc bao gồm bis(3-trietoxysilylpropyl)tetrasulfan (ví dụ, Si 69 của hãng Evonik Industries, Struktol SCA98 của hãng Struktol Company), bis(3-trietoxysilylpropyl)disulfan (ví dụ, Si 75 và Si 266 của hãng Evonik Industries, Struktol SCA985 của hãng Struktol Company), 3-thioxyanatopropyl-trietoxy silan (ví dụ, Si 264 của hãng Evonik Industries), gama-mercaptopropyl-trimetoxo silan (ví dụ, VP Si 163 của hãng Evonik Industries, Struktol SCA989 của hãng Struktol Company), gama-mercaptopropyl-trietoxy silan (ví dụ, VP Si 263 của hãng Evonik Industries), zirconi đineoalkanolatodi(3-mercapto) propionato-O, N,N'-bis(2-metyl-2-nitropropyl)-1,6-điaminohexan, S-(3-(trietoxysilyl)propyl) octanthioat (ví dụ, chất kết hợp NXT của hãng Momentive, Friendly, WV), và/hoặc chất kết hợp tương tự về mặt hoá học hoặc có cùng một hoặc nhiều nhóm hoá học. Các ví dụ cụ thể bổ sung về chất kết hợp, mang tên thương mại, bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, VP Si 363 của hãng Evonik Industries. Điều cần được khẳng định là hỗn hợp bất kỳ của các thể đàn hồi, các chất phụ gia, và hỗn hợp gốc bổ sung có thể được bổ sung vào sản phẩm đã được làm mất nước, ví dụ, trong máy trộn lẫn.

Theo một phương án tùy chọn, sản phẩm đã được làm mất nước có thể được làm nhuyễn nhờ sử dụng máy trộn trong như máy trộn Banbury hoặc Brabender. Sản phẩm đã được làm mất nước có thể đầu tiên được đưa tới hàm lượng ẩm nằm trong khoảng từ 3% trọng lượng đến 40% trọng lượng, ví dụ, nằm trong khoảng từ 5% trọng lượng đến 20% trọng lượng, hoặc từ 20% trọng lượng đến 30% trọng lượng. Hàm lượng ẩm này có thể đạt được bởi việc làm mất nước tới một mức độ mong muốn hoặc bởi việc làm mất nước vụn sản phẩm đã được làm mất nước tới một hàm lượng ẩm trung gian trong bước đầu tiên và sau đó làm giảm tiếp hàm lượng ẩm bằng cách làm nóng sản phẩm đã được làm mất nước này, hoặc bằng cách

để bốc hơi ra khỏi sản phẩm đã được làm mất nước ở nhiệt độ trong phòng, hoặc bởi các phương pháp khác quen thuộc đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Sau đó, sản phẩm đã được làm mất nước này có thể được làm nhuễn trong máy trộn trong cho đến khi đạt được hàm lượng ẩm hoặc năng lượng cơ học được mong muốn. Sản phẩm đã được làm mất nước có thể được làm nhuễn cho đến khi đạt nhiệt độ đã định, để nguội, và sau đó được đưa trở lại vào máy trộn trong một hoặc nhiều lần để truyền năng lượng bổ sung cho vật liệu này. Các ví dụ về nhiệt độ bao gồm nhiệt độ nằm trong khoảng từ 140°C đến 180°C, ví dụ, nằm trong khoảng từ 145°C đến 160°C, hoặc từ 150°C đến 155°C. Sản phẩm đã được làm mất nước có thể được cán thành tấm trong máy cán trục sau mỗi lần làm nhuễn trong máy trộn trong. Theo cách khác hoặc ngoài ra, sản phẩm đã được làm mất nước đã được làm nhuễn trong máy trộn Banbury hoặc Brabender có thể được làm nhuễn tiếp trong máy nghiền hở.

Theo một phương án tùy chọn, sản phẩm đã được làm nhuễn có thể được xử lý tiếp trong máy nghiền hở. Sản phẩm đã được làm nhuễn có thể được tháo ra khỏi thiết bị hóa hợp liên tục theo chiều dài của sản phẩm ép đùn và có thể được cắt thành các độ dài ngắn hơn trước khi đi vào máy nghiền hở. Sản phẩm đã được làm nhuễn này tùy ý có thể được cấp vào máy nghiền hở qua băng chuyền. Băng chuyền này có thể là đai vận chuyển, ống dẫn, đường ống hoặc các phương tiện thích hợp khác để vận chuyển sản phẩm đã được làm nhuễn này từ thiết bị hóa hợp liên tục vào máy nghiền hở. Máy nghiền hở này có thể bao gồm một cặp con lăn mà có thể tùy ý được làm nóng hoặc được làm lạnh để cải thiện sự vận hành của máy nghiền hở. Các thông số vận hành khác của máy nghiền hở có thể bao gồm khoảng cách khe hở giữa các con lăn, chiều cao gờ, tức là phần chứa vật liệu trong khe hở ở phần giữa và đầu con lăn, và tốc độ của mỗi con lăn. Tốc độ của mỗi con lăn và nhiệt độ của chất lưu được sử dụng để làm nguội mỗi con lăn có thể được kiểm soát độc lập đối với mỗi con lăn. Khoảng cách khe hở có thể nằm trong khoảng từ 3mm đến 10mm hoặc từ 6mm đến 8mm. Tốc độ cán có thể nằm trong khoảng từ 15 vòng/phút đến 70 vòng/phút và các con lăn này có thể cán hướng với nhau về phía cửa nạp của máy nghiền. độ ma sát, tỷ lệ giữa tốc độ của con lăn thu gom, ví dụ, con lăn mà trên đó sản phẩm đã được làm nhuễn được thu gom, và tốc độ con lăn ngược, có thể nằm

trong khoảng từ 0,9 đến 1,1. Chất lưu được sử dụng để làm nguội các con lăn có thể nằm trong khoảng từ 35°C đến 90°C, ví dụ, từ 45°C đến 60°C, từ 55°C đến 75°C, hoặc từ 70°C đến 80°C. Ngoài việc kiểm soát sự vận hành của máy nghiền hở để có được mức độ làm nhuyễn và làm khô mong muốn đối với sản phẩm đã được làm nhuyễn này, cũng mong muốn rằng sản phẩm ra khỏi máy nghiền hở phải được thu gom trên con lăn thu gom dưới dạng tấm nhẵn. Dù không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết bất kỳ, đã cho rằng nhiệt độ của con lăn làm nguội tạo điều kiện thuận lợi cho mục đích này. Máy nghiền hở có thể làm giảm nhiệt độ của sản phẩm đã được làm nhuyễn này tới nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 140°C. Thời gian lưu của sản phẩm đã được làm nhuyễn này trong máy nghiền này có thể được quyết định một phần bởi tốc độ con lăn, khoảng cách khe hở và mức độ làm nhuyễn và làm khô mong muốn và có thể là nằm trong khoảng từ 10 phút đến 20 phút đối với vật liệu đã được làm nhuyễn, ví dụ, trong máy trộn liên tục hai động cơ.

Chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ thừa nhận rằng các tổ hợp khác nhau của các thiết bị có thể được sử dụng để cho phép làm nhuyễn và làm khô pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn được sản xuất theo các phương án khác nhau. Tùy thuộc vào các thiết bị được sử dụng, có thể được mong muốn nếu vận hành chúng trong các điều kiện khác so với các điều kiện được mô tả ở trên để tác động lượng năng lượng khác nhau và làm khô vật liệu này. Ngoài ra, có thể được mong muốn nếu sử dụng nhiều loại thiết bị cụ thể, ví dụ, máy nghiền hở hoặc máy trộn trong, bố trí theo dãy hoặc cho sản phẩm đã được làm nhuyễn đi qua một thiết bị nhất định nhiều lần. Ví dụ, sản phẩm đã được làm nhuyễn này có thể được cho đi qua máy nghiền hở hai hoặc ba hoặc nhiều lần hoặc cho đi qua hai hoặc ba hoặc nhiều máy nghiền hở được bố trí theo dãy. Trong trường hợp sau, có thể được mong muốn nếu vận hành mỗi máy nghiền hở trong các điều kiện vận hành khác nhau, ví dụ, tốc độ, nhiệt độ, năng lượng đầu vào khác (ví dụ, cao hơn), v.v.. Sản phẩm đã được làm nhuyễn này có thể được cho đi qua một, hai, hoặc ba máy nghiền hở sau khi được làm nhuyễn trong máy trộn trong.

Hợp thể đàn hồi này có thể được sử dụng để tạo ra sản phẩm chứa thể đàn hồi hoặc cao su. Theo một phương án tùy chọn, hợp thể đàn hồi này có thể được sử dụng trong hoặc được tạo ra để sử dụng trong các bộ phận khác nhau của lốp, ví dụ,

lốp xe, hoa văn lốp, mép lốp, mảnh lốp, và keo gắn cho lốp xe đã sửa chữa. Theo cách khác hoặc ngoài ra, hợp thể đàn hồi có thể được sử dụng cho ống cao su, chi tiết bịt kín, đệm, các sản phẩm chống rung, bánh xích, để bánh xích cho thiết bị bánh xích như máy ủi v.v., bộ phận lắp động cơ, bộ ổn định địa chấn, thiết bị khai thác mỏ như sàng, lớp lót thiết bị khai thác mỏ, băng tải, máng lót ống khói, bạc đỡ bơm huyền phù, các bộ phận của máy bơm bùn như cánh bơm, chân van, thân van, đèn trực pit tông, thanh đẩy pit tông, cần đẩy, cánh bơm cho các ứng dụng khác nhau như bộ cánh bơm trộn huyền phù và bộ cánh bơm huyền phù, bạc đỡ máy nghiền, cyclon và hydrocyclon, các mối nối giãn nở, thiết bị ở biển như bạc đỡ cho bơm (ví dụ, bơm động cơ của máy gắn ngoài, máy bơm bùn), ống dẫn (ví dụ, ống vòi nạo vét và ống vòi của động cơ gắn ngoài), và thiết bị ở biển khác, đệm trực kín cho các ứng dụng ngoài biển, dầu, hàng không vũ trụ, và các ứng dụng khác, trục dẫn động, lớp lót cho hệ ống ống dẫn vận chuyển, ví dụ, cát dầu và/hoặc cát dầu nặng, và các ứng dụng khác khi độ bền mài mòn và/hoặc các tính chất động lực cao được mong muốn. Hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa có thể được sử dụng trong con lăn, cam, trục, ống, bạc lót talông cho các phương tiện, hoặc các ứng dụng khác khi độ bền mài mòn và/hoặc các tính chất động lực cao được mong muốn.

Kỹ thuật hóa hợp truyền thống có thể được sử dụng để kết hợp các chất lưu hóa và các chất phụ gia khác đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, bao gồm các chất phụ gia được mô tả trên đây liên quan đến sản phẩm đã được làm mất nước, với hợp thể đàn hồi dễ lưu hóa, tùy thuộc vào ứng dụng mong muốn.

Sáng chế cũng đề cập đến hợp thể đàn hồi có thể lưu hóa hoặc được lưu hóa được tạo ra bằng một hoặc nhiều phương pháp được mô tả trong bản mô tả này.

Trừ khi có quy định cụ thể, tất cả các phần tỷ lệ được mô tả dưới dạng hàm lượng tính theo phần trăm đều được tính theo phần trăm trọng lượng phần trăm.

Sáng chế sẽ được hiểu rõ hơn qua các ví dụ sau, trong đó các ví dụ này được dùng chỉ để nhằm để minh họa sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Trong các ví dụ này, “mủ latec” là mủ latec (Muhibbah Lateks Sdn Bhd, Malaysia) có hàm lượng cao su khô khoảng 30% trọng lượng. “Latec cô đặc” là

latec cô đặc (loại amoniac cao, của Muhibbah Lateks Sdn Bhd, Malaysia, hoặc của Chemionics Corporation, Tallmadge, Ohio) được pha loãng khoảng 50% đến hàm lượng cao su khô khoảng 30% trọng lượng bằng cách sử dụng nước tinh khiết hoặc nước có 0,6% trọng lượng đến 0,7% trọng lượng amoniac. Trừ khi có quy định khác, “silic oxit” là silic oxit kết tủa ZEOSIL® Z1165 MP của Solvay USA Inc., Cranbury, NJ (formerly Rhodia).

Phân tích nhiệt trọng. Hàm lượng silic oxit thực được xác định bằng phân tích nhiệt trọng (TGA) theo phương pháp ISO 6231.

Hàm lượng nước của sản phẩm. Cắt vật liệu thử nghiệm thành mẫu có kích cỡ mm và nạp vào cân bằng hơi ẩm (ví dụ, Model MB35 và Model MB45; Ohaus Corporation, Parsippany NJ) để đo. Đo hàm lượng nước ở 130°C trong từ 20 phút đến 30 phút cho đến khi mẫu thử nghiệm thu được trọng lượng không đổi.

Điện thế của huyền phù zeta. Trong các ví dụ này, điện thế zeta của huyền phù chứa hạt được đo bằng cách sử dụng ZetaProbe Analyzer™ của Colloidal Dynamics, LLC, Ponte Vedra Beach, Florida USA. Với kỹ thuật điện thanh đa tần, ZetaProbe đo điện thế zeta trực tiếp ở nồng độ hạt ở mức cao như 60% thể tích. Trước tiên thiết bị được làm cân bằng bằng cách sử dụng chất lỏng cân bằng KSiW do Colloidal Dynamics cung cấp (2,5mS/cm). Tiếp theo, đặt 40g mẫu vào trong cốc Teflon 30mL (Part #A80031) kèm thanh khuấy và đặt cốc này lên đế đang khuấy (Part #A80051) với tốc độ khuấy 250 vòng/phút. Việc đo được thực hiện bằng cách sử dụng đầu dò nhúng 173 theo chế độ một điểm với loạt 5 điểm ở nhiệt độ môi trường (khoảng 25°C). Phân tích dữ liệu bằng cách sử dụng phần mềm ZP phiên bản 2.14c Polar™ do Colloidal Dynamics cung cấp. Các trị số điện thế zeta có thể là âm hoặc dương phụ thuộc vào cực điện tích trên hạt. “Độ lớn” của điện thế zeta dùng để chỉ trị số tuyệt đối (ví dụ, trị số tuyệt đối zeta là -35mV có độ lớn cao hơn so với trị số điện thế zeta -20mV). Độ lớn của điện thế zeta phản ánh mức độ đẩy tĩnh điện giữa các hạt mang điện tích tương tự trong thể phân tán. Độ lớn cao hơn của điện thế zeta, ổn định hạt hơn trong thể phân tán. Việc đo điện thế zeta được thực hiện trên huyền phù chứa silic oxit dạng hạt được tạo ra như được mô tả dưới đây.

Cân trọng lượng silic oxit khô và tổ hợp với nước đã được khử ion bằng cách sử dụng đồ chứa 5-gallon và máy trộn dùng trong phòng thí nghiệm có lực biến dạng cao với cánh khuấy có nắp bảo vệ (Silverion Model AX3, Silverion Machines, Inc., East Longmeadow, MA; vận hành ở từ 5200 đến 5400 vòng/phút trong khoảng từ 30 phút đến 45 phút). Một khi silic oxit được phân tán thô trong nước và có thể cần phải được bơm, huyền phù chứa silic oxit được chuyển qua bơm nhu động (Masterflex 7592-20 hệ thống— truyền động và bộ điều khiển, đầu bơm 77601-10 bằng cách sử dụng ống I/P 73; Cole-Palmer, Vernon Hills, IL) vào trong vòng đang trộn với máy trộn roto-stato lực biến dạng cao trực tiếp (Silverion Model 150LB đặt sau bơm nhu động, vận hành ở 60Hz) trong bể vận hành (bình có cổng đáy cong 30 gal.) và được nghiền để phá vỡ hơn nữa khối kết tụ silic oxit và vẫn giữ lại hạt silic oxit bất kỳ. Tiếp theo, tạo tuần hoàn huyền phù trong bể vận hành ở 2L/phút bằng cách sử dụng cùng một bơm nhu động qua vòng trộn trong thời gian đủ để quay vòng ít nhất từ 5 đến 7 lần tổng thể tích huyền phù (>45 phút) để đảm bảo các khối kết tụ silic oxit bất kỳ được nghiền và được phân phối một cách chính xác. Máy trộn trên cao (Ika Eurostar power control visc-P7; IKA-Works, Inc., Wilmington, NC) có cánh neo tạo lực biến dạng thấp quay ở khoảng 60 vòng/phút được sử dụng trong bể vận hành để ngăn không cho tạo gel hoặc sa lắng hạt silic oxit. Thêm axit (axit formic hoặc axit axetic, loại chất phản ứng của Sigma Aldrich, St. Louis, MO) hoặc muối (canxi nitrat, canxi clorua, canxi axetat hoặc nhôm sulfat, loại chất phản ứng của Sigma Aldrich, St. Louis, MO) vào huyền phù trong bể vận hành sau khi nghiền. Lượng silic oxit trong huyền phù và loại và nồng độ axit hoặc muối được thể hiện trong các ví dụ thực hiện sáng chế cụ thể dưới đây.

Quy trình làm ví dụ A. Như được thể hiện trong các ví dụ thực hiện sáng chế dưới đây, phương pháp được thực hiện sử dụng Quy trình làm ví dụ A. Trong quy trình A, silic oxit kết tủa dạng khô và nước (nước trong thành phố được lọc để loại bỏ vật liệu dạng hạt) được đo và tổ hợp và tiếp theo nghiền trong máy nghiền roto-stato để tạo ra huyền phù chứa silic oxit và huyền phù chứa silic oxit này còn được nghiền trong bể nạp bằng cách sử dụng cánh khuấy và máy nghiền roto-stato khác. Tiếp theo, huyền phù chứa silic oxit được chuyển vào bể vận hành được

trang bị hai dụng cụ khuấy. Huyền phù chứa silic oxit được tuần hoàn lại từ bể vận hành qua dụng cụ tạo đồng nhất và quay trở lại bể vận hành. Dung dịch chứa axit (axit formic hoặc axit axetic, loại dùng trong công nghiệp của Kong Long Huat Chemicals, Malaysia) hoặc muối (canxi nitrat, loại dùng trong công nghiệp của Mey Chern Chemicals, Malaysia) sau đó được bơm vào trong bể vận hành. Duy trì huyền phù ở dạng được phân tán qua việc khuấy và, tùy ý, nhờ vòng tuần hoàn trong bể vận hành. Sau khoảng thời gian thích hợp, nạp huyền phù chứa silic oxit vào vùng phản ứng giới hạn (13), như vùng được thể hiện trên Fig.1a, nhờ dụng cụ tạo đồng nhất. Nồng độ của silic oxit trong huyền phù và nồng độ axit hoặc canxi nitrat được thể hiện trong các ví dụ thực hiện sáng chế dưới đây.

Latec được bơm bằng bơm nhu động (ở áp suất nhỏ hơn khoảng 40psig) qua cửa nạp thứ hai (11) vào trong vùng phản ứng (13). Điều chỉnh tốc độ dòng latec nằm trong khoảng từ 300 đến 1600kg latec/giờ để thu được tốc độ sản xuất mong muốn và mức độ nạp silic oxit trong sản phẩm thu được. Huyền phù được tạo đồng nhất chứa axit hoặc muối hoặc tổ hợp của axit và muối, được bơm dưới áp suất từ dụng cụ tạo đồng nhất vào vòi (đường kính trong (ID) nằm trong khoảng từ 0,060" đến 0,130") (3a), được thể hiện bởi cửa nạp thứ nhất (3) được thể hiện trên Fig.1(a), sao cho huyền phù được đưa ở tia tốc độ cao vào trong vùng phản ứng. Khi tiếp xúc với latec trong vùng phản ứng, tia huyền phù chứa silic oxit chảy ở vận tốc nằm trong khoảng từ 25m/s đến 120m/s cuốn dòng latec ở từ 1m/s đến 11m/s. Trong các ví dụ thực hiện sáng chế theo các phương án của sáng chế, sự tác động của huyền phù chứa silic oxit lên latec khiến cho trộn kỹ hạt silic oxit với hạt cao su chứa latec và cao su được đông lại, chuyển hoá huyền phù chứa silic oxit và latec thành vật liệu chứa pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn chứa từ 40 đến 95% trọng lượng nước, tính theo tổng trọng lượng của vật liệu này, được bẫy trong vật liệu này. Việc điều chỉnh được thực hiện đối với tốc độ dòng huyền phù chứa silic oxit (từ 500 đến 1800kg/hr) hoặc tốc độ dòng latec (từ 300 đến 1800kg/giờ) hoặc cả hai, để cải biến tỷ lệ silic oxit với cao su (ví dụ, từ 15 đến 180phr silic oxit) trong sản phẩm cuối cùng và để thu được tốc độ sản xuất mong muốn. Tốc độ sản xuất này (tính theo vật liệu khô) nằm trong khoảng từ 200 đến 800kg/giờ. Hàm lượng silic oxit cụ thể (theo phân

tích TGA) trong cao su sau khi làm mất nước và làm khô vật liệu được liệt kê trong các ví dụ thực hiện sáng chế dưới đây.

Quy trình A làm mất nước. Vật liệu được xả ra khỏi vùng phản ứng ở áp suất không khí với tốc độ dòng nằm trong khoảng từ 200 đến 800kg/giờ (trọng lượng khô) vào trong máy ép đùn làm mất nước (The French Oil Machinery Company, Piqua, OH). Máy ép đùn (đường kính 8,5 inso) được trang bị tấm khuôn với các cấu hình nút lỗ khuôn khác nhau được vận hành ở tốc độ roto thường nằm trong khoảng từ 90 đến 123 vòng/phút, áp suất tấm khuôn nằm trong khoảng từ 400 đến 1300psig và công suất nằm trong khoảng từ 80kW đến 125kW. Trong máy ép đùn này, cao su chứa silic oxit được nén và nước được vắt ép ra khỏi cao su chứa silic oxit được phun qua trống có rãnh của máy ép đùn. Sản phẩm đã được làm mất nước thường chứa khoảng từ 15 đến 60% trọng lượng nước thu được ở cửa xả của máy ép đùn. Tiếp theo, sản phẩm đã được làm mất nước này được đi qua quy trình A làm khô và quy trình làm nguội hoặc còn đã được làm mất nước tiếp bằng cách sử dụng quy trình làm mất nước B và tiếp theo quy trình làm khô B và quy trình làm nguội được mô tả hơn nữa dưới đây, như được thể hiện trong Bảng 5.

Quy trình làm khô và làm nguội A. Sản phẩm đã được làm mất nước được nhỏ giọt vào trong máy pha trộn liên tục (Farrel Continuous Mixer (FCM), Farrel Corporation, Ansonia, CT; với #7 và 15 roto) mà trong đó nó được làm khô, được nghiền và được trộn với từ 1 đến 2phr chất chống oxy hoá (ví dụ 6PPD của Flexsys, St. Louis, MO) và tùy ý tác nhân ghép nối silan (ví dụ NXT silan, thu được từ Momentive Performance Materials, Inc., Waterford, NY; 8% trọng lượng silan tính theo trọng lượng silic oxit). Nhiệt độ của lớp bao nước FCM được thiết lập ở 100°C và nhiệt độ FCM ở miệng lỗ ra nằm trong khoảng từ 140°C đến 180°C. Hàm lượng hơi ẩm của hợp thể đàn hồi được nghiền và đã được làm mất nước thoát ra khỏi FCM nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 5% trọng lượng. Sản phẩm này còn được nghiền và làm nguội hơn nữa trên máy nghiền hõ. Tấm cao su của hợp thể đàn hồi được cắt trực tiếp từ máy nghiền hõ, được cuộn và được làm nguội trong không khí.

Quy trình làm ví dụ B. Nếu được chỉ định trong các ví dụ thực hiện sáng chế dưới đây, phương pháp làm ví dụ được thực hiện dùng quy trình làm ví dụ B. Trong quy trình B, cân trọng lượng silic oxit khô và được kết hợp với nước đã được khử ion bằng cách sử dụng bình 5-gallon và máy trộn phòng thí nghiệm có lực biến dạng cao với dụng cụ khuấy được đặt nắp (Silverson Model AX3, Silverson Machines, Inc., East Longmeadow, MA; vận hành ở tốc độ nằm trong khoảng từ 5200 vòng/phút đến 5400 vòng/phút trong từ 30 đến 45 phút). Một khi silic oxit được phân tán thô vào nước và có khả năng cần được bơm, huyền phù chứa silic oxit được chuyển qua bơm nhu động (Masterflex 7592-20 hệ thống-truyền động và bộ điều khiển, đầu bơm 77601-10 sử dụng ống I/P 73; Cole-Palmer, Vernon Hills, IL) vào trong vòng trộn với máy trộn roto-stato lực biến dạng cao trực tiếp (Silverson Model 150LB đặt sau bơm nhu động, vật hành ở 60Hz) trong bể vận hành (bình có cổng đáy cong 30 gal) và được nghiền để phá vỡ hơn nữa khối kết tụ silic oxit và hạt còn lại bất kỳ. Huyền phù trong bể vận hành sau đó được tuần hoà ở 2L/phút thông qua vòng trộn trong thời gian đủ để quay vòng ít nhất từ 5 đến 7 lần tổng thể tích huyền phù (>45 phút) để đảm bảo các khối kết tụ silic oxit bất kỳ được nghiền và được phân tán một cách hoàn toàn. Máy trộn trên cao (Ika Eurostar power control visc-P7; IKA-Works, Inc., Wilmington, NC) với cánh neo có lực biến dạng thấp quay ở khoảng 60 vòng/phút được sử dụng trong bể vận hành để ngăn không cho tạo ra gel hoặc sa lắng hạt silic oxit. Axit (axit formic hoặc axit axetic, loại chất phản ứng của Sigma Aldrich, St. Louis, MO) hoặc muối (canxi nitrat, canxi clorua, canxi axetat hoặc muối nhôm sulfat, loại chất phản ứng của Sigma Aldrich, St. Louis, MO) được bổ sung vào huyền phù trong bể vận hành sau khi nghiền. Lượng silic oxit trong huyền phù và loại và nồng độ của axit và muối được thể hiện trong Bảng 4 đối với các ví dụ thực hiện sáng chế cụ thể dưới đây.

Latec được bơm bằng cách sử dụng bơm nhu động (Masterflex 7592-20 hệ thống-truyền động và bộ điều khiển, đầu bơm 77601-10 sử dụng ống I/P 73; Cole-Palmer, Vernon Hills, IL) qua cửa nạp thứ hai (11) và vào trong vùng phản ứng (13) được tạo kết cấu tương tự với kết cấu kết cấu được thể hiện trên Fig.1(b).

Tốc độ dòng latec được điều chỉnh nằm trong khoảng từ 25kg/giờ đến 250kg/giờ để cải biến tỷ lệ silic oxit thành cao su chứa hợp thể đàn hồi.

Khi silic oxit được phân tán trong nước, bơm huyền phù từ bể vận hành qua bơm đo màng ngăn (LEWA-Nikkiso America, Inc., Holliston, MA) qua bộ giảm chấn xung (để làm giảm sự dao động áp suất do tác dụng của màng ngăn) vào trong vùng phản ứng hoặc bể vận hành qua bộ nối vòng tuần hoàn “T”. Hướng của huyền phù được điều khiển bởi hai van cầu dẫn động khí, một van định hướng huyền phù vào vùng phản ứng và van còn lại định hướng huyền phù vào bể vận hành. Khi sẵn để trộn huyền phù chứa silic oxit với latec, đường ống nạp của nạp thứ nhất (3) vào vùng phản ứng được tăng áp đến khoảng từ 100psig đến 150psig bằng cách đóng cả hai van. Van hình cầu này định hướng huyền phù vào vùng phản ứng tiếp theo được mở và huyền phù chứa silic oxit tăng áp được nạp vào vòi (đường kính trong nằm trong khoảng từ 0,020’ đến 0,070’’) (3a) được thể hiện trên Fig.1(b), ở áp suất ban đầu nằm trong khoảng từ 100psig đến 150psig, sao cho huyền phù được đưa dưới dạng tia tốc độ cao vào trong vùng phản ứng. Khi tiếp xúc với latec trong vùng phản ứng, tia huyền phù chứa silic oxit chảy ở vận tốc nằm trong khoảng từ 15m/s đến 80m/s cuốn latec chảy ở từ 0,4m/s đến 5m/s. Trong các ví dụ thực hiện sáng chế theo các phương án của sáng chế, sự tác động của huyền phù chứa silic oxit lên latec khiến cho trộn kỹ hạt silic oxit với hạt cao su chứa latec và cao su được kết tụ, chuyển hoá huyền phù chứa silic oxit và latec thành hợp thể đàn hồi chứa hạt silic oxit và từ 40% trọng lượng đến 95% trọng lượng nước được bẫy trong pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn. Việc điều chỉnh được thực hiện đối với tốc độ dòng huyền phù chứa silic oxit (từ 40kg/giờ đến 80kg/giờ) hoặc tốc độ dòng latec (từ 25kg latec/giờ đến 300kg latec/giờ) hoặc cả hai, để cải biến tỷ lệ của silic oxit với cao su (ví dụ, từ 15phr đến 180phr silic oxit) trong sản phẩm thu được và thu được tốc độ sản xuất liên tục mong muốn (từ 30kg/giờ đến 200kg/giờ tính theo vật liệu khô). Hàm lượng của tỷ lệ silic oxit với cao su cụ thể (phr) sau khi làm mất nước và làm khô được liệt kê trong các ví dụ thực hiện sáng chế dưới đây.

Quy trình B làm mất nước.

Vật liệu được xả ra khỏi vùng phản ứng được thu hồi và được kẹp giữa hai tấm nhôm bên trong quạt hâm. Tiếp theo, “bánh kẹp” được chèn vào giữa hai tấm của máy ép thuỷ lực. Với áp lực 2500psig tác động lên các tấm nhôm này, nước được bẫy trong sản phẩm cao su được vắt ép ra. Nếu cần, vật liệu đã được vắt ép này được cuộn gấp thành mẫu nhỏ hơn và quy trình vắt ép được lặp lại bằng cách sử dụng máy ép thuỷ lực cho đến khi hàm lượng nước của sản phẩm cao su thấp hơn 40% trọng lượng.

Quy trình B làm khô và làm nguội. Đặt sản phẩm đã được làm mất nước này vào trong máy trộn Brabender (300cc) để làm khô và nghiền để tạo ra hợp thể đàn hồi đã được làm mất nước được nghiền. Vật liệu đã được làm mất nước đủ được nạp vào trong máy trộn để phủ roto. Nhiệt độ ban đầu của máy trộn được thiết lập ở 100°C và tốc độ của roto thường là ở 60 vòng/phút. Nước còn lại trong sản phẩm đã được làm mất nước này được chuyển hoá thành hơi nước và được làm bay hơi ra khỏi máy trộn trong quy trình trộn. Là vật liệu trong máy trộn được mở rộng là kết quả của quá trình bay hơi, vật liệu tràn đầy bất kỳ được loại bỏ nếu cần. Một hoặc cả tác nhân ghép nối silan (NXT silan, thu được từ Momentive Performance Materials, Inc., Waterford, NY; 8% trọng lượng silan tính theo trọng lượng silic oxit) và/hoặc chất chống oxy hoá (6-PPD, N-(1,3-dimetylbutyl)-N'-phenyl-*p*-phenylendiamin, Flexsys, St. Louis, MO) tùy ý được bổ sung vào máy trộn khi nhiệt độ của máy trộn cao hơn 140°C. Khi nhiệt độ của máy trộn đạt đến 160°C, vật liệu bên trong máy trộn được duy trì ở từ 160°C đến 170°C bằng cách làm thay đổi tốc độ của roto trong 2 phút trước khi vật liệu này được thải hết. Tiếp theo, hợp thể đàn hồi đã được làm mất nước được nghiền này được đưa vào xử lý trên máy nghiền hở. Hàm lượng hơi ẩm của vật liệu thoát ra khỏi máy nghiền này thường thấp hơn 2% trọng lượng.

Tạo ra hợp chất cao su

Hợp thể đàn hồi được làm khô thu được bởi quy trình A hoặc quy trình B được hóa hợp theo công thức trong Bảng A và quy trình được nêu trong Bảng B. Đối với hợp thể đàn hồi chứa silic oxit mà trong đó silan hoặc chất chống oxy hoá được bổ sung vào trong quá trình làm khô, hợp thể cuối cùng như được xác

định trong Bảng A. Lượng tác nhân ghép nối silan và/hoặc chất chống oxy hoá được bổ sung vào trong quá trình tạo hỗn hợp được điều chỉnh một cách tương ứng.

Bảng A

Thành phần	phr
NR trong hợp thể	100
Silic oxit trong hợp thể	S
6PPD* (chất chống oxy hoá)	2,0
Silan (NXT silan**)	0,08 x (phr silic oxit)
ZnO	4
Axit stearic	2
DPG***	1,5
Cure Rite® BBTS****	1,5
Lưu huỳnh	1,5

*N-(1,3-dimetylbutyl)-N'-phenyl-*p*-phenyldiamin
(Flexsys, St. Louis, MO)

**hoạt chất chính: S-(3-(triethoxysilyl)propyl)octanthioat
(Momentive, Friendly, WV)

*** DiphenylGuanidine (Akrochem, Akron, OH)

****N-tert-Butylbenzothiazol-2-sulphenamit (Emerald
Performance Materials, Cuyahoga Falls, OH)

NR = cao su tự nhiên

S = như đã nêu

Bảng B

	Thời gian (phút)	Thao tác
Giai đoạn 1		Máy trộn Brabender (300cc), 65% chất làm đầy, 60 vòng/phút, 100°C
	0	Bổ sung hợp thể cao su-silic oxit
	1	Bổ sung tác nhân ghép nối silan, nếu cần
		Giữ trong 2 phút bắt đầu ở 150°C
	2	Quét và bổ sung 6PPD và trộn trong 1 phút nữa ở 150°C
	3	Quét
		Bãi thải, 160°C
		Đi qua máy nghiền dạng trục 6x
Giai đoạn 2		Máy trộn Brabender (300cc), chất làm đầy 63%, 60 vòng/phút, 100°C
	0	Bổ sung hợp chất giai đoạn 1
	1	Bổ sung kẽm oxit và axit stearic
	2	Quét
	4	Bãi thải, 150 °C
		Đi qua máy nghiền dạng trục 6x
Giai đoạn 3		Máy trộn Brabender (300cc), chất làm đầy 63%, 60 vòng/phút, 100°C
	0	Bổ sung hợp chất giai đoạn 2, lưu huỳnh và chất gia tốc
	0,5	Quét
	1	Bãi thải
		Máy nghiền dạng trục trong một phút với băng thích hợp. Loại bỏ và thực hiện 6 trục đầu. Cắt tấm thành độ dày yêu cầu.

Quá trình lưu hoá được thực hiện trong máy ép nhiệt ở 150°C trong thời gian được xác định bởi lưu biến kế cao su thông thường (nghĩa là, T90 + 10% T90, trong đó T90 là thời gian thu được sự lưu hoá 90%).

Các đặc tính của hợp chất cao su/silic oxit.

Các đặc tính kép căng của các mẫu đã được lưu hoá (T300 và T100, độ giãn khi đứt, độ bền kéo) được đo theo tiêu chuẩn ASTM D-412. Tang delta 60° được xác định bằng cách sử dụng quét kéo căng động theo độ xoắn nằm trong khoảng từ 0,01% đến 60% ở 10Hz và 60°C. Tan $\delta_{\max}$ (được liệt kê như tang delta 60 trong bảng sau) thu được dưới dạng trị số tối đa của tan δ trong khoảng kéo căng này.

Ví dụ 1

Huyền phù đặc chứa silic oxit có 27,8% trọng lượng silic oxit Zeosil® 1165 được tạo ra như đã nêu trên đối với phương pháp thử nghiệm Slurry Zeta Potential. Sau đó, huyền phù đặc này được pha loãng bằng cách sử dụng nước đã khử ion hoặc quá dịch nổi bên trên từ quá trình siêu ly tâm huyền phù đặc 27,8% trọng lượng để tạo ra dãy huyền phù đặc chứa silic oxit với các nồng độ silic oxit khác nhau. Điện thế zeta của các huyền phù đặc chứa silic oxit khác nhau được đo để thể hiện mối quan hệ giữa nồng độ của silic oxit trong huyền phù đặc và điện thế zeta của huyền phù đặc này. Điện thế zeta của huyền phù đặc chứa silic oxit, như được thể hiện trong bảng 1, dường như phụ thuộc vào nồng độ silic oxit khi huyền phù đặc chứa silic oxit được tạo ra bằng cách sử dụng nước đã khử ion. Tuy nhiên, như được thể hiện trong bảng 2, khi huyền phù đặc này được pha loãng bằng cách sử dụng dịch nổi trên bề mặt thu được từ quá trình siêu ly tâm huyền phù đặc 27,8% trọng lượng, điện thế zeta vẫn giữ không đổi ở các nồng độ silic oxit khác nhau.

Bảng 1

Điện thế zeta của huyền phù đặc chứa silic oxit được tạo ra bằng cách sử dụng nước đã khử ion

Nồng độ silic oxit trong huyền phù đặc (trọng lượng/trọng lượng)	6%	10%	15%	20%	22%	25%
Điện thế zeta (mV)	-46,4	-42,7	-39,6	-36,2	-34,7	-32,3
Độ pH	5,19	5,04	4,92	4,86	4,83	4,77

Bảng 2

Điện thế zeta của huyền phù đặc chứa silic oxit được tạo ra bằng cách pha loãng huyền phù đặc chứa silic oxit 27,8% trọng lượng bằng cách sử dụng dịch nổi trên bề mặt của huyền phù đặc chứa silic oxit 27,8% trọng lượng.

Nồng độ silic oxit trong huyền phù đặc (trọng lượng/trọng lượng)	6%	22%
Điện thế zeta (mV)	-31,5	-31,4
Độ pH	4,86	4,79

Kết quả này chứng tỏ rằng sự gia tăng về trị số điện thế zeta khi huyền phù đặc chứa silic oxit được pha loãng bằng nước đã khử ion chủ yếu là do sự giảm nồng độ ion của huyền phù đặc. Các ion trong huyền phù đặc chứa silic oxit được tin là từ các muối tồn dư có mặt trong silic oxit từ quy trình sản xuất hạt silic oxit. Trị số điện thế zeta cao của huyền phù đặc chứa silic oxit (toàn bộ đều trên 30mV) đã chứng tỏ rằng silic oxit có độ ổn định tĩnh điện cao trong huyền phù đặc này.

Ví dụ 2

Mức độ ảnh hưởng của việc bổ sung muối hoặc axit với các nồng độ khác nhau vào huyền phù đặc chứa silic oxit tới điện thế zeta của huyền phù đặc được nêu trong bảng 3. Huyền phù đặc được tạo ra trong nước đã khử ion bằng phương pháp thử nghiệm SlurryZeta Potential được mô tả ở trên. Các dữ liệu được tóm tắt trong bảng 3 minh họa sự phụ thuộc của điện thế zeta của huyền phù đặc chứa silic oxit và huyền phù đặc chứa silic oxit đã được làm mất ổn định vào nồng độ silic oxit, nồng độ muối, và nồng độ axit. Việc bổ sung muối hoặc axit vào huyền

phù đặc chứa silic oxit làm giảm trị số điện thế zeta, do đó làm giảm độ ổn định của huyền phù đặc chứa silic oxit. Như được thể hiện trong bảng 3, điện thế zeta phụ thuộc chủ yếu vào nồng độ của muối hoặc axit trong huyền phù đặc hoặc huyền phù đặc đã được làm mất ổn định, và không phụ thuộc vào nồng độ silic oxit.

Bảng 3

Điện thế zeta của huyền phù đặc và đã được làm mất ổn định chứa silic oxit ở khác nhau các nồng độ huyền phù đặc, các nồng độ muối, và các nồng độ axit.

Nồng độ silic oxit trong huyền phù đặc (% trọng lượng)	[CaCl ₂] (mM)	[axit axetic] (mM)	[axit formic] (mM)	Zeta (mV)	Độ pH
22,0	0	0	0	-34,4	4,80
6,0	0	0	0	-45,0	ND
22,0	10,6	0	0	-24,2	4,49
22,0	29,7	0	0	-17,0	4,27
22,0	51,1	0	0	-14,6	4,17
22,0	105	0	0	-9,2	ND
22,0	155	0	0	-6,4	ND
6,0	4,6	0	0	-29,9	ND
6,0	10,4	0	0	-23,4	ND
6,0	27,6	0	0	-18,5	ND
6,0	46,4	0	0	-15,4	ND
6,0	140	0	0	-7,7	ND
22,0	0	98	0	-23,6	3,72
22,0	0	192	0	-21,4	3,65
22,0	0	564	0	-17,1	3,26
22,0	0	1857	0	-12,7	ND
6,0	0	27	0	-33,6	3,84
6,0	0	45	0	-29,9	3,68
6,0	0	174	0	-22,1	3,38
6,0	0	431	0	-18,9	3,61
22,0	0	0	118	-15,3	3,17
22,0	0	0	197	-14,2	2,96
22,0	0	0	731	-10,7	2,46
22,0	0	0	1963	-6,5	2,04
6,0	0	0	36	-17,7	3,07
6,0	0	0	42	-17,4	3,04
6,0	0	0	168	-14,6	2,62
6,0	0	0	456	-11,4	2,29
22,0	10,7	0	130	-12,9	3,04
22,0	26,6	0	248	-9,0	2,78
22,0	101	0	978	-3,1	2,10
6,0	4,7	0	36	-15,9	3,12
6,0	46,4	0	224	-10,1	2,41

ND = không xác định

Các kết quả được thể hiện trong Bảng 3 minh họa sự phụ thuộc của điện

thế zeta của huyền phù đặc chứa silic oxit và huyền phù đặc chứa silic oxit đã được làm mất ổn định vào nồng độ axit axetic nồng độ và nồng độ silic oxit. Dữ liệu này cho thấy rằng trị số điện thế zeta phụ thuộc nhiều vào nồng độ axit hơn so với nồng độ silic oxit. Mối quan hệ tương tự giữa điện thế zeta và nồng độ axit và nồng độ silic oxit được nhận thấy đối với axit formic. Với một nồng độ nhất định, axit formic làm giảm trị số điện thế zeta nhiều hơn so với axit axetic. Như được thể hiện trong bảng 3, sự kết hợp giữa axit formic và canxi clorua có hiệu quả làm giảm trị số điện thế zeta. Các kết quả trong bảng 3 cho thấy rằng độ ổn định của các hạt silic oxit trong huyền phù đặc có thể được làm giảm một cách có hiệu quả nhờ việc bổ sung các chất làm mất ổn định, như axit hoặc muối hoặc hỗn hợp của axit và muối. Các kết quả tương tự đã được nhận thấy đối với canxi nitrat và canxi axetat.

Ví dụ 3

Trong ví dụ này, vai trò làm mất ổn định thể phân tán gồm các hạt silic oxit trước khi cho tiếp xúc thể phân tán silic oxit với latec đàn hồi được minh họa. Cụ thể, bốn thử nghiệm được thực hiện bằng cách sử dụng thiết bị trộn (c) trên Fig.1, có ba cửa nạp (3, 11, 14) dùng để đưa tối đa ba chất lưu vào vùng phản ứng được giới hạn (13), sao cho một chất lưu tác động lên các chất lưu còn lại với góc 90 độ dưới dạng dòng tốc độ cao với vận tốc nằm trong khoảng từ 15 m/giây đến 80m/giây (Xem Fig.1(c)). Trong ba trong số bốn thử nghiệm này, silic oxit được nghiền như nêu trên trong quy trình B và axit axetic tùy ý được bổ sung vào như nêu trong các ví dụ 3-A tới 3-D, ở dưới. Sau đó, huyền phù đặc hoặc huyền phù đặc đã được làm mất ổn định này được tăng áp tới áp suất nằm trong khoảng từ 100psi đến 150psi (689-1033 KPa) và được cấp vào vùng phản ứng được giới hạn qua cửa nạp (3) với lưu lượng tính theo thể tích 60 lít trên giờ (L/giờ) để sao cho huyền phù đặc hoặc huyền phù đặc đã được làm mất ổn định được đưa vào dưới dạng dòng tốc độ cao với lưu lượng 80m/giây vào vùng phản ứng. Đồng thời, cao su thiên nhiên latec cô đặc (latec 60CX12021, hàm lượng cao su khô 31%, của hãng Chemionics Corporation, Tallmadge, Ohio, được pha loãng bằng nước đã khử ion) được đưa vào cửa nạp thứ hai (11) nhờ bơm nhu động với lưu lượng tính

theo thể tích là 106 L/giờ và vận tốc là 1,8m/giây. Các vận tốc này được chọn và các lưu lượng được điều chỉnh để thu được sản phẩm hợp thể đàn hồi chứa 50phr (số phần trên một trăm phần trọng lượng của cao su khô) silic oxit. Huyền phù đặc chứa silic oxit hoặc huyền phù đặc chứa silic oxit đã được làm mất ổn định và latec được trộn bằng cách kết hợp dòng latec vận tốc thấp và dòng vận tốc cao của huyền phù đặc chứa silic oxit hoặc huyền phù đặc đã được làm mất ổn định thông qua việc cuốn theo dòng latec trong dòng huyền phù đặc chứa silic oxit hoặc huyền phù đặc chứa silic oxit đã được làm mất ổn định ở vị trí tác động. Năng suất (tính theo vật liệu khô) được đặt ở mức 50kg/giờ. Tỷ lệ giữa silic oxit và cao su thực tế trong hợp thể cao su được sản xuất bởi quy trình này được liệt kê trong các ví dụ ở dưới. TGA được thực hiện sau khi làm khô theo phương pháp của quy trình B.

Ví dụ 3-A

Chất lưu thứ nhất: Thể phân trong nước đã được làm mất ổn định có 25% trọng lượng silic oxit cùng với 6,2% trọng lượng (hoặc 1,18M) axit axetic được tạo ra như được mô tả trong quy trình B nêu trên. Việc điện thế zeta của huyền phù đặc đã được làm mất ổn định là -14 mV, chứng tỏ rằng huyền phù đặc đã được làm mất ổn định một cách đáng kể bởi axit. Huyền phù đặc chứa silic oxit đã được làm mất ổn định này được bơm liên tục dưới áp suất vào cửa nạp thứ nhất (3).

Chất lưu thứ hai: Latec đàn hồi được cung cấp vào vùng phản ứng qua cửa nạp thứ hai (11).

Chất lưu thứ nhất tác động lên chất lưu thứ hai trong vùng phản ứng.

Kết quả: Quá trình chuyển hoá từ pha lỏng sang pha rắn xảy ra trong vùng phản ứng khi huyền phù đặc chứa silic oxit đã được làm mất ổn định và latec được trộn nhuyễn vào nhau bởi việc cuốn dòng latec vận tốc thấp vào dòng vận tốc cao của huyền phù đặc chứa silic oxit đã được làm mất ổn định. Trong quy trình cuốn này, silic oxit được phân bố kỹ vào latec và hỗn hợp này được đông tụ thành pha rắn chứa nước với lượng nằm trong khoảng từ 70% trọng lượng đến 85% trọng lượng. Do đó, dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn ở dạng

xoắn hoặc que được tạo ra ở cửa ra của vùng phản ứng (15). Hợp thể này đàn hồi và có thể kéo giãn tới 130% chiều dài ban đầu mà không đứt. Phép phân tích TGA trên sản phẩm đã được làm khô cho thấy hợp thể đàn hồi này chứa 58phr silic oxit.

Ví dụ 3-B

Chất lưu thứ nhất: thể phân trong nước đã được làm mất ổn định có 25% trọng lượng silic oxit cùng với 6,2% trọng lượng axit axetic được tạo ra theo quy trình B nêu trên. Việc điện thế zeta của huyền phù đặc là -14 mV, chứng tỏ rằng huyền phù đặc đã được làm mất ổn định một cách đáng kể bởi axit. Huyền phù đặc chứa silic oxit đã được làm mất ổn định này được bơm liên tục dưới áp suất vào cửa nạp thứ nhất (3).

Chất lưu thứ hai: latec đàn hồi được cung cấp vào vùng phản ứng qua cửa nạp thứ hai (11).

Chất lưu thứ ba: nước đã khử ion cũng được phun vào vùng phản ứng qua cửa nạp thứ ba (14) với lưu lượng tính theo thể tích 60L/giờ và vận tốc 1,0m/giây.

Ba chất lưu này gặp và tác động lên nhau trong vùng phản ứng.

Kết quả: Quá trình chuyển hoá từ pha lỏng sang pha rắn xảy ra trong vùng phản ứng và pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn ở dạng xoắn hoặc que được tạo ra từ cửa ra của vùng phản ứng. Một lượng đáng kể chất lưu đục chứa silic oxit và/hoặc latec ra khỏi cửa ra (7) cùng với pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn. Pha cao su liên tục chứa silic oxit này contained khoảng 70% trọng lượng đến 75% trọng lượng nước tính theo trọng lượng của hợp thể. Phép phân tích TGA trên sản phẩm đã được làm khô cho thấy rằng hợp thể đàn hồi này chứa 44phr silic oxit. Do vậy, việc bổ sung nước qua cửa nạp thứ ba có tác động bất lợi cho quy trình này, tạo ra sản phẩm có hàm lượng silic oxit thấp (44phr khác hẳn với 58phr ở ví dụ 3-A) và sản phẩm phế thải đáng kể.

Ví dụ 3-C

Chất lưu thứ nhất: Dung dịch nước axit axetic 10% trọng lượng không có silic oxit được tạo ra. Liệu cấp liên tục của chất lưu axit được bơm bằng bơm nhu động với lưu lượng tính theo thể tích 60L/giờ qua cửa nạp thứ ba (14) vào vùng phản ứng ở vận tốc 1,0m/giây lúc đi vào vùng phản ứng.

Chất lưu thứ hai: Latec đàn hồi được cung cấp vào vùng phản ứng qua cửa nạp thứ hai (11) bằng bơm nhu động ở vận tốc 1,8 m/giây và lưu lượng tính theo thể tích 106 L/giờ.

Hai chất lưu này gặp và tác động lẫn nhau trong vùng phản ứng.

Kết quả: Pha cao su dính dạng xoắn được tạo ra. Phép phân tích TGA trên sản phẩm đã được làm kho cho thấy pha cao su rắn này không chứa silic oxit.

Ví dụ 3-D

Chất lưu thứ nhất: Thể phân tán trong nước có 25% trọng lượng silic oxit mà không có axit axetic được tạo ra theo quy trình B nêu trên. Huyền phù đặc chứa silic oxit được bơm liên tục dưới áp suất vào cửa nạp thứ nhất (3) với lưu lượng tính theo thể tích 60L/giờ và ở vận tốc 80m/giây lúc đi vào vùng phản ứng. Việc điện thế zeta của huyền phù đặc là -32mV, cho thấy rằng silic oxit được phân tán một cách ổn định trong huyền phù đặc này. Do vậy, trong ví dụ 3-D này, huyền phù đặc chứa silic oxit không được làm mất ổn định bởi việc bổ sung axit vào huyền phù đặc trước khi tác động chất lưu latec.

Chất lưu thứ hai: Latec đàn hồi được cung cấp vào vùng phản ứng qua cửa nạp thứ hai (11) bằng bơm nhu động ở vận tốc 1,8 m/giây và lưu lượng tính theo thể tích 106 L/giờ.

Chất lưu thứ ba: Sau giai đoạn ban đầu của dòng liên tục của các chất lưu thứ nhất và thứ hai, dung dịch nước axit axetic 10% trọng lượng được phun qua cửa nạp thứ ba (14) vào vùng phản ứng với lưu lượng tính theo thể tích được tăng từ 0L/giờ lên 60L/giờ và vận tốc được tăng từ 0m/giây lên 1,0m/giây. Cả ba chất lỏng lưu này tác động lẫn nhau và được trộn trong vùng phản ứng.

Kết quả: Vào lúc đầu, trước khi phun axit, không có pha cao su liên tục chứa silic oxit nào được tạo ra và duy nhất một chất lỏng đục thoát ra khỏi vùng phản ứng (15). Sau khi phun axit vào vùng phản ứng (13), pha cao su liên tục

dạng xoắn chứa silic oxit nửa rắn được bắt đầu tạo ra khi dòng axit axetic qua cửa nạp thứ ba được tăng 0L/giờ lên 60L/giờ. Việc các vật liệu thoát ra khỏi cửa ra vẫn còn chứa một lượng đáng kể chất lỏng đục, chứng tỏ một lượng đáng kể chất thải. Phép phân tích TGA đối với sản phẩm đã được làm khô cho thấy rằng pha cao su liên tục chứa silic oxit đã được tạo ra trong thử nghiệm này chỉ chứa 25phr silic oxit. Dựa trên cơ sở các điều kiện sản xuất được chọn và lượng silic oxit được sử dụng, nếu silic oxit đã được hợp nhất một cách đáng kể vào trong pha cao su chứa silic oxit như ở ví dụ 3-A, thì silic oxit này có thể tạo ra pha cao su chứa silic oxit chứa nhiều hơn 50phr silic oxit.

Các thử nghiệm này cho thấy rằng huyền phù đặc chứa silic oxit phải được làm mất ổn định trước khi bắt đầu tác động với latec đàn hồi để có được pha cao su liên tục chứa silic oxit mong muốn. Ví dụ 3-A đã chứng tỏ khả năng bắt giữ hiệu quả silic oxit trong pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn, trong khi ví dụ 3-D minh họa một quy trình so sánh sử dụng huyền phù đặc chứa silic oxit ban đầu ổn định và cho thấy hiệu quả kém hơn một nửa so với ví dụ 3-A sử dụng huyền phù đặc chứa silic oxit ban đầu đã được làm mất ổn định. Việc thấy có một chất lỏng đục thoát ra khỏi vị cửa thoát của vùng phản ứng chứng tỏ việc trộn không thỏa đáng silic oxit với latec và một tỷ lệ thấp silic oxit bị bắt giữ trong pha cao su liên tục. Điều được giả thuyết là trong các quy trình so sánh 3B và 3D, sự mất ổn định của các chất lưu trong khi trộn là không đủ. Các kết quả cũng cho thấy rằng sự bắt giữ silic oxit kém xảy ra khi chất lưu bổ sung được bổ sung vào trong khi chất lưu thứ nhất và chất lưu thứ hai đang được trộn với nhau, và các điều kiện xử lý như vậy sẽ dẫn đến sinh ra lượng phế thải không được mong muốn.

Ví dụ 4.

Trong các ví dụ này, các quy trình tạo ra hợp thể đàn hồi theo các phương án khác nhau của sáng chế được thực hiện trong thiết bị được thể hiện trên Fig.1 ((a) hoặc (b)) trong các điều kiện khác nhau như được mô tả trong Bảng 5, dùng Quy trình A hoặc Quy trình B được mô tả trên đây. Các điều kiện vận

hành được lực chọn để thu được pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn với tỷ lệ của silic oxit với cao su được nêu trong Bảng 4.

Bảng 4

Ví dụ số	Quy trình A/B	Silic oxit ^a trong huyền phù (% trọng lượng)	Loại latec	Cao su trong latec ^b (DRC,% trọng lượng)	NH ₃ trong latec (% trọng lượng)	Loại muối	Nồng độ muối trong huyền phù (wt%)	Điện thế Zeta (Est) ^b (mV)
4-1	A	20	Cô đặc	31,9	0,53	Ca(NO ₃) ₂	1,0	-12,2
4-2	B	25	Cô đặc	31	0,27	Ca(NO ₃) ₂	0,75	-13,9
4-3	B	25	Mủ	33	0,60	N/A	0,00	-10,5
4-4	A	18,5	Cô đặc	31	0,70	Ca(NO ₃) ₂	0,75	-14,1
4-5	A	18,5	Cô đặc	30,6	0,70	Ca(NO ₃) ₂	0,39	-18,4
4-6	B	20	Cô đặc	31	0,27	Ca(NO ₃) ₂	1	-1,8
4-7	A	20,0	Cô đặc	31,9	0,53	Ca(NO ₃) ₂	1	-12,2
4-8	A	10,0	Cô đặc	31,9	0,53	Ca(NO ₃) ₂	0,5	-17,1
4-9	A	10,0	Cô đặc	31,9	0,53	Ca(NO ₃) ₂	0,5	-17,1
4-10	A	20,0	Mủ	32,7	0,35	Ca(NO ₃) ₂	1	-12,2
4-11	A	20,0	Mủ	32,7	0,35	Ca(NO ₃) ₂	1	-12,2
4-12	A	20,0	Mủ	32,7	0,35	Ca(NO ₃) ₂	1,3	-10,6
4-13	A	10,0	Mủ	32,7	0,35	Ca(NO ₃) ₂	0,65	-15,4
4-14	A	10,0	Mủ	32,7	0,35	Ca(NO ₃) ₂	0,65	-15,4

Ví dụ số	Quy trình A/B	Silic oxit ^a trong huyền phù (% trọng lượng)	Loại latex	Cao su trong latex ^b (DRC, % trọng lượng)	NH ₃ trong latex (% trọng lượng)	Loại muối	Nồng độ muối trong huyền phù (wt%)	Điện thế Zeta (Est) ^b (mV)
4-15	A	20,0	Cô đặc	31,9	0,53	N/A	0	-15,1
4-16	A	10,0	Cô đặc	31,9	0,53	Ca(NO ₃) ₂	0,55	-6,6
4-17	A	20,0	Mủ	32,7	0,33	N/A	0	-17,6
4-18	A	20,0	Mủ	32,7	0,33	N/A	0	-17,6
4-19	A	20,0	Mủ	32,7	0,33	Ca(NO ₃) ₂	1	-6,1
4-20	A	20,0	Mủ	32,7	0,33	Ca(NO ₃) ₂	1	-6,1
4-21	A	20,0	Mủ	32,7	0,33	Ca(NO ₃) ₂	1	-6,1
4-22	A	16,0	Cô đặc	31,9	0,53	Ca(NO ₃) ₂	1	-1,8
4-23	B	25	Cô đặc	31	0,27	CaCl ₂	0,60	-12,8
4-24	B	25	Cô đặc	31	0,27	N/A	0	-10,6
4-25	B	25	Cô đặc	31	0,27	N/A	0	-10,4
4-26	A	19,6	Mủ	32,8	0,66	Ca(NO ₃) ₂	0,90	-12,9
4-27	A	19,6	Mủ	32,8	0,66	Ca(NO ₃) ₂	0,90	-12,9
4-28	B	25	Cô đặc	30,5	0,27	Ca(NO ₃) ₂	0,75	-13,9
4-29	B	25	Mủ	33,0	0,60	N/A	0,00	-9,8
4-30	B	25	Cô đặc	31,0	0,27	CaCl ₂	1,50	-6,9
4-31	B	25	Mủ	33,0	0,60	N/A	0,00	-7,7
4-32	B	25	Cô đặc	31	0,27	N/A	0,00	-10,6

Ví dụ số	Quy trình A/B	Silic oxit ^a trong huyền phù (% trọng lượng)	Loại latex	Cao su trong latex ^b (DRC, % trọng lượng)	NH ₃ trong latex (% trọng lượng)	Loại muối	Nồng độ muối trong huyền phù (wt%)	Điện thế Zeta (Est) ^b (mV)
4-33	B	25	Cô đặc	31	0,27	N/A	0,00	-10,4
4-34	B	25	Cô đặc	31,0	0,27	CaCl ₂	1,00	-9,5
4-35	A	18,5	Cô đặc	30,6	0,70	Ca(NO ₃) ₂	0,22	-22,0
4-36	B	25	Cô đặc	31	0,60	N/A	0,00	-13,7
4-37	B	25	Cô đặc	31,0	0,27	Ca(NO ₃) ₂	0,52	-12,8
4-38	A	15,0	Mủ	32,8	0,66	N/A	0,00	-11,3
4-39	A	16,5	Cô đặc	30,6	0,68	N/A	0,00	-16,5
4-40	B	25	Cô đặc	30,9	0,30	Al ₂ (SO ₄) ₃	1,04	-5,0
4-41	B	15	Cô đặc	30,5	0,27	N/A	0,00	-20,0
4-42	B	25	Cô đặc	30,5	0,27	Ca(NO ₃) ₂	0,59	-3,0
4-43	B	25	Cô đặc	31	0,27	Ca(NO ₃) ₂	1,00	-12,1

N/A = không áp dụng được

a. Các ví dụ 4-6 và 4-22 sử dụng silic oxit Agilon 454 (silic oxit kết tủa được xử lý bằng các tác nhân ghép nối silan, thu được từ PPG Industries Inc.). Các ví dụ 50 và 51 sử dụng silic oxit Zeosil® 175GR (silic oxit kết tủa thông thường, thu được từ Solvay S.A.). Các ví dụ 4-25 và 4-33 được sử dụng Zeosil® Premium 200MP silic oxit (HDS có diện tích bề mặt cao là 200 m²/g, thu được từ Solvay S.A.). Ví dụ 4-41 được sử dụng silic oxit Hi-Sil® 243LD (thu được từ PPG Industries Inc, và Ví dụ 4-42 được sử dụng Agilon 400 silic oxit (thu được từ PPG Industries Inc). Tất cả các ví dụ khác đều sử dụng silic oxit kết tủa ZEOSIL® Z1165 MP. Ví dụ 4-38 bao gồm 1,5% trọng lượng (tính theo tổng trọng lượng huyền phù đặc) muối than N134 (của hãng Cabot Corporation) trong huyền phù đặc chứa silic oxit.

b. Các trị số điện thế zeta được ước tính bằng cách nội suy các đường cong

thực nghiệm điện thế zeta phụ thuộc vào nồng độ của muối hoặc axit của huyền phù đặc chứa cùng một loại silic oxit.

Bảng 4 (tiếp theo)

Ví dụ	Loại axit	% trọng lượng axit trong huyền phù đặc (% trọng lượng)	Tỷ lệ mol axit/NH ₃	Vận tốc vòi phun nạp ^c (m/giây)	Lượng silic oxit thực tế (phr)	Lưu lượng huyền phù đặc ^d (L/giờ)	Lưu lượng latex ^d (L/giờ)	Tỷ lệ đồng giữa huyền phù đặc và latex (thể tích/thể tích)
4-1	N/A	0	0,00	49	38,4	540	703	0,77
4-2	N/A	0	0,00	75	86,3	60	59	1,01
4-3	Formic	2,5	1,45	11	69	60	76	0,79
4-4	N/A	0	0	50	26	788	1541	0,51
4-5	N/A	0	0	47	45,6	827	1112	0,74
4-6	N/A	0	0,00	76	49,2	60	56	0,94
4-7	N/A	0	0,00	75	54,8	828	593	1,40
4-8	N/A	0	0,00	78	29,5	950	805	1,18
4-9	N/A	0	0,00	78	63,6	950	379	2,51
4-10	N/A	0	0,00	76	45,4	738	794	0,93
4-11	N/A	0	0,00	76	76,9	738	491	1,50
4-12	N/A	0	0,00	76	38,2	738	938	0,79
4-13	N/A	0	0,00	78	52	950	484	1,96
4-14	N/A	0	0,00	78	77,8	950	300	3,17
4-15	Axetic	4,70	4,01	75	25,4	828	593	1,40
4-16	Axetic	2,35	3,21	78	18,1	950	403	2,36
4-17	Axetic	2,80	3,14	75	54,8	945	826	1,14
4-18	Axetic	2,80	3,93	75	67,2	945	660	1,43
4-19	Axetic	2,8	1,77	76	54,9	963	841	1,14
4-20	Axetic	2,8	2,36	76	43,3	630	734	0,86

Ví dụ	Loại axit	% trọng lượng axit trong huyền phù đặc (% trọng lượng)	Tỷ lệ mol axit/NH ₃	Vận tốc vòi phun nạp ^c (m/giây)	Lượng silic oxit thực tế (phr)	Lưu lượng huyền phù đặc ^d (L/giờ)	Lưu lượng latex ^d (L/giờ)	Tỷ lệ dòng giữa huyền phù đặc và latex (thể tích/thể tích)
4-21	Axetic	2,8	1,77	76	34,0	630	978	0,64
4-22	N/A	0	0,00	117	46,6	966	773	1,25
4-23	N/A	0	0,00	75	50,4	60	68	0,88
4-24	Formic	2,5	2,93	6475	60	5160	81	0,74
4-25	Formic	2,6	2,34	75	47	60	103	0,58
4-26	N/A	0	0,00	103	110	1639	827	1,98
4-27	N/A	0	0,00	119	175	1902	648	2,94
4-28	N/A	0	0,00	75	86,3	60	59	1,01
4-29	Formic	3,2	1,45	21	97	60	97	0,62
4-30	N/A	0	0	19	138	60	43	1,38
4-31	Formic	7,1	1,45	29	27	60	214	0,28
4-32	Formic	2,5	4,19	75	ND	60	57	1,06
4-33	Formic	2,6	4,26	75	ND	60	57	1,06
4-34	N/A	0	0,00	19	122	60	37	1,63
4-35	N/A	0	0,00	87	ND	1090	932	1,17
4-36	axetic	6,2	1,82	64	58	60	114	0,53
4-37	formic	0,9	1,47	29	ND	60	57	1,06
4-38	formic	2,0	1,59	41	44	800	626	1,28
4-39	axetic	3,6	1,81	64	40,4	800	743	1,08
4-40	N/A	0	0,00	29	ND	60	88	0,68
4-41	axetic	1,8	4,11	77	29	60	30	2,02
4-42	N/A	0	0	75	70,9	60	58	1,04
4-43	N/A	0	0	75	ND	60	142	0,42

ND = không xác định, N/A= không áp dụng

c. Vận tốc vòi phun nạp là vận tốc của huyền phù đặc chứa silic oxit khi nó đi qua

vòi phun (3a) ở cửa nạp thứ nhất (3) vào vùng phản ứng (13) trước khi tiếp xúc với lactec.

d. Các lưu lượng huyền phù đặc và latec là các lưu lượng tính theo thể tích tính theo L/giờ của huyền phù đặc chứa silic oxit và chất lưu latec, lần lượt được phân phối vào vùng phản ứng.

Trong tất cả các ví dụ, trừ các ví dụ 4-13 và 4-14, các điều kiện vận hành được chọn thu được pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn ở dạng hình trụ thô. Sản phẩm chứa lượng lớn nước, có tính đàn hồi và nén được và đẩy nước và giữ lại hàm lượng chất rắn khi được nén bằng tay. Vật liệu rắn có thể được kéo giãn, ví dụ, vật liệu của Ví dụ 4-17 có thể được kéo giãn hoặc được kéo dài đến 130-150% chiều dài ban đầu của nó, mà không đứt. Các hạt silic oxit được quan sát để được phân tán đồng nhất qua toàn bộ pha cao su liên tục và sản phẩm này hầu như không chứa hạt silic oxit tự do và hạt silic oxit lớn hơn, cả hai đều trên các bề mặt ngoài và bề mặt trong. Trong một số ví dụ (4-13 và 4-14), các điều kiện vận hành được chọn tạo ra sản phẩm nửa rắn có độ đặc giống bột nhão, bao gồm pha cao su chứa silic oxit dạng nửa rắn, liên tục. Các hạt silic oxit được quan sát, được kiểm tra bằng mắt, được nằm bên trong, và được phân bố khắp đồng đều trong pha cao su. Vật liệu nửa rắn đã được đuổi nước và giữ lại hàm lượng chất rắn khi việc xử lý tiếp ở một một hoặc nhiều công đoạn sau đó được chọn để phát triển vật liệu dạng bột nhão thành pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn. Để tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn, không chỉ khiến cho silic oxit cần phải được làm mất ổn định (ví dụ, nhờ xử lý trước với axit và/hoặc muối), nhưng tốc độ dòng theo thể tích của huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định tương đối với latec phải được điều chỉnh không chỉ để thu được tỷ lệ của silic oxit với cao su mong muốn (phr) trong hợp thể đàn hồi, mà còn cả để làm cân bằng mức độ làm mất ổn định của huyền phù với tốc độ trộn của huyền phù và latec và tốc độ của hạt cao su kết tụ latec. Bằng các điều chỉnh như vậy, khi huyền phù chứa silic oxit cuốn latec, phân phối đều hạt silic oxit vào trong cao su, cao su trong latec này trở nên pha liên tục dạng rắn hoặc nửa rắn, tất cả trong một phần giây sau khi tổ hợp chất lỏng vào thể tích giới hạn của vùng phản ứng. Do đó, quy trình tạo ra hợp thể đàn hồi chứa silic oxit duy nhất nhờ

bước tác động chất lỏng liên tục được thực hiện với đủ vận tốc, nồng độ và thể tích chất rắn trong chất lỏng được chọn và tốc độ dòng chất lỏng được điều chỉnh để phân tán đồng nhất và đều hạt mịn silic oxit trong latec và, theo cách song song, sự phân bố như vậy xảy ra, để khiến cho quá trình chuyển hoá cao su từ pha lỏng thành pha rắn.

Ví dụ so sánh 5.

Trong các ví dụ so sánh này, cùng các bước cơ sở và thiết bị như được mô tả đối với Ví dụ 5 được sử dụng, nhưng tổ hợp của các điều kiện quy trình được chọn đối với mỗi trong số các ví dụ so sánh trong Bảng 5 không tạo ra pha cao su liên tục dạng rắn hoặc dạng bán rắn và hợp thể đàn hồi chứa silic oxit không thể được tạo ra. Bảng 6 dưới đây đưa ra nồng độ của silic oxit trong huyền phù và nồng độ của axit axetic hoặc canxi nitrat, nếu có và phần mô tả chi tiết khác của các ví dụ này.

Bảng 5

Ví dụ so sánh	Quy trình A/B	Nồng độ silic oxit trong huyền phù (% trọng lượng)	Kiểu latec	Hàm lượng cao su của latec (DRC) (% trọng lượng)	% trọng lượng NH ₃ (% trọng lượng)	Loại muối	Nồng độ muối trong huyền phù (% trọng lượng)	Nồng độ axit axetic trong huyền phù (% trọng lượng)	Tỷ lệ mol axit/ NH ₃
6-1	A	18,5	Cô đặc	30,6	0,70	Ca(NO ₃) ₂	0,22	N/A	0
6-2	A	18,5	Cô đặc	30,6	0,70	Ca(NO ₃) ₂	0,48	N/A	0

Ví dụ so sánh	Quy trình A/B	Nồng độ silic oxit trong huyền phù (% trọng lượng)	Kiểu latec	Hàm lượng cao su của latec (DRC) (% trọng lượng)	% trọng lượng latec NH ₃ (% trọng lượng)	Loại muối	Nồng độ muối trong huyền phù (% trọng lượng)	Nồng độ axit axetic trong huyền phù (% trọng lượng)	Tỷ lệ mol axit/ NH ₃
6-3	A	20,0	Mủ nước	32,7	0,35	Ca(NO ₃) ₂	1	N/A	0
6-4	A	20,0	Mủ nước	32,7	0,35	Ca(NO ₃) ₂	1,3	N/A	0
6-5	A	10,0	Mủ nước	32,7	0,35	Ca(NO ₃) ₂	0,65	N/A	0
6-6	A	20,0	Cô đặc	31,9	0,53	N/A	0	4,70	0,66
6-7	A	20,0	Mủ nước	32,7	0,33	N/A	0	2,80	0,98
6-8	B	25	Cô đặc	31	0,27	N/A	0	0	0,00
6-9	A	18,5	Cô đặc	30,6	0,70	N/A	0	0	0,00
6-10	A	18,5	Cô đặc	30,6	0,70	N/A	0	0	0,00
6-11	B	20	Cô đặc	30,5	0,27	N/A	0	0	0,00
6-12	A	16,0	Cô đặc	31,9	0,53	N/A	0	0	0,00

Bảng 5 (tiếp theo)

Ví dụ so sánh	Điện thế zeta (Est.)^a (mV)	Vận tốc vòi nạp^b (m/s)	tỷ lệ silic oxit/cao su thiết lập (phr)	Tốc độ dòng huyền phù^c (L/giờ)	Tốc độ dòng latec^c (L/giờ)	Tỷ lệ dòng huyền phù với latec (thể tích)
6-1	-22,0	65	50	818	1118	0,73
6-2	-17,0	50	30	792	1807	0,44
6-3	-12,2	76	40	738	1289	0,57
6-4	-10,6	76	40	738	1289	0,57
6-5	-15,4	78	60	950	524	1,81
6-6	-15,1	76	20	630	2255	0,28
6-7	-17,6	76	25	630	1761	0,36
6-8	-32,0	75	50	60	114	0,53
6-9	-37	82	30	792	1807	0,44
6-10	-37	85	50	818	1118	0,73
6-11	-4,8	76	70	60	64	0,94
6-12	-7,9	67	50	552	619	0,89

N/A = không áp dụng được.

- Các trị số điện thế zeta được ước tính nhờ quá trình nội suy các đường cong xác định theo thử nghiệm của điện thế zeta phụ thuộc vào nồng độ muối hoặc axit của huyền phù chứa cùng một loại silic oxit.
- Vận tốc vòi nạp là vận tốc của huyền phù chứa silic oxit khi nó đi qua vòi (3a) ở cửa nạp thứ nhất (3) vào vùng phản ứng trước khi tiếp xúc với latec.

c. Tốc độ dòng huyền phù và latec là tốc độ dòng theo thể tích tính theo L/giờ lần lượt của huyền phù chứa silic oxit và chất lỏng latec, khi chúng được phân tán vào vùng phản ứng.

d. Các ví dụ 5-11 và 5-12 sử dụng Agilon® 454 silic oxit.

Các Ví dụ so sánh 5-8, 5-9 và 5-10 thể hiện rằng không có quá trình làm mất ổn định trước nào của silic oxit trong huyền phù, cũng không có pha cao su liên tục chứa silic oxit nào được tạo ra, thậm chí khi sử dụng các bước quy trình còn lại theo các phương pháp được ưu tiên để tạo ra hợp thể đàn hồi theo các phương án của sáng chế. Ví dụ so sánh 5-1, 5-2, 5-3, 5-4, 5-5, 5-6 và 5-7 thể hiện rằng thậm chí với việc làm mất ổn định trước silic oxit trong huyền phù (điện thế zeta của silic oxit thấp hơn 25mV), pha cao su liên tục chứa silic oxit không thể được tạo ra với tổ hợp của các tốc độ dòng theo thể tích tương đối và mức độ pha loãng của tác nhân làm mất ổn định, (ví dụ, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ hoặc axit axetic) trong vùng phản ứng khi các chất lỏng được trộn. Không muốn bị ràng buộc theo lý thuyết bất kỳ, theo lý thuyết, nồng độ thấp như vậy của tác nhân làm mất ổn định trong hỗn hợp gồm huyền phù và latec trong vùng phản ứng có thể làm giảm tốc độ kết tụ của hạt cao su latec sao cho pha cao su liên tục không thể được tạo ra trong thời gian ngắn còn lại trong vùng phản ứng. Trong Ví dụ so sánh 5-1, với 18,5% trọng lượng huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định và 30,6% trọng lượng latec cô đặc DRC, tỷ lệ dòng tương đối của huyền phù được làm mất ổn định với latec được thiết lập ở 0,73 (thể tích) để phân tán silic oxit với tỷ lệ cao su 50phr vào vùng phản ứng. Theo lý thuyết, hạt cao su latec không kết tụ trong thời gian ổn định 0,48 giây hỗn hợp trong vùng phản ứng ở tỷ lệ dòng theo thể tích tương đối thấp như vậy của huyền phù được làm mất ổn định với latec, nhờ đó nồng độ ban đầu của $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ là 14,8mM trong huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định được pha loãng 58% đến 6,2mM trong vùng phản ứng. Do đó, trong các điều kiện này không thể tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn chứa 50phr silic oxit. Tuy nhiên, khi nồng độ muối cao hơn (ví dụ, 0,5% trọng lượng trong ví dụ thực hiện sáng chế 4-8 đối lại 0,22% trọng lượng trong Ví dụ so sánh 5-1) được sử dụng (điện thế zeta -17,1mV đối lại -22mV) và tỷ lệ dòng

theo thể tích của huyền phù với latec được thiết lập ở 0,73 để tạo ra 50phr cao su chứa silic oxit, sản phẩm ổn định được tạo ra. Ví dụ so sánh 5-3 thể hiện rằng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn không thể được tạo ra khi thiết lập 40phr silic oxit và tỷ lệ dòng theo thể tích của huyền phù được làm mất ổn định với mủ latec 0,57 (thể tích), trong khi các sản phẩm như vậy được tạo ra khi tỷ lệ dòng là 0,93 và 1,50 từ đó tạo ra hợp thể đàn hồi lần lượt có 45,4 phr và 76,9 phr silic oxit (các ví dụ theo sáng chế 4-10 và 4-11). Tỷ lệ lưu lượng tính theo thể tích giữa huyền phù đặc và latec cao hơn trong các ví dụ theo sáng chế 4-10 và 4-11 dẫn đến ít pha loãng muối hơn trong vùng phản ứng so với trong Ví dụ so sánh 5-3, do đó tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn.

Nồng độ muối trong 18,5% huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định của Ví dụ so sánh 5-2 là 0,48%, với điện thế zeta -17mV, thể hiện mức độ làm mất ổn định bằng với mức độ làm mất ổn định của ví dụ thực hiện sáng chế 4-4 (-14,1mV) và 4-5 (-18,4mV), nhưng không có pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn nào được tạo ra khi sản xuất 30phr hàm lượng silic oxit với latec cô đặc ở tỷ lệ dòng thấp được chọn trong Ví dụ so sánh 5-2. Không muốn bị giới hạn bởi lý thuyết bất kỳ, tin rằng sự pha loãng quá nhiều muối và/hoặc huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định bởi latec cô đặc trong vùng phản ứng trong Ví dụ so sánh 5-2 làm giảm tốc độ kết tụ của hạt latec cao su trong vùng phản ứng rất nhiều mà pha cao su liên tục cố kết sẽ không tạo ra trong thời gian ổn định 0,36 giây trong vùng phản ứng.

Khi trộn mủ latec với 10% trọng lượng huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định theo 0,65% $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ (điện thế zeta ở -15,4mV), Ví dụ so sánh 5-5 không tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn ở tỷ lệ silic oxit với cao su 60phr và tỷ lệ dòng theo thể tích của huyền phù-với-latec là 0,57. Các điều kiện này không phân phối đủ muối và/hoặc huyền phù được làm mất ổn định vào vùng phản ứng trong khi kết tụ nhanh hạt cao su latec trong vùng phản ứng. Nói chung, mức độ làm mất ổn định huyền phù chứa silic oxit và/hoặc tỷ lệ dòng của huyền phù-với-latec phù hợp để kết tụ latec cô đặc không đủ để kết tụ mủ latec.

Các kết quả tương tự lần lượt thu được khi axit được dùng để làm mất ổn định huyền phù chứa silic oxit của các Ví dụ so sánh 5-6 và ví dụ theo sáng chế 4-17. Khi axit được sử dụng dưới dạng một tác nhân duy nhất để làm mất ổn định huyền phù chứa silic oxit, có tỷ lệ mol axit với amoniac ngưỡng được ưu tiên trong hỗn hợp chứa huyền phù và latec trong vùng phản ứng, mà thấp hơn pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn sẽ không tạo ra trong vùng phản ứng. Trong các thử nghiệm này, tỷ lệ mol của axit với amoniac ngưỡng mà được mong muốn luôn cao hơn 1,0, với kết quả là độ pH của sản phẩm thoát ra khỏi vùng phản ứng có tính axit. Trong trường hợp của Ví dụ so sánh 5-6 và 5-7, đối với tỷ lệ sản xuất silic oxit-với-cao su thiết lập 20phr và 25phr, tỷ lệ dòng theo thể tích của huyền phù-với-latec tương đối thấp lần lượt là 0,28 và 0,36. Ở các tỷ lệ dòng thấp này, huyền phù có tính axit không đủ tính axit để làm trung hoà amoniac trong latec. Tỷ lệ mol của axit với amoniac trong các Ví dụ so sánh 5-6 và 5-7 lần lượt là 0,66 và 0,98. Trong cả hai trường hợp, chỉ có chất lỏng đục được phun ra khỏi vùng phản ứng. Vật liệu này được kéo giãn đến 130-150% chiều dài ban đầu của nó mà không đứt.

Ví dụ 6.

Để triển khai quy trình thay đổi mà cho phép tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn, một dãy thử nghiệm được thực hiện trong các tổ hợp khác nhau của quy trình thay đổi, bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, nồng độ của silic oxit trong huyền phù được làm mất ổn định, nồng độ của axit hoặc muối trong huyền phù được làm mất ổn định, kiểu latec (ví dụ mũ latec và latex cô đặc), nồng độ của amoniac trong latec, khối latec, tốc độ dòng của huyền phù được làm mất ổn định và latec, vận tốc của huyền phù được làm mất ổn định và latec trong vùng phản ứng và nồng độ của axit hoặc muối trong vùng phản ứng. Dãy thử nghiệm này được thực hiện theo Quy trình A và canxi nitrat được dùng làm muối. Hàm lượng chất rắn của chất lỏng và vận tốc vòi nạp dùng cho các thử nghiệm này được liệt kê lần lượt trong Bảng 6 và 7 đối với latec cô đặc và mũ latec. Ở tỷ lệ dòng theo thể tích của huyền phù với latec thấp (nghĩa là, tỷ lệ silic oxit với cao su thấp trong vùng phản ứng), huyền phù được làm mất

ổn định và muối được pha loãng bởi và không có pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn nào được tạo ra. Việc thiết lập tỷ lệ silic oxit với cao su tiếp theo được gia tăng từ từ bằng cách làm tăng tỷ lệ dòng theo thể tích của huyền phù với latec cho đến khi pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn được quan sát thoát ra khỏi vùng phản ứng. Trong Bảng 6 và 7B, “lượng silic oxit được phân phối đến vùng phản ứng” thể hiện tỷ lệ silic oxit-với-cao su thấp nhất mà ở đó pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn được tạo ra. Nồng độ muối tối thiểu trong vùng phản ứng (bao gồm cả huyền phù được làm mất ổn định và latec) để tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn được tính toán đối với mỗi lần thiết lập điều kiện thử nghiệm (ví dụ, nồng độ silic oxit trong huyền phù, nồng độ muối trong huyền phù, vận tốc của huyền phù). Đối với sáu mẫu đầu tiên được liệt kê trong Bảng 6, nồng độ silic oxit trong huyền phù được làm mất ổn định là giống nhau, cụ thể là 18,5% trọng lượng, nhưng nồng độ muối trong huyền phù được làm mất ổn định được thay đổi và lượng silic oxit thấp hơn ngưỡng để tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn được xác định trong mỗi ví dụ bằng cách làm gia tăng tốc độ dòng theo thể tích latec cho đến khi khối kết tụ được tạo ra. Các kết quả trong Bảng 6 thể hiện rằng, khi nồng độ muối trong huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định được gia tăng từ 0,22% trọng lượng đến 0,75% trọng lượng, có thể làm giảm tỷ lệ dòng theo thể tích của huyền phù với latec, để thu được pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn có tỷ lệ silic oxit với cao su thấp hơn. Ví dụ, bằng cách làm gia tăng nồng độ muối từ 0,22% trọng lượng đến 0,65% trọng lượng trong số 18,5% trọng lượng huyền phù chứa silic oxit, silic oxit tối thiểu phr thiết lập để tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn được giảm từ 80phr silic oxit đến 35phr silic oxit khi dòng theo thể tích tương đối của latec được gia tăng và tỷ lệ của tốc độ dòng theo thể tích của huyền phù-với-latec được giảm từ 1,17 đến 0,51. Các kết quả tương tự được quan sát đối với các nồng độ huyền phù chứa silic oxit khác và khi axit được sử dụng để làm mất ổn định huyền phù chứa silic oxit.

Bảng 6. Ngưỡng tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn: lượng phr silic oxit nồng độ canxi nitrat trong các điều kiện khác

nhau khi huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định được trộn với latec cô đặc pha loãng 50% (31% trọng lượng hàm lượng cao su khô; 0,70% trọng lượng amonic ngoại trừ đối với mẫu sau cùng, đối với hàm lượng amoniac 0,53% trọng lượng) sử dụng Quy trình A.

Bảng 6

Silic oxit cô đặc trong huyền phù (% trọng lượng)	Ca(NO ₃) ₂ trong huyền phù (% trọng lượng)	[Ca ²⁺] trong huyền phù (mM)	Điện thế zeta (Est.) (mV)	Vận tốc vòi nạp (m/s) ^a	Lượng silic oxit được phân phối đến vùng phản ứng (phr)	Tỷ lệ dòng của huyền phù với latec (thể tích)	[Ca ²⁺] Cô đặc trong vùng phản ứng (mM)
18,5	0,22	14,8	-22,0	87	80	1,17	7,9
18,5	0,39	26,2	-18,4	46	46,3	0,68	10,5
18,5	0,48	32,3	-17,0	67	40	0,59	11,9
18,5	0,52	34,9	-16,5	58	45	0,66	13,8
18,5	0,65	43,6	-15,1	58	35	0,51	14,7
18,5	0,75	50,4	-14,1	59	35	0,51	17,0
26	0,68	47,6	-14,5	54	55	0,55	16,8
26	0,99	69,3	-12,1	77	50	0,50	23,0
11	0,36	23,2	-19,1	80	35	0,90	10,9
20	1,00	67,8	-12,2	49	35	0,49	22,2

- a. Vận tốc vòi nạp là vận tốc của huyền phù chứa silic oxit khi nó đi qua vòi (3a) ở cửa nạp thứ nhất (3) vào vùng phản ứng trước khi tiếp xúc với latec.

Bảng 7. Ngưỡng tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn: lượng phr silic oxit và nồng độ canxi nitrat trong các điều kiện khác nhau khi huyền phù chứa silic oxit được trộn với mủ latec sử dụng Quy trình A.

Bảng 7

Silic oxit cô đặc trong huyền phù (% trọng lượng)	Ca(NO ₃) ₂ trong huyền phù (%trọng lượng)	[Ca ²⁺] trong huyền phù (mM)	Huyền phù có điện thế zeta (mV)	Vận tốc vòi nạp (m/s) ^a	Ngưỡng thấp hơn lượng silic oxit (phr)	Tỷ lệ của huyền phù với latec (thể tích)	[Ca ²⁺] cô đặc trong vùng phản ứng (mM)
10	0,65	41,7	-15,4	78	65	1,96	27,6
19,6	0,90	60,8	-12,9	71	65	0,95	29,6
20	1,0	67,7	-12,2	76	65	0,93	32,6
20	1,3	88,0	-10,6	76	50	0,72	36,7

- a. Vận tốc vòng nạp là vận tốc của huyền phù chứa silic oxit khi nó đi qua vòi (3a) ở cửa nạp thứ nhất (3) vào vùng phản ứng trước khi tiếp xúc với latec.

Trong thử nghiệm kết tụ chế độ mẻ được thực hiện bằng cách trộn huyền phù chứa silic oxit với latec trong thùng trong điều kiện trộn lực biến dạng tương đối thấp, lượng tối thiểu của muối hoặc axit để kết tụ latec trong hỗn hợp là không đổi, độc lập với nồng độ ban đầu của muối hoặc axit trong huyền phù chứa silic oxit trước khi trộn. Tuy nhiên, theo quy trình được ưu tiên để tạo ra hợp thể đàn hồi theo các phương án khác nhau của sáng chế, nồng độ ngưỡng của muối trong vùng phản ứng để tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn gia tăng với sự tăng về nồng độ muối trong huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định trước khi trộn (nghĩa là mức độ làm mất ổn định của huyền phù chứa silic oxit). Ví dụ, trong Bảng 6, có thể biết rằng nồng độ ngưỡng của Ca(NO₃)₂ để kết tụ latec cô đặc độc lập với nồng độ silic oxit trong huyền phù được làm mất ổn định, nhưng phụ thuộc lớn vào nồng độ muối ban đầu trong huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định. Khi nồng độ muối được gia tăng từ 14,8mM đến 69,3mM, nồng độ muối ngưỡng được gia tăng từ 7,9mM đến 23,0mM. Để so sánh, một dãy thử nghiệm kết tụ theo mẻ được thực hiện trong thùng bằng cách sử dụng tốc độ khuấy lực biến dạng thấp và xác định được rằng nồng độ ngưỡng của Ca(NO₃)₂ để kết tụ cùng một latec cô đặc là không đổi ở 10,7mM, độc lập với cả nồng độ muối ban đầu trong huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định cũng như nồng độ silic oxit trong huyền phù được làm mất ổn định. Các kết quả này thể hiện tầm quan trọng của việc làm cân bằng mức độ

làm mất ổn định của huyền phù chứa silic oxit, tốc độ trộn, tốc độ kết tụ hạt silic oxit và tốc độ kết tụ latec trong điều kiện lực biến dạng cao để tạo ra một cách có hiệu quả pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn.

Tương tự, tỷ lệ ngưỡng của axit với amoniac để tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn theo các phương án của sáng chế là không cố định, nhưng gia tăng với mức độ làm mất ổn định axit của huyền phù chứa silic oxit.

Dựa vào sự thay đổi sản xuất được mô tả trong bản mô tả này, như vật tốc của huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định, vận tốc của latec, tốc độ dòng tương đối của huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định và chất lỏng latec, mức độ làm mất ổn định của huyền phù chứa silic oxit, nồng độ silic oxit trong huyền phù được làm mất ổn định, hàm lượng cao su khô của latec và nồng độ amoniac của latec (ví dụ, nồng độ amoniac có thể được giảm bằng cách tạo bọt nitơ qua latec hoặc trên đỉnh của bề mặt chất lỏng), có thể thu được và/hoặc dự đoán sự tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn trong khoảng lượng silic oxit mong muốn. Do đó, quy trình này tạo ra hợp thể đàn hồi theo sáng chế có thể được vận hành trong khoảng thay đổi tối ưu.

Ví dụ so sánh 7.

Các thử nghiệm so sánh sau sử dụng quy trình mở nhiều bước được thực hiện như so với quy trình liên tục mà tạo ra thành công hợp thể đàn hồi theo các phương án của sáng chế.

Trong các ví dụ so sánh này, huyền phù chứa silic oxit được kết hợp với latec đàn hồi trong các điều kiện trộn theo mẻ, sử dụng huyền phù chứa silic oxit mà đã được nghiền (như trong quy trình của Quy trình B trên đây) hoặc huyền phù chứa silic oxit được tạo ra mà không cần phải nghiền, mỗi lần ở hai nồng độ huyền phù: lần lượt 25% trọng lượng và 6% trọng lượng (dựa vào tổng trọng lượng của huyền phù). Silic oxit được dùng trong các ví dụ này là ZEOSIL® 1165 MP. Latec đàn hồi được dùng trong tất cả các thử nghiệm là latec cô đặc chứa amoniac ở mức cao (60CX12021, của Chemionics Corporation, Tallmadge, Ohio) được pha loãng 50% (trọng lượng) với nước được khử ion.

Thử nghiệm 7-A: Trộn theo mẻ với huyền phù chứa silic oxit được nghiên.

Huyền phù chứa silic oxit được tạo ra trên đây được trộn với lượng mong muốn của nước được khử ion trong thùng 5 gallon để thu được nồng độ silic oxit đích của huyền phù.

Đối với mỗi bước vận hành được mô tả trên đây, lượng đã nêu của huyền phù chứa silic oxit thu được từ bể vận hành huyền phù và trộn trong mười lăm phút với lượng đã nêu của latec đàn hồi trong thùng 5 gallon bằng cách sử dụng máy khuấy có lực biến dạng thấp (Model #1750, Arrow Engineering Co, Inc., Hillside, NJ). Ngoại trừ ở bước vận hành 5, tiếp theo muối canxi clorua được bổ sung vào hỗn hợp và tiếp tục trộn cho đến khi khối kết tụ xuất hiện cần hoàn thành. Trừ khi có quy định khác, muối được bổ sung vào dưới dạng dung dịch muối 20% trọng lượng trong nước được khử ion. Lượng muối được sử dụng (lượng khô) được thể hiện dưới đây. “phr silic oxit đích” phản ánh lượng silic oxit trong phr được mong đợi để có mặt trong hợp thể cao su dựa vào lượng ban đầu của silic oxit được sử dụng, giả định tất cả silic oxit được hợp nhất vào trong tất cả cao su. Các bước vận hành 1-4 đã được làm mất nước và được làm khô theo các phương pháp của Quy trình B được mô tả trên đây.

Bước vận hành 1 – 55 phr hợp thể cao su chứa silic oxit đích sử dụng 25% trọng lượng huyền phù chứa silic oxit.

Các điều kiện (trong khoảng 1,9kg vật liệu khô):

2,7kg huyền phù chứa silic oxit 25% trọng lượng, được nghiên

4,0kg latec cô đặc

0,060kg (lượng khô tương đương) muối trong dung dịch.

Quan sát: Các mẫu lớn của hợp thể cao su ướt được tạo ra quanh cánh trộn sau khi hoàn thành kết tụ. Tuy nhiên, sự khối kết tụ không hợp nhất tất cả cao su và silic oxit vào trong khối kết tụ, do chất lỏng dạng sữa vẫn còn trong thùng trộn và lớp silic oxit ướt được lắng đọng trên đáy thùng. Khối kết tụ khô này được cân trọng lượng khoảng 0,5kg, mà thấp hơn nhiều lượng đích 1,9kg. Lượng đáng kể của silic oxit xuất hiện trên bề mặt của sản phẩm cao su thể hiện sự phân tán silic oxit

kém trong hợp thể cao su. Silic oxit xuất hiện để được trộn rất kém với cao su trong khối kết tụ và hạt silic oxit không được phân tán được nạp vào và được nhìn qua khối kết tụ. Hạt silic oxit được quan sát rơi ra khỏi khối kết tụ khô. Khi sản phẩm cao su khô được cắt bằng cách sử dụng một cặp kéo cắt, hạt silic oxit được rơi ra khỏi bề mặt cắt. Sau khi làm khô, sự phân tích TGA sản phẩm cao su thể hiện lượng silic oxit được tính trung bình khoảng 44phr.

Bước vận hành 2 – 70phr hợp thể cao su chứa silic oxit đích sử dụng 25% trọng lượng huyền phù chứa silic oxit.

Cá điều kiện (trong khoảng 1,9kg vật liệu khô):

3,1kg huyền phù chứa silic oxit 25% trọng lượng, được nghiền

3,6kg latec cô đặc

0,060kg muối, được bổ sung khô.

Quan sát: Các mẫu lớn của cao su ướt được tạo ra quanh cách trộn và chất lỏng sau kết tụ là đục hoặc dạng sữa. Lớp silic oxit còn lại trên đáy thùng. Khoảng 1kg khối kết tụ khô được tạo ra. Tương tự với bước vận hành 1, sự phân tán rất kém của hạt silic oxit trong khối kết tụ cao su được quan sát. Sau khi làm khô, sự phân tích TGA của sản phẩm cao su thể hiện lượng silic oxit tính trị số trung bình khoảng 53phr.

Bước vận hành 3 – 55phr hợp thể chứa silic oxit đích sử dụng 6% trọng lượng huyền phù chứa silic oxit.

Các điều kiện (trong khoảng 2kg vật liệu khô):

2,6kg huyền phù chứa silic oxit 25% trọng lượng, được nghiền

8,4kg nước được khử ion

4,0kg latec cô đặc

0,090kg muối trong dung dịch.

Quan sát: sau khi bổ sung muối, toàn bộ hỗn hợp gồm latec và huyền phù trở thành gel mềm. Khoảng 0,9kg hợp thể khô được tạo ra. Tương tự với bước vận

hành 1, sự phân tán rất kém của hạt silic oxit trong khối kết tụ cao su được quan sát. Sau khi làm khô, lượng silic oxit trong khối kết tụ được đo bởi TGA là khoảng 45phr.

Bước vận hành 4 – 70phr hợp thể chứa silic oxit đích sử dụng 6% trọng lượng huyền phù chứa silic oxit.

Các điều kiện (trong khoảng 2kg vật liệu khô):

3,1kg huyền phù chứa silic oxit 25% trọng lượng, được nghiền

9,9kg nước

3,7kg latec cô đặc

0,10kg muối trong dung dịch.

Quan sát: Sau khi bổ sung muối, khối vụn nhỏ được tạo ra trong chất lỏng dạng sữa. Sàng được sử dụng để thu gom và nén khối vụn nhỏ này. Tương tự với bước vận hành 1, sự phân tán rất kém của hạt silic oxit trong khối kết tụ cao su được quan sát. Khoảng 0,7kg hợp thể khô được thu gom với lượng silic oxit trong khối vụn được đo bởi TGA ở khoảng 50phr.

Bước vận hành 5: 55phr hợp thể cao su chứa silic oxit đích sử dụng 25% trọng lượng huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định với 1% CaCl_2 .

Các điều kiện (trong khoảng 1,9kg vật liệu khô):

4,0kg huyền phù 25% trọng lượng chứa 1% CaCl_2 , được nghiền

2,7kg latec cô đặc.

Quan sát: Latec được đặt vào thùng 5-gallon kèm khuấy lực biến dạng thấp. Rối 25% huyền phù chứa silic oxit được làm mất ổn định được nghiền chứa 1% CaCl_2 vào trong thùng kèm khuấy và khuấy liên tục cho đến khi hoàn thành kết tụ. Quan sát bằng mắt thường và bằng xúc giác mẫu cao su thể hiện nhiều hốc lớn (kích cỡ từ mm đến cm) chứa huyền phù chứa silic oxit trong mẫu cao su và lượng lớn hạt silic oxit được bẫy nhưng không được phân tán trong pha cao su dạng rắn. Lượng silic oxit trung bình trong khối kết tụ khô được đo bởi TGA là khoảng 58phr. Các thay đổi từ mẫu đến mẫu của lượng silic oxit lớn hơn 10phr.

Thử nghiệm 7-B: Trộn theo mẻ sử dụng huyền phù chứa silic oxit mà không cần phải nghiền.

Để tạo ra huyền phù chứa silic oxit mà không cần phải nghiền, bổ sung từ từ silic oxit vào nước chỉ sử dụng dụng cụ khuấy trên cao (Model #1750, Arrow Engineering Co, Inc., Hillside, NJ). Khi silic oxit xuất hiện cần được phân tán hoàn toàn, latec được bổ sung vào và hỗn hợp chất lỏng được khuấy trong 20 phút. Tiếp theo, dung dịch muối CaCl_2 được bổ sung vào hỗn hợp chất lỏng và cho phép trộn cho đến khi xuất hiện kết tụ để hoàn thành. Làm khô các mẫu trong lò trước khi phân tích TGA.

Bước vận hành 5B – 65phr hợp thể cao su chứa silic oxit đích sử dụng 25% trọng lượng huyền phù chứa silic oxit.

Các điều kiện (trong khoảng 1,9kg vật liệu khô):

3,0kg huyền phù chứa silic oxit 25% trọng lượng

3,8kg latec cô đặc

0,06kg muối trong dung dịch.

Quan sát: Sau khi bổ sung muối, các mẫu khối kết tụ cao su rất lớn được tạo ra quanh cánh khuấy. Sau khi kết tụ, lớp dày chứa silic oxit được thiết lập ở đáy thùng. Mẫu cao su được bọc hạt cứng và nhót. Hạt của silic oxit có thể được bọc và được quan sát trên bề mặt của khối kết tụ cao su và sự quan sát bằng mắt thường thể hiện sự phân tán rất kém của silic oxit trong khối kết tụ cao su. Lượng silic oxit trong khối kết tụ được xác định là 25phr sử dụng TGA.

Bước vận hành 6 – 80phr hợp thể cao su chứa silic oxit đích sử dụng 25% trọng lượng huyền phù chứa silic oxit.

Các điều kiện (trong khoảng 1,9kg vật liệu khô):

3,3kg huyền phù chứa silic oxit 25% trọng lượng

3,4kg latec cô đặc

0,06kg muối trong dung dịch.

Quan sát: Lượng silic oxit trong cao su được xác định là ở 35phr và sự quan sát bằng mắt thường thể hiện sự phân tán rất kém silic oxit trong khối kết tụ cao su.

Bước vận hành 7 – 110phr hợp thể cao su chứa silic oxit đích sử dụng 6% trọng lượng huyền phù chứa silic oxit.

Các điều kiện (trong khoảng 1,9kg vật liệu khô, được thực hiện trong hai mẻ):

1,0kg huyền phù chứa silic oxit 25% trọng lượng

15,6kg nước

3,0kg latec cô đặc

0,120kg muối trong dung dịch.

Quan sát: Khối vụn cao su nhỏ được tạo ra trong thùng và chất lỏng vẫn còn lại sau khi kết tụ là rõ ràng nhất, với lớp silic oxit trên đáy thùng. Lượng silic oxit được đo theo TGA trong sản phẩm cao su được tính trung bình khoảng 30phr. Khối kết tụ có tính đàn hồi, với hạt silic oxit trên bề mặt. Khi được làm khô, silic oxit có thể dễ được quét ra khỏi bề mặt và sự phát sát bằng mắt thường thể hiện sự phân tán rất kém silic oxit trong khối kết tụ cao su.

Bước vận hành 8 – 140phr hợp thể cao su chứa silic oxit đích sử dụng 6% trọng lượng huyền phù chứa silic oxit.

Các điều kiện (trong khoảng 1,9kg vật liệu khô, được thực hiện trong hai mẻ):

1,0kg huyền phù chứa silic oxit 25% trọng lượng

15,7kg nước

2,4kg latec cô đặc

0,110kg muối trong dung dịch.

Quan sát: Khối vụn cao su nhỏ được tạo ra trong thùng và chất lỏng còn lại sau khi kết tụ là rõ ràng nhất, với lớp silic oxit trên đáy thùng. Lượng silic oxit được đo theo TGA trong sản phẩm cao su được tính trị số trung bình khoảng

35phr. Hạt silic oxit được lắng trên bề mặt của sản phẩm cao su mà có thể được quét tự do khi nó được làm khô và sự quan sát bằng mắt thường thể hiện sự phân phối rất kém silic oxit trong khối kết tụ cao su.

Tổng kết quá trình quan sát. So với quy trình liên tục tạo ra hợp thể đàn hồi, như ví dụ trong các ví dụ thực hiện sáng chế 4 và 6, quy trình trộn latec theo mẻ của Ví dụ so sánh 8 không thể thu được chất lượng hoặc số lượng mong muốn phân tán silic oxit trong cao su. Với huyền phù chứa silic oxit được nghiền, lượng silic oxit thực trong các sản phẩm cao su được tạo ra với việc trộn theo mẻ được quan sát cần < 55phr. Sau khi kết tụ, lượng đáng kể silic oxit lắng đọng ở đáy thùng trộn và xuất hiện trên bề mặt của sản phẩm cao su, thể hiện sự bẫy kém hạt silic oxit trong khối kết tụ cao su. Với huyền phù chứa silic oxit mà không được nghiền, lượng silic oxit thực trong cao su được tạo ra với việc trộn theo mẻ được giới hạn nằm trong khoảng từ 30phr đến 35phr. Sau khi kết tụ, lớp dày chứa silic oxit được lắng đọng ở đáy thùng trộn, silic oxit xuất hiện để được trộn rất kém với cao su trong khối kết tụ này và hạt không được phân tán của silic oxit được bọc và được nhìn qua khối kết tụ. So với các quy trình được ưu tiên để tạo ra hợp thể đàn hồi theo các phương án của sáng chế, các quy trình trộn theo mẻ có sự hợp nhất kém và phân tán hạt silic oxit kém trong nền cao su của khối kết tụ. Trong sản phẩm của mỗi trong số các bước trộn theo mẻ này, hạt silic oxit được quan sát rơi ra khỏi khối kết tụ khô. Khi hợp thể cao su khô được cắt bằng cách sử dụng một cặp kéo cắt, hạt silic oxit được rơi ra khỏi bề mặt cắt. Việc mất hạt silic oxit như vậy không được quan sát trong quá trình kiểm tra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dạng bán rắn được tạo ra bởi các quy trình được ưu tiên để tạo ra hợp thể đàn hồi theo các phương án của sáng chế.

Sáng chế bao gồm các khía cạnh/phương án/dấu hiệu sau đây theo trình tự bất kỳ và/hoặc với sự kết hợp bất kỳ:

Phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi chứa silic oxit bao gồm các bước:

(a) tạo ra dòng liên tục dưới áp suất của ít nhất một chất lưu thứ nhất chứa thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt và dòng liên tục của ít nhất một chất lưu thứ hai chứa latec thể đàn hồi;

(b) tạo ra lưu lượng tính theo thể tích của chất lưu thứ nhất tương ứng với lưu lượng tính theo thể tích của chất lưu thứ hai để tạo ra hợp thể đàn hồi có hàm lượng silic oxit nằm trong khoảng từ 15 phr đến 180 phr;

(c) kết hợp dòng chất lưu thứ nhất và dòng chất lưu thứ hai với động năng đủ để phân bố silic oxit dạng hạt trong latec thể đàn hồi để thu được dòng hợp thể đàn hồi chứa silic oxit rắn hoặc nửa rắn bao gồm pha cao su liên tục với các hạt silic oxit được phân tán.

Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây:

- trong đó dòng hợp thể đàn hồi chứa silic oxit ở dạng rắn hoặc nửa rắn tạo ra trong thời gian hai giây hoặc nhanh hơn sau khi kết hợp dòng chất lưu thứ nhất với dòng chất lưu thứ hai, hoặc

- trong đó dòng hợp thể đàn hồi chứa silic oxit ở dạng rắn hoặc nửa rắn tạo ra trong thời gian nằm trong khoảng từ 50 miligiây đến 1500 miligiây sau khi kết hợp dòng chất lưu thứ nhất với dòng chất lưu thứ hai, hoặc

- trong đó chất lưu thứ nhất ở bước (a) còn chứa ít nhất một muối, hoặc

- trong đó chất lưu thứ nhất ở bước (a) còn chứa ít nhất một axit, hoặc

- trong đó hợp thể đàn hồi chứa silic oxit ở dạng rắn hoặc nửa rắn bao gồm pha gián đoạn chứa từ 40% trọng lượng đến 95% trọng lượng nước hoặc chất lưu dạng nước, hoặc

- trong đó bước kết hợp xảy ra trong vùng phản ứng có thể tích nằm trong khoảng từ 10cc đến 500mL, hoặc

- trong đó lưu lượng tính theo thể tích tương đối tương ứng với tỷ lệ lưu lượng tính theo thể tích giữa chất lưu thứ nhất và chất lưu thứ hai nằm trong khoảng từ 0,4:1 đến 3,2:1, hoặc

- trong đó lưu lượng tính theo thể tích tương đối tương ứng với tỷ lệ lưu lượng tính theo thể tích giữa chất lưu thứ nhất và chất lưu thứ hai nằm trong khoảng từ 0,2:1 đến 2,8:1, hoặc

- trong đó lưu lượng tính theo thể tích tương đối tương ứng với tỷ lệ lưu lượng tính theo thể tích giữa chất lưu thứ nhất và chất lưu thứ hai nằm trong khoảng từ 0,4:1 đến 3,2:1, và thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt chứa ít nhất một muối, hoặc

- trong đó lưu lượng tính theo thể tích tương đối tương ứng với tỷ lệ lưu lượng tính theo thể tích giữa chất lưu thứ nhất và chất lưu thứ hai nằm trong khoảng từ 0,2:1 đến 2,8:1, và thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt chứa ít nhất một axit, hoặc

- trong đó latec thể đàn hồi chứa bazơ, thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt chứa ít nhất một axit, và tỷ lệ mol giữa các ion hydro trong axit nêu trên trong chất lưu thứ nhất và bazơ trong chất lưu thứ hai ít nhất là 1,0, hoặc

- trong đó latec thể đàn hồi chứa bazơ, thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt chứa ít nhất một axit, và tỷ lệ mol giữa các ion hydro trong axit nêu trên trong chất lưu thứ nhất và bazơ trong chất lưu thứ hai ít nhất là 1,1, hoặc

- trong đó latec thể đàn hồi chứa bazơ, thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt chứa ít nhất một axit, và tỷ lệ mol giữa các ion hydro trong axit nêu trên trong chất lưu thứ nhất và bazơ trong chất lưu thứ hai ít nhất là 1,2, hoặc

- trong đó latec thể đàn hồi chứa bazơ, thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt chứa ít nhất một axit, và tỷ lệ mol giữa các ion hydro trong axit nêu trên trong chất lưu thứ nhất và bazơ trong chất lưu thứ hai nằm trong khoảng từ 1 tới 4,5, hoặc

- trong đó thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt chứa ít nhất một axit, và trong đó latec thể đàn hồi có mặt trong chất lưu thứ hai có nồng độ amoniac nằm trong khoảng từ 0,3% trọng lượng đến 0,7% trọng lượng tính theo trọng lượng của latec thể đàn hồi, và tỷ lệ mol giữa các ion hydro trong axit nêu trên

trong chất lưu thứ nhất và amoniac trong chất lưu thứ hai ít nhất nằm trong khoảng từ 1,0 đến 1,0, hoặc

- trong đó hàm lượng silic oxit của hợp thể đàn hồi chứa silic oxit nằm trong khoảng từ 25 phr đến 80 phr, hoặc

- trong đó hàm lượng silic oxit của hợp thể đàn hồi chứa silic oxit nằm trong khoảng từ 40 phr đến 115 phr, hoặc

- trong đó thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt chứa khoảng 6% trọng lượng đến 35% trọng lượng silic oxit, hoặc

- trong đó thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt chứa khoảng 10% trọng lượng đến 28% trọng lượng silic oxit, hoặc

- còn bao gồm thu hồi hợp thể đàn hồi chứa silic oxit ở dạng rắn hoặc nửa rắn ở áp suất môi trường, hoặc

- trong đó chất lưu thứ nhất chứa thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt có điện thế zeta nhỏ hơn 30mV, hoặc

- trong đó chất lưu thứ nhất chứa thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt có điện thế zeta bằng 28mV hoặc nhỏ hơn, hoặc

- trong đó chất lưu thứ nhất chứa thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt có điện thế zeta nằm trong khoảng từ 29mV đến 5mV, hoặc

- trong đó chất lưu thứ nhất chứa thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt có điện thế zeta nằm trong khoảng từ 20mV đến 1mV, hoặc

- trong đó thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt chứa ít nhất một muối, trong đó nồng độ ion của muối trong thể phân tán đã được làm mất ổn định nêu trên nằm trong khoảng từ 10 mM đến 160 mM, hoặc

- trong đó thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt chứa ít nhất một muối, trong đó muối này có mặt trong thể phân tán đã được làm mất ổn định nêu trên với lượng nằm từ 0,2% trọng lượng đến 2% trọng lượng tính theo trọng lượng của thể phân tán đã được làm mất ổn định này, hoặc

- trong đó thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt chứa ít nhất một axit, trong đó axit này có mặt trong thể phân tán đã được làm mất ổn định

nêu trên với lượng nằm từ 0,8% trọng lượng đến 7,5% trọng lượng tính theo trọng lượng của thể phân tán đã được làm mất ổn định này, hoặc

- trong đó thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt chứa ít nhất một axit, trong đó nồng độ axit trong thể phân tán đã được làm mất ổn định nêu trên nằm trong khoảng từ 200 mM đến 1000 mM, hoặc

- trong đó bước (c) được thực hiện với dòng liên tục của chất lưu thứ nhất ở vận tốc A và dòng liên tục của chất lưu thứ hai ở vận tốc B, và vận tốc A nhanh hơn vận tốc B ít nhất 2 lần, hoặc

- trong đó bước (c) được thực hiện trong vùng phản ứng bán giới hạn và chất lưu thứ nhất có vận tốc đủ để gây ra sự tạo bọt trong vùng phản ứng khi kết hợp với chất lưu thứ hai, hoặc

- trong đó chất lưu thứ hai có vận tốc đủ để tạo ra dòng chảy rối, hoặc

- trong đó thể phân tán chứa silic oxit dạng hạt nêu trên chứa silic oxit dạng hạt được cải biến bề mặt có các nhóm bề mặt kỵ nước, hoặc

- trong đó chất lưu thứ nhất là chất lưu dạng nước, hoặc

- trong đó chất lưu thứ nhất là chất lưu dạng nước và khoảng 6% trọng lượng đến 35% trọng lượng silic oxit dạng hạt, hoặc

- trong đó chất lưu thứ nhất là chất lưu dạng nước, còn chứa ít nhất một muối, và ít nhất một axit, hoặc

- trong đó muối than có mặt trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit với lượng nằm từ 10% trọng lượng đến 0,1% trọng lượng tính theo tổng các hạt có mặt trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit, hoặc

- trong đó muối than có mặt trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit với lượng nằm 10% trọng lượng hoặc nhỏ hơn, tính theo tổng các hạt có mặt trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit, hoặc

- phương pháp này còn bao gồm bước làm mất ổn định thể phân tán chứa silic oxit dạng hạt bằng cách làm giảm độ pH của thể phân tán chứa silic oxit dạng hạt để tạo ra thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt đã được tạo ra ở bước (a), hoặc

- phương pháp này còn bao gồm bước làm mất ổn định thể phân tán chứa silic oxit dạng hạt bằng cách làm giảm độ pH của thể phân tán chứa silic oxit dạng hạt đến độ pH nằm trong khoảng từ 2 đến 4 để tạo ra thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt đã được tạo ra ở bước (a), hoặc

- trong đó silic oxit dạng hạt có bề mặt ưa nước, hoặc trong đó silic oxit dạng hạt là oxit có khả năng phân tán cao (HDS), hoặc

- trong đó trong đó axit bao gồm ít nhất một axit hữu cơ, hoặc

- trong đó axit nêu trên là axit axetic, axit formic, axit xitric, axit phosphoric, hoặc axit sulfuric, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng, hoặc

- trong đó axit là axit chứa nhóm C₁-C₄ alkyl, hoặc

- trong đó axit có trọng lượng phân tử hoặc trọng lượng phân tử trung bình nhỏ hơn 200, hoặc

- trong đó muối bao gồm ít nhất một muối kim loại kiềm, hoặc

- trong đó muối bao gồm muối canxi, muối magie, hoặc muối nhôm, hoặc hỗn hợp của chúng, hoặc

- phương pháp này còn bao gồm bước xử lý cơ học silic oxit dạng hạt để làm giảm cỡ hạt, hoặc

- trong đó trong đó việc xử lý cơ học bao gồm việc nghiền, xay, nghiền nhỏ, tác động mạnh, hoặc xử lý chất lưu dưới tác động cắt mạnh, hoặc sự kết hợp bất kỳ của chúng, hoặc

- trong đó silic oxit dạng hạt là silic oxit kết tủa hoặc silic oxit bốc khói hoặc silic oxit keo, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng, hoặc

- trong đó silic oxit dạng hạt là silic oxit có diện tích bề mặt BET nằm trong khoảng từ 20m²/g đến 450m²/g, hoặc

- trong đó latec thể đàn hồi là latec cao su tự nhiên, hoặc

- trong đó latec cao su tự nhiên dưới dạng mủ nước, latec cô đặc, latec đã tách cặn, latec đã được cải biến hóa học, latec đã được cải biến bằng enzym, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng, hoặc

- trong đó latec cao su tự nhiên dưới dạng latec cao su tự nhiên đã được epoxy hóa, hoặc - trong đó latec cao su tự nhiên dưới dạng latec cô đặc, hoặc

- còn bao gồm bước trộn hợp thể đàn hồi chứa silic oxit với thể đàn hồi bổ sung để tạo ra hỗn hợp trộn hợp thể đàn hồi.

Phương pháp sản xuất hợp chất cao su bao gồm các bước:

(a) thực hiện phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, và

(b) trộn hợp thể đàn hồi chứa silic oxit với các hợp phần khác để tạo ra hợp chất cao su, trong đó các hợp phần khác này bao gồm ít nhất một chất chống oxy hoá, lưu huỳnh, polyme khác với latec thể đàn hồi, chất xúc tác, dầu độn, nhựa, chất kết hợp, một hoặc nhiều hợp thể đàn hồi bổ sung, hoặc chất độn gia cường, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

Phương pháp sản xuất sản phẩm cao su được chọn từ lốp xe, sản phẩm đúc, bộ phận lắp, bạc đỡ, băng chuyền, chi tiết bịt kín, hoặc vỏ bọc, bao gồm các bước:

(a) thực hiện phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, và

(b) hóa hợp hợp thể đàn hồi chứa silic oxit với các hợp phần khác để tạo ra hợp chất, và

(c) lưu hóa hợp chất này để tạo ra sản phẩm cao su nêu trên.

Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, còn bao gồm thực hiện một hoặc nhiều bước xử lý thêm sau khi thu hồi hợp thể đàn hồi chứa silic oxit.

Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó bước xử lý thêm bao gồm ít nhất một trong số các bước sau:

a) làm mất nước hợp thể đàn hồi chứa silic oxit để thu được hỗn hợp đã được làm mất nước;

- b) trộn hoặc hóa hợp hỗn hợp đã được làm mất nước để thu được hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được hóa hợp;
- c) nghiền hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được hóa hợp để thu được hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được nghiền;
- d) tạo hạt hoặc trộn hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được nghiền;
- e) đóng bao hợp thể đàn hồi chứa silic oxit sau khi tạo hạt hoặc trộn để thu được hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được đóng bao;
- f) ép đùn hợp thể đàn hồi chứa silic oxit;
- g) cán hợp thể đàn hồi chứa silic oxit; và/hoặc
- h) tùy ý, phá vỡ hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được đóng bao và trộn với các hợp phần khác.

Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây:

- trong đó bước xử lý thêm bao gồm ít nhất bước cán hợp thể đàn hồi chứa silic oxit, hoặc
- trong đó bước xử lý thêm bao gồm ép hợp thể đàn hồi chứa silic oxit để loại bỏ từ 1% trọng lượng đến 15% trọng lượng chất lưu dạng nước pha gián đoạn, hoặc
- trong đó latec thể đàn hồi được cho tiếp xúc với ít nhất một chất làm mất ổn định là thể phân tán đã được làm mất ổn định silic oxit dạng hạt được kết hợp với latec thể đàn hồi, hoặc
- còn bao gồm bước cho dòng hợp thể đàn hồi chứa silic oxit ở dạng rắn hoặc nửa rắn tiếp xúc với ít nhất một chất làm mất ổn định, hoặc
- còn bao gồm bước thực hiện một hoặc nhiều bước sau với hợp thể đàn hồi chứa silic oxit ở dạng rắn hoặc nửa rắn:
 - a) chuyển hợp thể đàn hồi chứa silic oxit ở dạng rắn hoặc nửa rắn vào thùng chứa hoặc đồ chứa;
 - b) làm nóng hợp thể đàn hồi chứa silic oxit ở dạng rắn hoặc nửa rắn để làm giảm hàm lượng nước;

c) đưa hợp thể đàn hồi chứa silic oxit ở dạng rắn hoặc nửa rắn vào bể axit;

d) xử lý cơ học hợp thể đàn hồi chứa silic oxit ở dạng rắn hoặc nửa rắn để làm giảm hàm lượng nước, hoặc

- trong đó hợp thể đàn hồi chứa silic oxit là hợp thể đàn hồi chứa silic oxit nửa rắn, và phương pháp này còn bao gồm chuyển hóa hợp thể đàn hồi chứa silic oxit nửa rắn nêu trên thành hợp thể đàn hồi chứa silic oxit rắn, hoặc

- trong đó nửa rắn hợp thể đàn hồi chứa silic oxit được chuyển hóa thành hợp thể đàn hồi chứa silic oxit rắn bằng cách xử lý bằng chất lưu dạng nước chứa ít nhất một axit, hoặc ít nhất một muối, hoặc hỗn hợp của ít nhất một axit và ít nhất một muối, hoặc

- trong đó chất lưu thứ hai chứa hỗn hợp trộn hợp của hai hoặc nhiều latec đàn hồi khác nhau, hoặc

- trong đó quy trình còn bao gồm tạo ra một hoặc nhiều chất lưu bổ sung và kết hợp một hoặc nhiều chất lưu bổ sung với dòng chất lưu thứ nhất và dòng chất lưu thứ hai, trong đó một hoặc nhiều chất lưu bổ sung bao gồm một hoặc nhiều chất lưu latec thể đàn hồi, và chất lưu bổ sung là giống hoặc khác với latec thể đàn hồi có mặt trong nêu trên dòng chất lưu thứ hai.

Sáng chế có thể bao gồm sự kết hợp bất kỳ của các dấu hiệu khác nhau này hoặc các phương án nêu trên và/hoặc ở dưới như được nêu trong câu và/hoặc đoạn bất kỳ của bản mô tả. Sự kết hợp bất kỳ của các dấu hiệu được nêu trong bản mô tả được xem là một phần của sáng chế và không chỉ giới hạn ở các dấu hiệu có thể kết hợp được này.

Người nộp đơn đưa toàn bộ nội dung của các tài liệu tham khảo vào trong bản mô tả này. Ngoài ra, khi hàm lượng, nồng độ, hoặc trị số hoặc thông số khác được thể hiện trong khoảng, khoảng được ưu tiên, hoặc danh sách các trị số thích hợp cao hơn và các trị số thích hợp thấp hơn, thì cần phải hiểu rằng toàn bộ khoảng được bộc lộ một cách cụ thể được tạo ra từ cặp bất kỳ của khoảng giới hạn cao hơn bất kỳ hoặc trị số được ưu tiên và khoảng giới hạn thấp hơn bất kỳ hoặc trị số được ưu tiên, cho dù các khoảng này được bộc lộ một cách cụ thể. Khi khoảng trị số được

nêu trong bản mô tả này, trừ khi có quy định khác, thì khoảng này được dùng để bao gồm cả các đầu mút của nó, và toàn bộ các số nguyên và phân số nằm trong khoảng này. Điều này không có nghĩa là phạm vi của sáng chế chỉ giới hạn cho các trị số cụ thể được nêu khi xác định khoảng này.

Sáng chế theo các phương án khác sẽ được các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này hiểu rõ khi xem xét bản mô tả này và phần ví dụ thực hiện sáng chế được bộc lộ trong bản mô tả này. Điều được dự liệu là bản mô tả và các ví dụ chỉ nhằm mục đích minh họa cùng với phạm vi và ý tưởng của sáng chế được thể hiện bằng Yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi chứa silic oxit bao gồm các bước:
 - (a) tạo ra dòng liên tục dưới áp suất của ít nhất một chất lưu thứ nhất chứa thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định và dòng liên tục của ít nhất một chất lưu thứ hai chứa latec thể đàn hồi;
 - (b) tạo ra lưu lượng tính theo thể tích của chất lưu thứ nhất tương ứng với lưu lượng tính theo thể tích của chất lưu thứ hai để tạo ra a hàm lượng silic oxit nằm trong khoảng từ 15 phr đến 180 phr (phr: phần trọng lượng cho 100 phần trọng lượng cao su) trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit;
 - (c) kết hợp dòng chất lưu thứ nhất và dòng chất lưu thứ hai với động năng đủ để phân bố silic oxit trong latec thể đàn hồi để thu được dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn .
2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn nêu trên tạo ra trong thời gian hai giây hoặc nhanh hơn sau khi kết hợp dòng chất lưu thứ nhất với dòng chất lưu thứ hai.
3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn nêu trên tạo ra trong thời gian nằm trong khoảng từ 50 miligiây đến 1500 miligiây sau khi kết hợp dòng chất lưu thứ nhất với dòng chất lưu thứ hai.
4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất lưu thứ nhất ở bước (a) còn chứa ít nhất một muối.
5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất lưu thứ nhất ở bước (a) còn chứa ít nhất một axit.
6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn chứa nước hoặc chất lưu dạng nước với lượng nằm trong khoảng từ 40% trọng lượng đến 95% trọng lượng.

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước kết hợp xảy ra trong vùng phản ứng có thể tích nằm trong khoảng từ 10mL đến 500mL.
8. Phương pháp theo điểm 1, trong đó lưu lượng tính theo thể tích tương đối tương ứng với tỷ lệ lưu lượng tính theo thể tích giữa chất lưu thứ nhất và chất lưu thứ hai nằm trong khoảng từ 0,4:1 đến 3,2:1.
9. Phương pháp theo điểm 1, trong đó lưu lượng tính theo thể tích tương đối tương ứng với tỷ lệ lưu lượng tính theo thể tích giữa chất lưu thứ nhất và chất lưu thứ hai nằm trong khoảng từ 0,2:1 đến 2,8:1.
10. Phương pháp theo điểm 1, trong đó lưu lượng tính theo thể tích tương đối tương ứng với tỷ lệ lưu lượng tính theo thể tích giữa chất lưu thứ nhất và chất lưu thứ hai nằm trong khoảng từ 0,4:1 đến 3,2:1, và thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định nêu trên chứa ít nhất một muối.
11. Phương pháp theo điểm 1, trong đó lưu lượng tính theo thể tích tương đối tương ứng với tỷ lệ lưu lượng tính theo thể tích giữa chất lưu thứ nhất và chất lưu thứ hai nằm trong khoảng từ 0,2:1 đến 2,8:1, và thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định nêu trên chứa ít nhất một axit.
15. Phương pháp theo điểm 1, trong đó latec thể đàn hồi bao gồm bazo, thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định nêu trên chứa ít nhất một axit, và tỷ lệ mol giữa các ion hydro trong axit nêu trên trong chất lưu thứ nhất và bazo trong chất lưu thứ hai nằm trong khoảng từ 1 đến 4,5.
16. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định nêu trên chứa ít nhất một axit, và trong đó latec thể đàn hồi có mặt trong chất lưu thứ hai có nồng độ amoniac nằm trong khoảng từ 0,3% trọng lượng đến 0,7% trọng lượng tính theo trọng lượng của latec thể đàn hồi, và tỷ lệ mol giữa các ion hydro trong axit nêu trên trong chất lưu thứ nhất và amoniac trong chất lưu thứ hai ít nhất là 1:1.

17. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hàm lượng silic oxit của hợp thể đàn hồi chứa silic oxit nằm trong khoảng từ 35 phr đến 115 phr.
18. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hàm lượng silic oxit của hợp thể đàn hồi chứa silic oxit nằm trong khoảng từ 40 phr đến 115 phr.
19. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định chứa silic oxit với lượng nằm trong khoảng từ 6% trọng lượng đến 35% trọng lượng .
20. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định chứa silic oxit với lượng nằm trong khoảng từ 10% trọng lượng đến 28% trọng lượng.
21. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước thu hồi pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn ở áp suất môi trường.
22. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất lưu thứ nhất chứa thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định có điện thế zeta nhỏ hơn 30mV.
26. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định nêu trên chứa ít nhất một muối, trong đó nồng độ ion của muối trong thể phân tán đã được làm mất ổn định nêu trên nằm trong khoảng từ 10 mM đến 160 mM.
27. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định nêu trên chứa ít nhất một muối, trong đó muối này có mặt trong thể phân tán đã được làm mất ổn định nêu trên với lượng nằm từ 0,2% trọng lượng đến 2% trọng lượng tính theo trọng lượng của thể phân tán đã được làm mất ổn định này.
28. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định nêu trên chứa ít nhất một axit, trong đó axit này có mặt trong thể phân tán đã được làm mất ổn định nêu trên với lượng nằm từ 0,8% trọng lượng đến 7,5% trọng lượng tính theo trọng lượng của thể phân tán đã được làm mất ổn định này.

29. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định nêu trên chứa ít nhất một axit, trong đó nồng độ axit trong thể phân tán đã được làm mất ổn định nêu trên nằm trong khoảng từ 200 mM đến 1000 mM.
30. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước (c) được thực hiện với dòng liên tục của chất lưu thứ nhất ở vận tốc A và dòng liên tục của chất lưu thứ hai ở vận tốc B, và vận tốc A nhanh hơn vận tốc B ít nhất 2 lần.
31. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước (c) được thực hiện trong vùng phản ứng bán giới hạn và chất lưu thứ nhất có vận tốc đủ để gây ra sự tạo bọt trong vùng phản ứng khi kết hợp với chất lưu thứ hai.
32. Phương pháp theo điểm 31, trong đó chất lưu thứ hai có vận tốc đủ để tạo ra dòng chảy rối.
33. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thể phân tán silic oxit nêu trên chứa silic oxit đã được cải biến bề mặt có các nhóm bề mặt kỵ nước.
34. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất lưu thứ nhất là chất lưu dạng nước.
35. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất lưu thứ nhất là chất lưu dạng nước và chứa silic oxit với lượng nằm trong khoảng từ 6% trọng lượng đến 35% trọng lượng.
36. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất lưu thứ nhất là chất lưu dạng nước, còn chứa ít nhất một muối, và ít nhất một axit.
37. Phương pháp theo điểm 1, trong đó muối than có mặt trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit với lượng nằm từ 10% trọng lượng đến 0,1% trọng lượng tính theo tổng các hạt có mặt trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit.
39. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước làm mất ổn định thể phân tán silic oxit bằng cách làm giảm độ pH của thể phân tán silic oxit để tạo ra thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định đã được tạo ra ở bước (a).

40. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước làm mất ổn định thể phân tán silic oxit bằng cách làm giảm độ pH của thể phân tán silic oxit đến độ pH nằm trong khoảng từ 2 đến 4 để tạo ra thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định đã được tạo ra ở bước (a).
41. Phương pháp theo điểm 1, trong đó silic oxit có bề mặt ưa nước.
42. Phương pháp theo điểm 1, trong đó silic oxit nêu trên là oxit có khả năng phân tán cao (HDS).
44. Phương pháp theo điểm 5, trong đó axit nêu trên là axit axetic, axit formic, axit xitric, axit phosphoric, hoặc axit sulfuric, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.
46. Phương pháp theo điểm 5, trong đó axit nêu trên có trọng lượng phân tử hoặc trọng lượng phân tử trung bình nhỏ hơn 200.
47. Phương pháp theo điểm 4, trong đó muối nêu trên bao gồm ít nhất một muối kim loại nhóm 1, 2, hoặc 13.
48. Phương pháp theo điểm 4, trong đó muối nêu trên là muối canxi, muối magie, hoặc muối nhôm, hoặc hỗn hợp của chúng.
49. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước xử lý cơ học silic oxit để làm giảm cỡ hạt.
51. Phương pháp theo điểm 1, trong đó silic oxit là silic oxit kết tủa hoặc silic oxit bốc khói hoặc silic oxit keo, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.
52. Phương pháp theo điểm 1, trong đó silic oxit nêu trên có diện tích bề mặt BET nằm trong khoảng từ $20\text{m}^2/\text{g}$ đến $450\text{m}^2/\text{g}$.
53. Phương pháp theo điểm 1, trong đó latec thể đàn hồi nêu trên là latec cao su tự nhiên.

54. Phương pháp theo điểm 53, trong đó latec cao su tự nhiên nêu trên dưới dạng a mủ nước, latec cô đặc, latec đã tách cặn, latec đã được cải biến hóa học, latec đã được cải biến bằng enzym, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.
55. Phương pháp theo điểm 53, trong đó latec cao su tự nhiên nêu trên dưới dạng latec cao su tự nhiên đã được epoxy hóa.
56. Phương pháp theo điểm 53, trong đó latec cao su tự nhiên dưới dạng latec cô đặc.
57. Phương pháp theo điểm 1, còn bao gồm bước trộn hợp thể đàn hồi chứa silic oxit với thể đàn hồi bổ sung để tạo ra hỗn hợp trộn hợp hợp thể đàn hồi.
58. Phương pháp sản xuất hợp chất cao su bao gồm các bước:
- (a) thực hiện phương pháp theo điểm 1, và
 - (b) trộn hợp hợp thể đàn hồi chứa silic oxit với các hợp phần khác để tạo ra hợp chất cao su, trong đó các hợp phần khác này bao gồm ít nhất một chất chống oxy hoá, lưu huỳnh, polyme khác với latec thể đàn hồi, chất xúc tác, dầu độn, nhựa, chất kết hợp, một hoặc nhiều hợp thể đàn hồi bổ sung, hoặc chất độn gia cường, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.
59. Phương pháp sản xuất sản phẩm cao su được chọn từ lớp xe, sản phẩm đúc, bộ phận lắp, bạc đỡ, băng chuyền, chi tiết bịt kín, hoặc vỏ bọc, bao gồm các bước:
- (a) thực hiện phương pháp theo điểm 1, và
 - (b) hóa hợp hợp thể đàn hồi chứa silic oxit với các hợp phần khác để tạo ra hợp chất, và
 - (c) lưu hóa hợp chất này để tạo ra sản phẩm cao su nêu trên.
60. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm việc thực hiện một hoặc nhiều bước xử lý thêm sau khi thu hồi hợp thể đàn hồi chứa silic oxit.
61. Phương pháp theo điểm 60, trong đó các bước xử lý thêm là ít nhất một trong số các bước:

- a) làm mất nước hợp thể đàn hồi chứa silic oxit để thu được hỗn hợp đã được làm mất nước;
- b) trộn hoặc hóa hợp hỗn hợp đã được làm mất nước để thu được hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được hóa hợp;
- c) nghiền hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được hóa hợp để thu được hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được nghiền;
- d) tạo hạt hoặc trộn hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được nghiền;
- e) đóng bao hợp thể đàn hồi chứa silic oxit sau khi tạo hạt hoặc trộn để thu được hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được đóng bao;
- f) ép đùn hợp thể đàn hồi chứa silic oxit;
- g) cán hợp thể đàn hồi chứa silic oxit; và/hoặc
- h) tùy ý, phá vỡ hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được đóng bao này và trộn với các hợp phần khác.

62. Phương pháp theo điểm 60, trong đó bước xử lý thêm bao gồm ít nhất bước cán hợp thể đàn hồi chứa silic oxit.

63. Phương pháp theo điểm 60, trong đó bước xử lý thêm bao gồm bước ép dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn để loại bỏ từ 1% trọng lượng đến 15% trọng lượng chất lưu dạng nước có chứa trong đó.

64. Phương pháp theo điểm 1, trong đó latec thể đàn hồi được cho tiếp xúc với ít nhất một chất làm mất ổn định là thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định được kết hợp với latec thể đàn hồi này.

65. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước cho dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn tiếp xúc với ít nhất một chất làm mất ổn định.

66. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước thực hiện một hoặc nhiều bước nêu dưới đây với pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn:

a) chuyển pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn vào thùng chứa hoặc đồ chứa;

b) làm nóng dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn để làm giảm hàm lượng nước;

c) pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn vào bể axit;

d) xử lý cơ học dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn để làm giảm hàm lượng nước.

67. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hợp thể đàn hồi chứa silic oxit nêu trên là dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng nửa rắn, và phương pháp này còn bao gồm bước chuyển hóa pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng nửa rắn thành pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn.

68. Phương pháp theo điểm 67, trong đó pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng nửa rắn được chuyển hóa thành pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn bằng cách xử lý bằng chất lưu dạng nước chứa ít nhất một axit, hoặc ít nhất một muối, hoặc hỗn hợp của ít nhất một axit và ít nhất một muối.

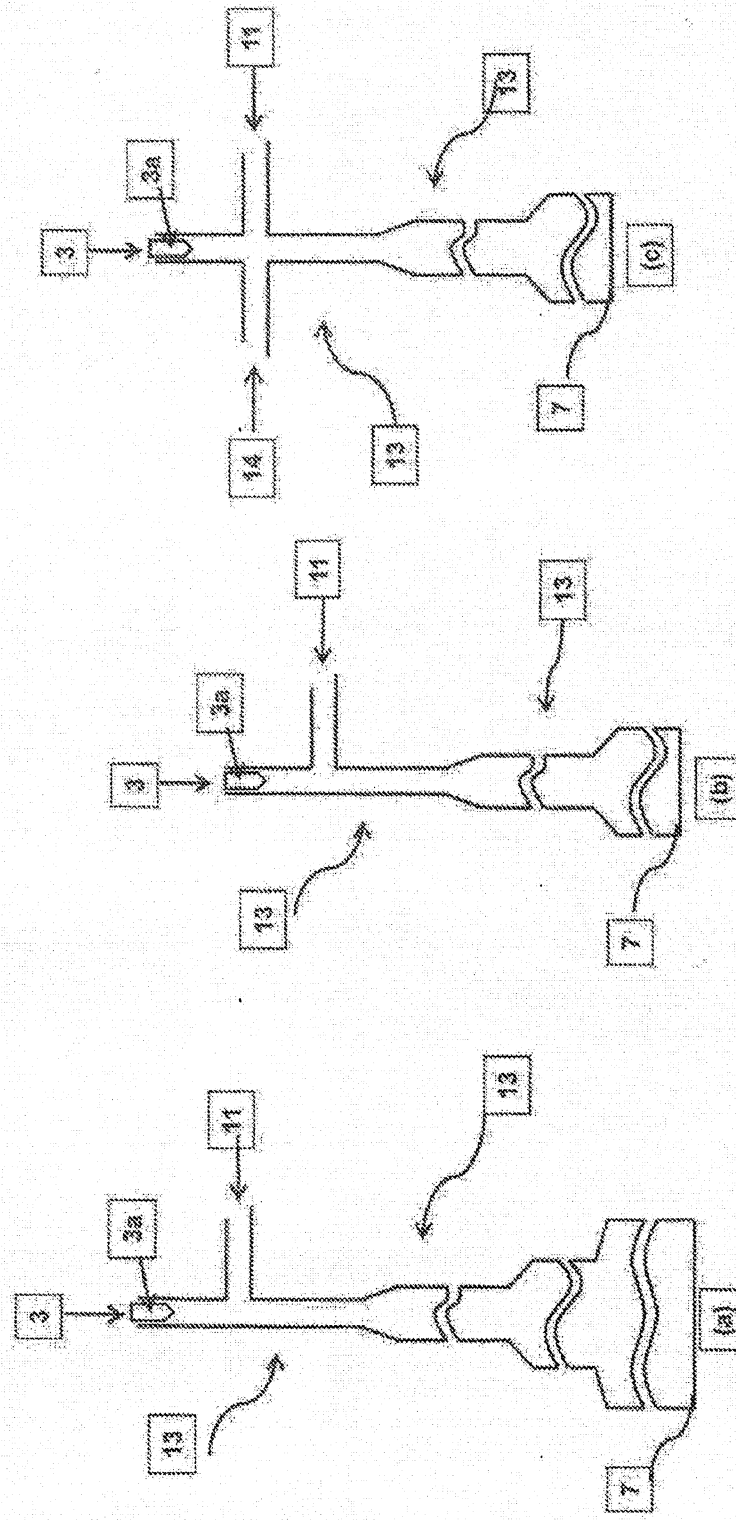
69. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất lưu thứ hai chứa hỗn hợp trộn hợp của hai hoặc nhiều latec đàn hồi khác nhau.

70. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước tạo ra một hoặc nhiều chất lưu bổ sung và kết hợp một hoặc nhiều chất lưu bổ sung với dòng chất lưu thứ nhất và dòng chất lưu thứ hai, trong đó một hoặc nhiều chất lưu bổ sung bao gồm một hoặc nhiều chất lưu latec thể đàn hồi, và các chất lưu bổ sung này là giống hoặc khác với latec đàn hồi có mặt trong dòng chất lưu thứ hai này.

71. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hàm lượng silic oxit của hợp thể đàn hồi chứa silic oxit nằm trong khoảng từ 35 phr đến 180 phr.

72. Sản phẩm có pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn bao gồm ít nhất 40 phần trên một trăm phần cao su (phr) của silic oxit được phân tán trong cao su tự nhiên và ít nhất 40% trọng lượng chất lưu dạng nước, và có kích thước chiều dài

(L), trong đó sản phẩm có pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn có thể được kéo giãn đến 130-150% (L) mà không đứt.



Vùng phản ứng của quy trình B

Vùng phản ứng của quy trình A

FIG. 1

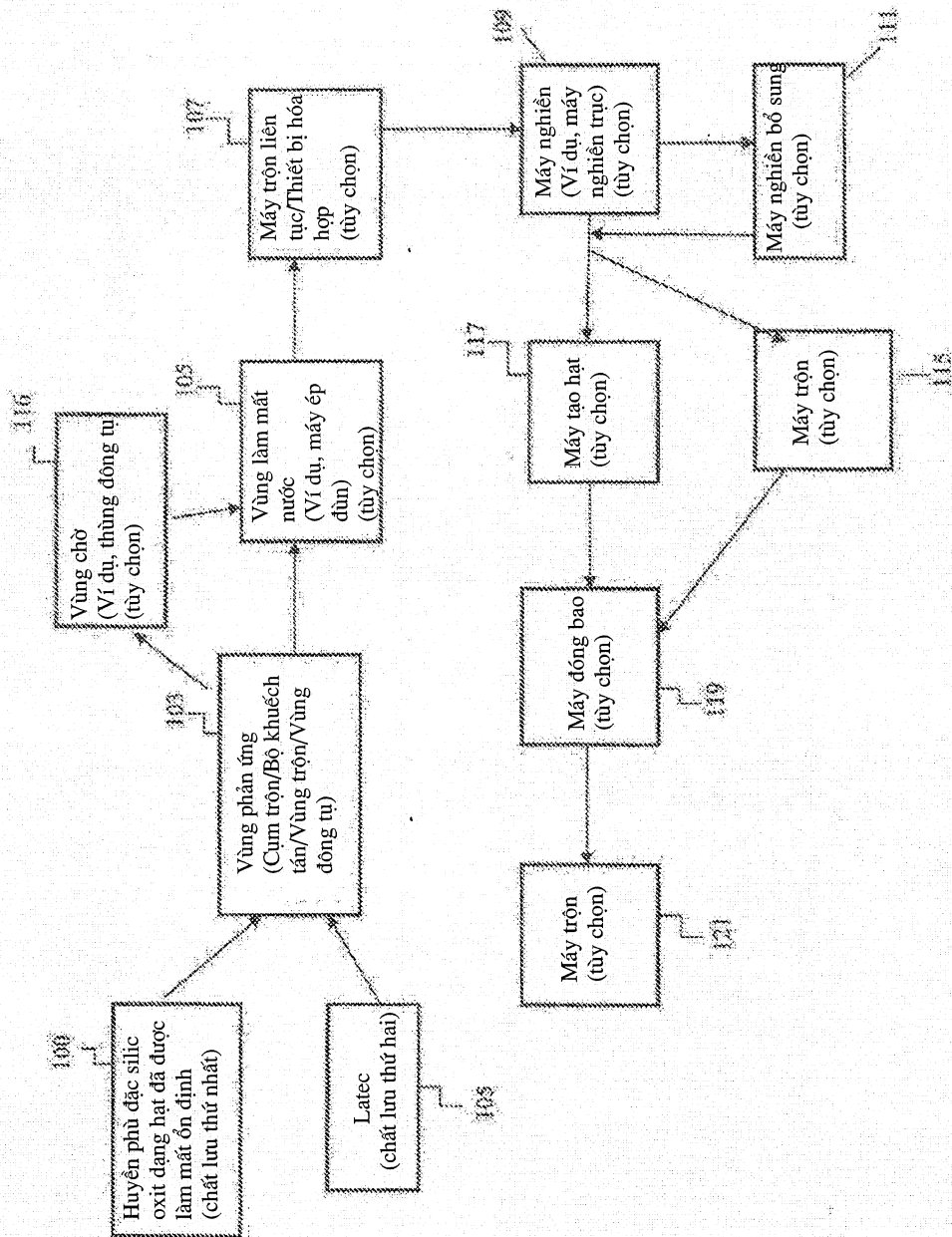


FIG. 2