(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) **1-0048632**

(51)[8] **C08J 3/215**; C08J 5/00

(13) **B**

(21) 1-2018-00685 (22) 13/07/2016
(86) PCT/US2016/042109 13/07/2016 (87) WO2017/011566 19/01/2017
(30) 62/192,891 15/07/2015 US; 62/294,599 12/02/2016 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); MORRIS Michael D. (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 VÀ MUỘI THAN DẠNG RẮN

(21) 1-2018-00685

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi chứa silic oxit và muội than bằng thể phân tán đã được làm mất ổn định chứa silic oxit được mô tả trong phân mô tả, cùng với các hợp thể đàn hồi được gia cường bằng vật liệu dạng hạt được tạo ra bởi phương pháp này. Các lợi ích đạt được bằng phương pháp này cũng được mô tả. 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 và muội than dạng rắn cũng được đề xuất.

Lĩnh vực kỹ thuật được dề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất các hợp thể đàn hồi được gia cường bằng vật liệu dạng hạt. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến hợp thể đàn hồi được gia cường bằng vật liệu dạng hạt được tạo ra bởi phương pháp sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhiều sản phẩm có giá trị thương mại được làm từ các hỗn hợp đàn hồi trong đó chất độn dạng hạt được phân tán trong hợp thể đàn hồi tổng hợp bất kỳ, cao su thiên nhiên và hỗn hợp trộn thể đàn hồi khác nhau. Muội than và silic oxit, ví dụ, được sử dụng rộng rãi làm chất gia cường trong cao su thiên nhiên và các thể đàn hồi khác. Người ta thường tạo ra hỗn hợp gốc, tức là hỗn hợp sơ chế chứa chất gia cường, thể đàn hồi, và các chất phụ gia tuỳ chọn khác nhau, như dầu độn. Nhiều sản phẩm có giá trị thương mại được làm từ các hỗn hợp đàn hồi như vậy. Các sản phẩm này bao gồm, ví dụ, lốp xe trong đó các hỗn hợp đàn hồi khác nhau có thể được sử dụng cho phần ta lông, vách bên, phần bọc tanh và mành lốp. Các sản phẩm khác bao gồm, ví dụ, vòng đệm đỡ chân đế động cơ, băng tải, thanh gạt nước, chi tiết bịt kín, bạc đỡ, bánh xe, đệm giảm va, và các bộ phân tương tự.

Khả năng phân tán tốt của chất gia cường dạng hạt trong các hợp chất cao su thiên nhiên đôi khi đã được coi là một trong số các dấu hiệu quan trọng nhất để đạt được chất lượng tốt và tính năng sản phẩm bền vững, và đã có các nỗ lực đáng kể nhằm phát triển các phương pháp cải thiện chất lượng phân tán. Hỗn hợp gốc và các công đoạn trộn khác có ảnh hưởng trực tiếp đến hiệu quả trộn và chất lượng phân tán. Nói chung, ví dụ, khi muội than được dùng để gia cường cao su, sự phân tán vĩ mô muội than đạt yêu cầu thường có thể đạt được đối với hỗn hợp gốc được trộn khô. Tuy nhiên, với các quy trình trộn khô khó có thể có được sự phân tán đồng nhất với chất lượng cao của silic oxit, và các giải pháp khác nhau đã và đang được đưa ra nhằm giải quyết vấn đề này trong công nghiệp, như silic oxit kết tủa dưới dạng "silic

oxit có khả năng phân tán cao" hoặc hạt dễ chảy "HDS". Việc trộn mạnh hơn có thể cải thiện sự phân tán silic oxit, nhưng cũng có thể làm thoái biến thể đàn hồi có chất độn này được phân tán trong nó. Vấn đề này đặc biệt khó giải quyết trong trường hợp cao su thiên nhiên, bởi vì nó dễ thoái biến do nhiệt/cơ học.

Ngoài ra kỹ thuật trộn khô, đã biết kỹ thuật cấp latec đàn hồi hoặc dung dịch polyme và huyền phù đặc muội than hoặc silic oxit vào thùng có khuấy. Kỹ thuật "trộn ướt" như vậy có thể sử dụng được với latec cao su thiên nhiên và các thể đàn hồi tổng hợp đã được nhũ hoá, như cao su styren butađien (SBR). Tuy nhiên, mặc dù kỹ thuật trộn ướt này đã được chứng minh là phù hợp với chất độn là muội than, song khi chất độn là silic oxit, đã có những vấn đề cần phải giải quyết đối với kỹ thuật trộn ướt này để có thể có được hợp thể đàn hồi đạt yêu cầu. Các kỹ thuật đặc biệt để sản xuất hỗn hợp gốc, như phương pháp đã được đề xuất trong patent Mỹ số 6,048,923, là không có hiệu quả để sản xuất các hợp thể đàn hồi sử dụng chất gia cường chủ yếu hoặc duy nhất là các hạt silic oxit.

Do đó, cần đến việc cải thiện các phương pháp hợp nhất silic oxit và muội than 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 và muội than, mà vẫn có được các hợp thể đàn hồi được gia cường bằng vật liệu dạng hạt 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 và muội than trong quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt tạo ra hợp thể đàn hồi được gia cường bằng vật liệu dạng hạt.

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, nhưng không chỉ giới hạn ở, việc

sử dụng chất lưu chứa latec đàn hồi, và việc sử dụng một chất lưu bổ sung chứa thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định dạng hạt và muội than. ''Chất lưu bổ sung'' được cung cấp dưới dạng: i) hai dòng bao gồm một dòng thể phân tán chứa muội than và một dòng thể phân tán đã được làm mất ổn định chứa silic oxit; hoặc ii) một dòng đơn bao gồm thể phân tán chứa muội than và thể phân tán đã được làm mất ổn định chứa silic oxit; hoặc iii) thể phân tán đã được làm mất ổn định chứa silic oxit và muội than. Hai chất lưu này được kết hợp với nhau trong các điều kiện dòng liên tục và với các vận tốc được chọn. Việc kết hợp này là để sao cho silic oxit và muội than được phân tán trong latec đàn hồi và, song song (hoặc gần như song song), latec đàn hồi này được biến đổi từ một chất lỏng sang một hợp thể đàn hồi dạng rắn hoặc nửa rắn, như thành một pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn. Điều này có thể xảy ra, ví dụ, trong khoảng hai giây hoặc nhanh hơn như dưới một giây, do một chất lưu này tác động với chất lưu kia với năng lượng đủ để gây ra sự phân bố đồng đều và trộn nhuyễn của các hạt silic oxit và muội than trong thể đàn hồi. Việc sử dụng thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định trong quy trình sản xuất hỗn hợp gốc này cho phép tạo ra hợp thể đàn hồi có các tính chất mong muốn.

Sáng chế cũng đề cập đến các hợp thể đàn hồi được tạo ra bởi một hoặc nhiều quy trình bất kỳ theo sáng chế. Sáng chế cũng đề cập đến các sản phẩm làm từ hoặc chứa (các) hợp thể đàn hồi theo sáng chế.

Cần phải hiểu rằng cả phần mô tả chung trên đây lẫn phần mô tả chi tiết nêu dưới đây chỉ được đưa ra làm ví dụ và chỉ nhằm mục đích minh họa và được dùng để giải thích thêm sáng chế như được yêu cầu bảo hộ.

Các hình vẽ kèm theo, được đưa vào và cấu thành một phần của bản mô tả, minh họa các dấu hiệu khác nhau của sáng chế và, cùng với phần mô tả để giải thích bản chất của sáng chế.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1(a), Fig.1(b), và Fig.1(c) là các hình vẽ dạng sơ đồ minh họa các thiết bị trộn được đưa ra làm ví dụ có thể được sử dụng theo sáng chế, và chúng đã được sử dụng trong một số ví dụ.

Fig.2 là hình vẽ dạng sơ đồ công nghệ minh họa các bước xử lý có thể được sử dụng để tạo ra hợp thể đàn hồi theo các phương án của sáng chế và để tạo ra hợp chất cao su bằng các hợp thể đàn hồi này.

Fig.3, Fig.4, Fig.5, Fig.6 và Fig.7 là các sơ đồ khối thể hiện các bước khác nhau có thể thực hiện để tạo ra thể phân tán chứa silic oxit và muội than để sử dụng trong các thiết bị trộn có thể được sử dụng theo sáng chế.

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 muội 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 tiến hành trong vùng phản ứng bán giới hạn, như buồng trộn hình ống hoặc buồng trộn khác của thiết bị thích hợp để tiến hành quy trình như vậy có kiểm soát các thông số lưu lượng tính theo thể tích và vận tốc, khiến cho có các tính chất có lợi mà sẽ không thể đạt được nếu như không áp dụng một cách có chọn lọc và có tính chiến lược đặc biệt đối với silic oxit. Như được giải thích một cách chi tiết trong phần mô tả, thuật ngữ "chọn lọc" được dùng theo sáng chế cùng với thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định. Với thuật ngữ "có tính chiến lược", sáng chế chỉ việc sử dụng ít nhất hai chất lưu tách biệt, một chất lưu chứa latec đàn hồi, và chất lưu kia chứa thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định và muội than. Hai chất lưu này có thể được bơm hoặc được chuyển vào vùng phản ứng, như vùng phản ứng bán giới hạn. Hai chất lưu này có thể được kết hợp trong các điều kiện dòng liên tục, và với các điều kiện lưu lượng tính theo thể tích và vận tốc được chọn. Việc kết hợp dưới áp suất cùng với các điều kiện vận tốc chênh lệch được chọn có đủ năng lượng để cho silic oxit và muội than có thể được phân bố trong hai giây hoặc nhanh hơn, như trong vài miligiây, trong latec đàn hồi, và latec đàn hồi này được biến đổi từ một chất lỏng sang pha rắn, như thành hợp thể đàn hồi được gia cường bằng vật liệu dạng hạt dưới dạng pha cao su liên tục chứa muội than và silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi chứa silic oxit, bao gồm, chủ yếu gồm, gồm có hoặc gồm các bước:

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

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

(c) kết hợp dòng chất lưu thứ nhất và dòng chất lưu thứ hai (ví dụ, trong vùng phản ứng bán giới hạn) với sự tác động đủ để phân bố silic oxit và muội than trong latec đàn hồi, để tạo ra dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn hoặc nửa rắn. Phương pháp này làm biến đổi latec đàn hồi từ một chất lỏng thành dòng pha cao su liên tục chứa muội than và silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn. Pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than có thể được thu hồi dưới dạng dòng gần như liên tục của pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn hoặc nửa rắn. Với (a) chất lưu thứ nhất, chất lưu thứ nhất này có thể được cung cấp dưới dạng i) hai dòng bao gồm một dòng thể phân tán chứa muội than và một dòng thể phân tán đã được làm mất ổn định chứa silic oxit; hoặc ii) một dòng đơn bao gồm thể phân tán chứa muội than và thể phân tán đã được làm mất ổn định chứa silic oxit; hoặc iii) thể phân tán đã được làm mất ổn định bao gồm silic oxit và muội than. Các chi tiết và/hoặc các phương án khác đối với các phương pháp theo sáng chế được mô tả dưới đây. Ngoài ra, các biến thể khác của i), ii), và iii) cũng được mô tả một cách chi tiết ở dưới.

Khi được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "silic oxit" để chỉ silic đioxit dạng hạt, hoặc hạt có lớp bọc silic đioxit, và bao gồm silic oxit kết tủa ở dạng bất kỳ, như hạt có khả năng phân tán cao (HDS), không kém phân tán, kết tập silic oxit và các hạt silic oxit; silic oxit keo; silic oxit hun khói; và sự kết hợp bất kỳ của chúng. Silic đioxit hoặc hạt có lớp bọc silic đioxit này có thể được xử lý hóa để bao gồm các nhóm chức được liên kết (được gắn (ví dụ, được gắn bằng liên kết hóa học) hoặc được bám dính (ví dụ, được hấp phụ)) lên bề mặt silic oxit. Do vậy, thuật ngữ "silic oxit" bao gồm hạt bất kỳ có bề mặt chủ yếu gồm silic oxit hoặc silic oxit có các nhóm chức đã được liên kết hoặc gắn vào nó.

Khi được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "thể phân tán" để chỉ huyền phù ổn định của các hạt rắn 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.

Điện thế zeta được dùng để đánh giá độ ổn định của các hạt mang điện, như các hạt silic oxit, được phân tán trong một chất lưu. Số đo điện thế zeta có thể là một biến số, ví dụ, +/-2mV, và khi được sử dụng trong bản mô tả, trị số điện thế zeta dùng để chỉ giá trị tuyệt đối của chỉ số này, ví dụ, trị số điện thế zeta âm 30mV có độ lớn hơn so với trị số điện thế zeta âm 10mV.

Khi được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "thể phân tán đã được làm mất ổn định" để chỉ huyền phù của các hạt rắn trong chất lưu dạng nước trong đó điện tích ở bề mặt của hạt đã được khử nhờ sự có mặt của một tác nhân, hoặc bằng cách xử lý các hạt rắn này, và, khác biệt ở chỗ, trị số điện thế zeta nhỏ hơn 30mV, hoặc hơn tốt hơn là điện thế zeta nhỏ hơn 28mV hoặc nhỏ hơn 25mV. Chất lưu dạng nước có thể là nước, chất lưu dễ trộn lẫn với nước (ví dụ, rượu hoặc ete), chất lưu dễ trộn lẫn một phần với nước, hoặc hỗn hợp của các chất lưu chứa ít nhất một chất lưu dễ trộn lẫn với nước hoặc chất lưu dễ trộn lẫn một phần với nước.

Khi được sử dụng trong bản mô tả, các thuật ngữ "huyền phù đặc silic oxit" và "thể phân tán" để chỉ thể phân tán silic oxit (nó cũng có thể bao gồm muội than) trong chất lưu dạng nước, trong đó điện tích ở bề mặt của silic oxit ngăn ngừa sự kết tụ hạt và thể phân tán này, khác biệt bởi trị số điện thế zeta với cường độ ít nhất là 30mV. Thể phân tán hoặc huyền phù đặc silic oxit có thể được làm mất ổn định bằng cách xử lý bằng (các) tác nhân, hoặc bằng cách xử lý silic oxit, để khử điện tích trên bề mặt của silic oxit và huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định thu được (hoặc thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định), khác biệt ở chỗ, trị số điện thế zeta nhỏ hơn 30mV.

Khi được sử dụng trong bản mô tả, các thuật ngữ "đồng nhất" và "một cách đồng nhất" được dùng để chỉ, với nghĩa thông thường trong lĩnh vực kỹ thuật này, nồng độ của một hợp phần, ví dụ, chất độn dạng hạt, trong một phân đoạn nhất định hoặc hoặc hàm lượng tính theo phần trăm (ví dụ 5%) của một thể tích là giống (ví dụ, trong khoảng 2%) như nồng độ của hợp phần này trong tổng thể tích của vật liệu được đề cập đến, ví dụ, hợp thể đàn hồi hoặc thể phân tán. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ có thể xác nhận tính đồng nhất về mặt thống kê của vật liệu, nêu cần, bằng cách đo nồng độ của hợp phần này nhờ

sử dụng một vài mẫu lấy từ các vị trí khác nhau (ví dụ, nằm sát bề mặt hoặc sâu hơn trong khối chất).

Khi được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "hợp thể đàn hồi chứa silic oxit" để chỉ hỗn hợp gốc (hỗn hợp trộn trước gồm chất gia cường (nó có thể bao gồm muội than), thể đàn hồi, và các chất phụ gia tuỳ chọn khác nhau, như dầu độn) của cao su kết dính chứa một lượng chất gia cường (ví dụ, nằm trong khoảng từ 15phr đến 180phr) là silic oxit phân tán. Hợp thể đàn hồi chứa silic oxit có thể chứa các hợp phần tuỳ ý khác như axit, muối, chất chống oxy hoá, chất chống lão hoá, chất kết hợp, các lượng nhỏ (ví dụ, 10% khối lượng hoặc ít hơn của toàn bộ hạt) của các hạt khác, chất bổ trợ gia công, và/hoặc dầu độn, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

Khi được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn" hoặc "pha cao su liên tục chứa vật liệu dạng hạt" để chỉ hợp thể có pha cao su liên tục và pha phân tán một cách đồng nhất của các hạt gia cường (ví dụ, silic oxit và muội than) và, ví dụ, chất lưu dạng nước lên tới 90% khối lượng. Pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn có thể ở dưới dạng dây hoặc xoắn liên tục. Khi được ép, các sản phẩm này giải phóng nước. Pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn có thể chứa các hợp phần tuỳ ý khác như axit, muối, chất chống oxy hoá, chất kết hợp, các lượng nhỏ của các hạt khác (ví dụ, 10% khối lượng hoặc ít hơn của toàn bộ hạt), và/hoặc dầu gia công, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

Khi được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng nửa rắn" để chỉ hợp thể có độ đặc giống như bột nhão, có pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than. Sản phẩm nửa rắn này có pha liên tục là cao su, cùng với silic oxit và muội than đã được giữ lại được phân bố một cách đều khắp trong pha cao su. Pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng nửa rắn duy trì tính kết dính và đuổi nước, đồng thời duy trì hàm lượng chất rắn, khi được gia công trong một hoặc nhiều công đoạn sau đó được chọn để chuyển hoá vật liệu dạng gel hoặc dạng bột nhão thành pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn.

Khi được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ vật liệu "kết dính" là vật liệu tồn tại ở dạng gần như đồng nhất đã được tạo ra bằng cách kết dính nhiều phần

nhỏ hơn, như khối rắn, đàn hồi của cao su được tạo ra bằng cách kết dính nhiều hạt cao su nhỏ với nhau.

Khi được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "dòng liên tục" chỉ dòng chảy ổn định hoặc liên tục của một chất lưu mà không có sự gián đoạn từ nguồn cung cấp (ví dụ, thùng chứa). Tuy nhiên, cần phải hiểu rằng sự gián đoạn nhất thời (ví dụ, một giây hoặc vài phút) của dòng này vẫn có thể được xem là dòng liên tục (ví dụ, như khi chuyển đổi nguồn cung cấp từ các khu vực cung cấp khác nhau, như các thùng chứa hoặc vật chứa tương tự, hoặc dừng dòng chảy để nối vào các quy trình ở các bộ phận nằm sau hoặc để bảo dưỡng thiết bị).

Fig.3, Fig.4, Fig.5, Fig.6 và Fig.7 đưa ra các ví dụ khác nhau về các quy trình có thể được sử dụng để tạo ra thể phân tán đã được làm mất ổn định có chứa silic oxit cùng với muội than. Các quy trình được lấy làm ví dụ này là không bao trùm toàn bộ các quy trình khác nhau có thể được thực hiện bằng cách sử dụng các phương pháp theo sáng chế. Trên Fig.3, muội than 300 (ví dụ ở dạng viên tròn hoặc dạng hạt) được kết hợp với nước hoặc chất lưu dạng nước 302 để tạo ra huyền phù đặc muội than 306. Sau đó, huyền phù đặc muội than này có thể được đưa vào một hoặc nhiều bước khuấy và/hoặc nghiền và/hoặc nghiền vụn và/hoặc (các) bước xử lý cơ học khác, các bước xử lý phi cơ học khác như được biểu thị bởi khối 310. Các bước được ký hiệu bằng các đường nét đứt trên các hình vẽ là các quy trình hoặc bước tuỳ chọn có thể được sử dụng. Nói chung, bằng một hoặc nhiều bước xử lý 310, huyền phù đặc muội than 314 là huyền phù đặc muội than được phân tán một cách đồng đều hầu như không có hạt kết tụ lớn được tạo ra. Song song với các bước này, nước hoặc chất lưu dạng nước 302, từ cùng một nguồn cấp hoặc từ một nguồn cấp khác như đối với muội than, được kết hợp với silic oxit 304 để tạo ra huyền phù đặc silic oxit 308. Huyền phù đặc silic oxit có thể được đưa vào một hoặc nhiều bước khuấy và/hoặc nghiền và/hoặc nghiền vụn và/hoặc (các) bước xử lý cơ học khác và/hoặc (các) bước xử lý phi cơ học khác, cũng như các bước được mô tả trong phần mô tả để làm cho thể phân tán đã được làm mất ổn định chứa hoặc bao gồm silic oxit. Như được mô tả trong phần mô tả, (các) bước bổ sung 312 có thể bao gồm việc bổ sung ít nhất một axit và/hoặc muối để tạo ra thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định 316. Sau đó, huyền phù đặc muội than và huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định có thể được xem là "chất lưu thứ nhất"

nhằm mục đích của sáng chế, như được thể hiện trên Fig.3, huyền phù đặc được bổ sung dưới dạng hai dòng tách biệt vào vùng phản ứng 103: một dòng chứa thể phân tán bao gồm muội than và dòng kia chứa thể phân tán đã được làm mất ổn định bao gồm silic oxit. Cách thức mà trong đó hai dòng được đưa vào vùng phản ứng 103 có thể là với cùng một lưu lượng tính theo thể tích hoặc là với các lưu lượng tính theo thể tích khác nhau, và/hoặc với các thông số giống nhau hoặc khác nhau và/hoặc áp suất giống nhau hoặc khác nhau. Như được thể hiện trên Fig.3 và như được nêu trong phần mô tả, chất lưu thứ hai chứa latec đàn hồi 105 cũng được đưa vào vùng phản ứng 103.

Theo một phương án tuỳ chọn khác, như được mô tả trên Fig.4, một biến thể của quy trình trên Fig.3 có thể được sử dụng. Đối với hình vẽ này, các số thể chỉ dẫn thể hiện cho cùng một bộ phận giống như ở Fig.3 Trừ khi có quy định khác. Như được thể hiện trên Fig.4, muội than 300 được kết hợp với nước hoặc chất lưu dạng nước 302 để tạo ra huyền phù đặc muội than 306. Ngoài ra, nước hoặc chất lưu dạng nước 302 từ cùng một nguồn cấp hoặc các nguồn cấp khác nhau, được kết hợp với silic oxit 304 để tạo ra huyền phù đặc silic oxit 308. Bước xử lý tiếp cho muội than có thể thực hiện như được mô tả bởi khối 310 và xử lý tiếp huyền phù đặc silic oxit để tạo ra huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định có thể được thực hiện như được thể hiện bằng khối 312. Khác với Fig.3, thay vì sử dụng hai dòng tách biệt để đưa huyền phù đặc muội than và huyền phù đặc silic oxit vào vùng phản ứng 103, theo một phương án tuỳ chọn, như được thể hiện trên Fig.4, huyền phù đặc muội than và thể phân tán đã được làm mất ổn định bao gồm silic oxit được kết hợp trước vùng phản ứng 103, để tạo ra một dòng đơn 318 được xem là huyền phù đặc đã được trộn (ví dụ, thể phân tán dạng hạt đã được làm mất ổn định) mà sau đó, nó được đưa vào vùng phản ứng 103.

Trên Fig.5, một phương án tuỳ chọn được thể hiện trong đó muội than 300 và nước hoặc chất lưu dạng nước 302 được kết hợp cùng với silic oxit 304, toàn bộ trong một thùng duy nhất 320 để tạo ra huyền phù đặc bao gồm muội than và silic oxit. Sau đó, huyền phù đặc đã trộn 320 tuỳ ý có thể được xử lý tiếp mà có thể bao gồm việc nghiền, nghiền vụn, tạo sôi, khuấy, và/hoặc các bước xử lý khác để tạo ra sự mất ổn định của huyền phù đặc cùng với silic oxit có mặt, như việc bổ sung ít nhất một axit và/hoặc muối. Điều cần lưu ý là do huyền phù đặc đã trộn bao gồm

muội than, nên mức độ mất ổn định có thể thấp hơn mức độ được mong muốn đối với một thể phân tán có chứa silic oxit với lượng tương đương mà không có muội than. Sau đó, huyền phù đặc đã trộn 324 (ví dụ, thể phân tán dạng hạt đã được làm mất ổn định) có thể được đưa vào vùng phản ứng 103.

Trên Fig. 6, muội than 300 và silic oxit 304 được kết hợp để tạo ra hỗn hợp khô gồm hai thành phần 326 và sau đó hỗn hợp khô 326 này được kết hợp với nước hoặc chất lưu dạng nước 350 để tạo ra hỗn hợp ướt 328, sau đó hỗn hợp này có thể được đưa vào các bước xử lý tiếp 330, nó có thể là giống như các bước được thể hiện trên Fig.5 cho bước xử lý 322. Tiếp đó, huyền phù đặc đã được phân tán kỹ đã trộn 332 (ví dụ, thể phân tán dạng hạt đã được làm mất ổn định) được tạo ra có thể được đưa vào vùng phản ứng 103.

Trên Fig.7, silic oxit 304 được kết hợp với nước hoặc chất lưu dạng nước 302 để tạo ra huyền phù đặc silic oxit 308 mà sau đó được đưa vào bước xử lý tiếp 312 như được mô tả trong Fig.3. Sau đó, thể phân tán chứa silic oxit 316 (ví dụ, thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định) có thể được đưa vào vùng phản ứng 103. Sau đó, khô muội than ở dạng hạt có thể được phun hoặc được đưa theo cách khác vào thể phân tán chứa silic oxit 316 trước khi đưa nó vào vùng phản ứng 103 hoặc có thể được đưa một cách tách biệt 338, ví dụ, muội than đã được tạo sôi trong dòng không khí, vào vùng phản ứng 103 trong khi thể phân tán đã được làm mất ổn định chứa silic oxit 316 được đưa vào vùng phản ứng 103 hoặc muội than có thể được đưa vào dòng latec 340.

Tỷ lệ khối lượng (hoặc tính theo tổng khối lượng chất độn) giữa silic oxit và cacbon cho quy trình bất kỳ trong số các quy trình theo sáng chế có thể nằm trong khoảng từ 45:55, hoặc 50:50 (silic oxit:muội than) đến dưới 90:10, hoặc 89,9:10, hoặc nằm trong khoảng từ 50:50 đến 89:11, hoặc từ 60:40 đến 85:15 hoặc từ 70:30 đến 80:20.

Hợp thể đàn hồi này có thể được tạo ra trong quy trình dòng liên tục bao gồm hỗn hợp lỏng gồm latec đàn hồi và thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định (nó có thể bao gồm muội than). Cơ cấu, thiết bị hoặc hệ thống bất kỳ có thể được sử dụng, miễn là cơ cấu, thiết bị hoặc hệ thống này có thể được vận hành để sao cho hỗn hợp lỏng gồm latec đàn hồi và thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định (nó có thể bao gồm muội than) có thể được kết hợp trong các điều kiện dòng

liên tục và với các điều kiện lưu lượng tính theo thể tích, áp suất, và vận tốc được kiểm soát, bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, thiết bị được thể hiện trên Fig.1(a), Fig.1(b), hoặc Fig.1(c), hoặc đầu phun trộn hoặc bơm phun trộn bất kỳ, hoặc phương tiện khác bất kỳ được bố trí để kết hợp dòng liên tục gồm ít nhất hai dòng chất lỏng với các điều kiện lưu lượng tính theo thể tích, áp suất, và vận tốc được kiểm soát vào và đi qua vùng phản ứng. Thiết bị được mô tả trong US20110021664, US6048923, WO2011034589, WO2011034587, US20140316058, và WO2014110499 có thể được sử dụng hoặc được làm thích ứng với các quy trình theo sáng chế. Ngoài ra, các đầu phun trộn và bơm phun trộn hoặc các ống xi phông như các đầu phun trộn nước hoặc các ống xi phông tia nước có thể được sử dụng (ví dụ, các thương phẩm có sẵn của hãng Schutte & Koerting, Trevose, PA).

Thiết bị này có thể bao gồm các thùng cấp khác nhau, các ống, các van, các đồng hồ và các bơm để kiểm soát lưu lượng tính theo thể tích, áp suất, và vận tốc. Ngoài ra, như được thể hiện tại cửa nạp (3) trên Fig.1(a), Fig.1(b), và Fig.1(c), các kiểu và cỡ vòi phun khác nhau hoặc các bộ phận điều chỉnh cỡ đầu phun khác (3a) có thể được sử dụng để kiểm soát vận tốc của huyền phù đặc silic oxit. Kích thước thể tích của vùng phản ứng (13) có thể được chọn để tạo ra các lưu lượng tính theo thể tích được mong muốn của các chất lỏng và hợp thể đàn hồi. Đường vào (11) cấp latec đàn hồi vào vùng phản ứng có thể được vuốt thon để tạo ra các lưu lượng tính theo thể tích và vận tốc khác nhau. Các cơ cấu này có thể bao gồm đường vào (11) có đường kính không đổi, mà không cần vuốt thon đầu phun dẫn vào vùng phản ứng.

Theo phương pháp này, chất lưu chứa latec đàn hồi và một chất lưu bổ sung chứa thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định và muội than được cấp dưới dạng một dòng hoặc các dòng tách biệt, ví dụ, dưới dạng dòng có áp được kết hợp cùng với nhau trong các điều kiện dòng liên tục và với các lưu lượng tính theo thể tích được chọn, áp suất, và vận tốc được chọn để trộn nhanh và nhuyễn vào nhau hai chất lưu này. Việc kết hợp, ví dụ, trong không gian bán giới hạn dưới áp suất, là sao cho silic oxit và muội than được phân bố trong khắp latec đàn hồi và, song song, latec đàn hồi này được biến đổi từ từ một chất lỏng sang pha rắn hoặc nửa rắn, tức là quá trình biến đổi từ lỏng sang rắn, hoặc quá trình đông tụ, của latec xảy ra, bắt giữ silic oxit phân bố và muội than và nước trong cao su và tạo ra pha cao su liên tục chứa muội than và silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn trong dòng ra liên tục hoặc bán

liên tục của vùng phản ứng (ví du, từ cửa ở đáy (7) trên các Fig.1 (a)-(c)). Tại thời điểm này, sản phẩm này có thể được xem là hợp thể đàn hồi có pha cao su liên tục chứa các hạt silic oxit, cao su kết dính chứa silic oxit, hoặc hợp thể đàn hồi được gia cường bằng vật liệu dạng hạt. Điều tin chắc là silic oxit và muội than các hạt đầu tiên phải được phân bố trong latec đàn hồi để tạo ra sản phẩm mong muốn, và quá trình chuyển đổi pha lỏng sang pha rắn diễn ra ngay sau quá trình phân bố silic oxit và muội than. Tuy nhiên, với tốc độ kết hợp các chất lỏng cực kỳ nhanh và liên tục (tức là, dưới 2 giây, dưới 1 giây, dưới 0,5 giây, dưới 0,25 giây, dưới 0,1 giây, hoặc ở mức miligiây), và việc trộn mạnh và kỹ các lượng tương đối nhỏ của các chất lưu trong vùng phản ứng (ví dụ, chất lưu có thể tích nằm trong khoảng từ 10 đến 500mL), các bước song song để phân bố silic oxit và muội than các hạt và biến đổi pha lỏng sang pha rắn của latec đàn hồi có thể xảy ra gần như đồng thời. Thuật ngữ "vùng phản ứng" khi được sử dụng trong bản mô tả chỉ vùng mà ở đó việc trộn nhuyễn vào nhau xảy ra đồng thời với sự đông tụ của hỗn hợp này. Hỗn hợp này đi qua vùng phản ứng và tới cửa ra (7).

Một phương pháp được lấy làm ví dụ để tạo ra hợp thể đàn hồi bao gồm đồng thời việc cấp chất lưu thứ nhất là thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định và muội than (được cấp dưới dạng một dòng hoặc dưới dạng hai dòng tách biệt) và chất lưu thứ hai là chất lưu latec đàn hồi (ví dụ, latec cao su thiên nhiên) vào vùng phản ứng. Chất lưu thứ nhất chứa thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định và muội than có thể được cấp với lưu lượng dựa trên thể tích của nó, và chất lưu thứ hai chứa latec đàn hồi có thể được cấp với lưu lượng dựa trên thể tích của nó (tức là, các lưu lượng tính theo thể tích). Các lưu lượng tính theo thể tích của chất lưu thứ nhất, hoặc của chất lưu thứ hai, hoặc của cả hai chất lưu thứ nhất và chất lưu thứ hai có thể được điều chỉnh hoặc được cấp để tạo ra hợp thể đàn hồi có hàm lượng silic oxit nằm trong khoảng từ 15 đến 180 phần cho một trăm phần khối lượng cao su (phr) (ví dụ, 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 các khoảng tương tự). Chất lưu chứa thể phân tán đã được làm mất ổn định của vật liệu dạng hạt (ví dụ, silic oxit và muội than) có thể được gọi là chất lưu thứ nhất theo một số phương án được nêu trong phần mô tả. Chất lưu này là chất lưu tách biệt với chất lưu chứa latec thể đàn hoặc chất lưu có

thể được đưa vào qua cửa nạp hoặc vị trí phun hoặc qua nhiều cửa nạp hoặc vị trí phun.

Tỷ lệ lưu lượng tính theo thể tích giữa chất lưu thứ nhất (chất lưu chứa ít nhất thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định và muội than) và chất lưu thứ hai (chất lưu latec) có thể được điều chỉnh để cho phép tạo ra hợp thể đàn hồi mong muốn. Các ví dụ về các lưu lượng tính 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 lưu thứ nhất so với chất lưu thứ hai) đến 3,2:1; từ 0,2:1 đến 2:1 và các khoảng tương tự. Tỷ lệ lưu lượng tính theo thể tích giữa chất lưu thứ nhất và chất lưu thứ hai có thể được điều chỉnh bởi cách thức hoặc kỹ thuật bất kỳ. Ví dụ, các lưu lượng tính theo thể tích của các chất lưu thứ nhất và thứ hai hoặc cả hai có thể được điều chỉnh bằng cách a) làm tăng lưu lượng tính theo thể tích, b) làm giảm lưu lượng tính theo thể tích, và/hoặc c) điều chỉnh các lưu lượng của các chất lưu so với nhau. áp suất được tạo ra bởi sự ràng buộc vật lý tác động lên dòng chất lưu thứ nhất dẫn đến hình thành dòng tốc độ cao cho phép việc kết hợp thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định với latec đàn hồi xảy ra nhanh, ví dụ, dưới một giây. Ví dụ, khoảng thời gian mà trong lúc đó hai chất lưu này được trộn và quá trình chuyển hoá từ pha lỏng sang pha rắn xảy ra có thể là ở mức miligiây (ví dụ, nằm trong khoảng từ 50miligiây đến 1500miligiây hoặc từ 100miligiây đến 1000miligiây). Đối với các chất lưu được chọn nhất định, nếu vận tốc của chất lưu thứ nhất quá chậm để trộn thoả đáng các chất lưu này, hoặc thời gian lưu quá ngắn, thì pha cao su rắn và dòng sản phẩm rắn có thể không phát triển. Nếu khoảng thời gian quy trình quá dài, thì áp suất có thể xuất hiện trong vùng phản ứng và dòng liên tục của các vật liệu bị ngắt quãng. Tương tự, nếu vận tốc của chất lưu thứ nhất rất cao, và khoảng thời gian quy trình quá ngắn, thì dòng pha cao su rắn và dòng sản phẩm rắn có thể không phát triển.

Như được mô tả ở trên, các lưu lượng tính theo thể tích tương đối của chất lưu thứ nhất (huyền phù đặc silic oxit và muội than đã được làm mất ổn định dưới dạng dòng kết hợp hoặc dưới dạng hai dòng tách biệt) và chất lưu thứ hai (latec) có thể được điều chỉnh, và khi ít nhất một muối được dùng làm chất làm mất ổn định, thì được ưu tiên nếu điều chỉnh tỷ lệ lưu lượng tính theo thể tích giữa huyền phù

đặc dạng hạt đã được làm mất ổn định và latec đàn hồi để 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 dùng làm chất làm mất ổn định, thì được ưu tiên nếu điều chỉnh tỷ lệ lưu lượng tính theo thể tích giữa huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định (hoặc huyền phù đặc dạng hạt đã được làm mất ổn định) và latec đàn hồi 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 silic oxit đã được làm mất ổn định (hoặc thể phân tán dạng hạt đã được làm mất ổn định) có thể đạt được với việc bổ sung ít nhất một axit, trong đó tỷ lệ mol giữa axit trong chất lưu thứ nhất (silic oxit) và bazơ (ví dụ, amoniac) trong chất lưu thứ hai (latec) 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. Ba zơ này có thể có mặt với lượng khác nhau trong latec đàn hồi, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, nằm trong khoảng từ 0,3% khối lượng đến 0,7% khối lượng (tính theo tổng khối lượng của latec đàn hồi), hoặc lượng khác nằm dưới khoảng này.

Thể phân tán dạng hạt đã được làm mất ổn định dưới dạng một dòng hoặc dưới dạng hai dòng tách biệt, có thể được cấp vào vùng phản ứng tốt hơn là dưới dạng liên tục, vận tốc cao, ví dụ, nằm trong khoảng từ 6m/giây đến 250m/giây, hoặc nằm trong khoảng từ 30m/giây đến 200m/giây, hoặc nằm trong khoảng từ 10m/giây đến 150m/giây, hoặc nằm trong khoảng từ 6m/giây đến 200m/giây, dòng phun chất lưu, và chất lưu chứa latec đàn hồi có thể được cấp với vận tốc tương đối thấp, ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,4m/giây đến 11m/giây, hoặc nằm trong khoảng từ 0,4m/giây đến 5m/giây, hoặc nằm trong khoảng từ 1,9m/giây đến 11m/giây, hoặc nằm trong khoảng từ 1m/giây đến 10m/giây hoặc nằm trong khoảng từ 1m/giây đến 5m/giây. Vận tốc của các chất lưu được chọn để tối ưu hoá việc trộn giữa các chất lưu và làm đông tụ nhanh latec đàn hồi. Vận tốc của latec đàn hồi được cấp vào vùng phản ứng sẽ cần phải được ưu tiên là đủ cao để tạo ra dòng chảy rối để trộn tốt với huyền phù đặc dạng hạt đã được làm mất ổn định. Tuy vậy, vận tốc của latec đàn hồi cần phải được duy trì đủ thấp để sao cho lactec sẽ không bị đông tụ do tác động cắt trước khi nó được trộn nhuyễn vào nhau với huyền phù đặc dạng hạt đã được làm mất ổn định. Ngoài ra, vận tốc của latec đàn hồi cần được

duy trì đủ thấp trước khi nó đi vào vùng phản ứng nhằm tránh tắc nghẽn các đường ống cấp latec do sự đông tụ latec bởi tác động cắt mạnh. Tương tự, cũng cần phải có khoảng tối ưu của vận tốc của thể phân tán dạng hạt đã được làm mất ổn định . Điều được giả thuyết là nếu vận tốc của huyền phù đặc dạng hạt đã được làm mất ổn định quá cao, thì tốc độ cắt gây ra sự kết tụ của các hạt silic oxit sẽ có thể là quá cao để cho phép việc trộn đồng nhất, thoả đáng giữa các hạt silic oxit (và muội than) và các hạt latec đàn hồi.

Mặc dù theo sáng chế này, silic oxit và muội than được trộn với latec, song nói chung silic oxit ở dạng hạt đòi hỏi việc làm mất ổn định trong quy trình này xét từ khía cạnh để đạt được pha cao su liên tục dạng rắn hoặc nửa rắn được mong muốn. Do vậy, một vài mô tả trong bản mô tả này tập trung vào silic oxit và việc làm mất ổn định nó với sự tin chắc là nó có thể tương đương với các thể phân tán hạt không chỉ chứa silic oxit mà còn chứ cả muội than.

Sự đông cứng đột ngột do sự kết tụ và việc tạo mạng các hạt silic oxit cũng có thể làm giảm sự chảy rối của huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định và có ảnh hưởng bất lợi đến việc trộn giữa silic oxit và latec. Mặt khác, nếu vận tốc của huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định quá thấp, thì có thể là việc trộn giữa các hạt silic oxit và các hạt latec đàn hồi là không đủ. Tốt hơn là, ít nhất một trong số các chất lưu đi vào vùng phản ứng có dòng chảy rối. Nói chung, do độ nhớt cao hơn nhiều của một thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định thông thường so với latec đàn hồi thông thường, nên vận tốc cao hơn nhiều của thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định là cần thiết cho việc tạo ra các động học chất lưu tốt để trộn với latec đàn hồi và làm đông tụ nhanh lactec này. Dòng vận tốc cao như vậy của thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định có thể gây ra sự tạo bọt trong vùng phản ứng để tăng cường việc trộn nhanh các chất lưu và sự phân bố của các hạt silic oxit trong latec đàn hồi. Vận tốc của thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định có thể được làm thay đổi bằng cách sử dụng các lưu lượng tính theo thể tích khác nhau, hoặc một vòi hoặc đầu phun khác (có đường kính rộng hơn hoặc hẹp hơn) tại cửa nạp (3a) để cấp chất lưu thứ nhất chứa thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định. Với việc sử dụng vòi phun để làm tăng vận tốc của thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định, nó có thể được cung cấp với áp suất nằm trong khoảng từ 30psi (206,7KPa) đến 3000psi

(20670KPa), hoặc từ 30psi (206,7KPa) đến 200psi (1378KPa), hoặc từ 200psi (1378KPa) đến 3000psi (20670KPa), hoặc từ 500psi (3445KPa) đến 2000psi (13780KPa) hoặc áp suất tương đối cao hơn ít nhất là 2 lần so với áp suất được tác động lên chất lưu chứa latec đàn hồi, hoặc cao hơn từ 2 tới 100 lần. Chất lưu thứ hai của latec đàn hồi có thể được cung cấp, ví dụ ở áp suất nằm trong khoảng từ 20psi (137,8KPa) đến 30psi (206,7KPa). áp suất trong hệ thống cấp chất lưu thứ nhất có thể tối đa khoảng 500psi (3445KPa).

Trên cơ sở các biến số của quy trình sản xuất được mô tả, như vận tốc của huyền phù đặc dạng hạt đã được làm mất ổn định chất lưu, vận tốc của chất lưu latec, các lưu lượng tương đối giữa huyền phù đặc dạng hạt đã được làm mất ổn định và chất lưu latec, nồng độ của chất làm mất ổn định như muối và/hoặc axit, nồng độ silic oxit trong huyền phù đặc đã được làm mất ổn định, hàm lượng tính theo phần trăm khối lượng cao su trong latec, nồng độ amoniac trong latec, và/hoặc tỷ lệ giữa axit (nếu có mặt) và amoniac, có thể kiểm soát, tạo ra, và/hoặc dự liệu sự tạo thành của pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn với khoảng hàm lượng silic oxit được mong muốn. Do vậy, quy trình này có thể được vận hành với khoảng tối ưu của các biến số này. Do vậy, a) vận tốc của một hoặc cả hai chất lưu, b) tỷ lệ lưu lượng tính theo thể tích của các chất lưu này, c) bản chất đã 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 khối lượng, của thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định, và e) hàm lượng cao su khô, ví dụ, nằm trong khoảng từ 10 đến 70 phần trăm khối lượng, của latec, có thể cho phép việc trộn trong các điều kiện tác động cao để gây ra quá trình biến đổi từ lỏng sang rắn của latec đàn hồi và phân tán một cách đồng đều silic oxit trong latec này với tỷ lệ giữa silic oxit và cao su được chọn, và do vậy tạo ra dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn. Việc thu hồi dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn có thể đạt được theo kỹ thuật thông thường bất kỳ để thu hồi dòng vật liệu rắn hoặc nửa rắn. Việc thu hồi này có thể cho phép dòng rắn hoặc nửa rắn đi vào thùng hoặc vật chứa hoặc phương tiện lưu giữ khác. Thùng hoặc vật chứa này có thể chứa dung dịch muối hoặc axit hoặc cả hai để làm đông tụ tiếp sản phẩm thành trạng thái đàn hồi hơn. Ví dụ, việc thu hồi có thể là việc vận chuyển hoặc bơm dòng chất rắn tới các vùng xử lý khác hoặc các cơ cấu để xử lý tiếp, trong số

các phương án tuỳ chọn đã được mô tả. Việc thu hồi này có thể là liên tục, bán liên tục, hoặc theo kiểu từng mẻ. Tốt hơn, nếu phần cuối của vùng phản ứng là bán giới hạn và để hở với môi trường, và dòng hợp thể đàn hồi dạng rắn hoặc nửa rắn được ưu tiên thu hồi ở áp suất môi trường để cho phép vận hành liên tục quy trình này.

Dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn có thể ở dưới dạng "con giun" kiểu như sợi, đàn hồi nhiều hoặc ít hoặc các viên tròn nhỏ. Pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn có khả năng kéo giãn được tới 130-150% chiều dài ban đầu của nó mà không đứt. Trong một trường hợp khác, pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng nửa rắn có thể ở dưới dạng bột nhão nhớt, không đàn hồi hoặc vật liệu dạng gel có thể phát triển các tính chất đàn hồi. Trong mọi trường hợp, sản phẩm là chất rắn chảy, dính có tính đàn hồi cao, hơi đàn hồi và nhớt. Sản phẩm từ vùng phản ứng có thể là dòng gần như không đổi đồng thời với việc cấp liên tục các chất lưu latec đàn hồi và thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định vào vùng phản ứng. Các bước trong quy trình, như việc tạo ra các chất lưu này, có thể được thực hiện dưới dạng các công đoạn liên tục, bán liên tục hoặc từng mẻ. Thu được pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn hoặc nửa rắn sau đó có thể được xử lý tiếp, bao gồm các công đoạn liên tục, bán liên tục hoặc từng mẻ.

Pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn hoặc nửa rắn được tạo ra trong quy trình chứa nước, hoặc chất lưu dạng nước khác, và các chất hòa tan từ các chất lưu ban đầu, và, ví dụ, có thể chứa nước với lượng nằm trong khoảng từ 40% khối lượng đến 95% khối lượng, hoặc từ 40% khối lượng đến 90% khối lượng, hoặc từ 45% khối lượng đến 90% khối lượng, hoặc từ 50 đến 85% khối lượng, hoặc từ 60 đến 80% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của dòng hợp thể đàn hồi được gia cường bằng vật liệu dạng hạt. Theo một phương án tùy chọn, sau khi tạo ra pha cao su chứa silic oxit và muội than dạng rắn hoặc nửa rắn chứa lượng nước như vậy, sản phẩm này có thể được tiến hành các bước khử nước và làm nhuyễn một cách thích hợp và bước hóa hợp để phát triển các tính chất cao su được mong muốn và chế tạo các hỗn hợp cao su. Các chi tiết hơn về quy trình này và các bước xử lý sau khác được đưa ra ở dưới và có thể được sử dụng theo phương án bất kỳ của sáng chế.

Pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng nửa rắn có thể được chuyển hóa thành pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn. Ví dụ, nó có thể được thực hiện bằng cách xử lý cơ học pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng nửa rắn để loại bỏ nước ra khỏi hỗn hợp này và/hoặc có trong vật liệu nửa rắn đã để yên trong một khoảng thời gian (ví dụ, sau khi thu hồi từ vùng phản ứng ở một vị trí bên ngoài) ví dụ, 10 phút tới 24 giờ hoặc hơn; và/hoặc việc đốt nóng pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng nửa rắn để loại bỏ lượng nước (ví dụ, nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 °C đến 200°C); và/hoặc đưa vật liệu dạng nửa rắn vào axit hoặc axit bổ sung như trong bể axit, hoặc vào muối hoặc muối bổ sung, hoặc vào bể muối, hoặc hỗn hợp của muối và axit, và tương tự. Một hoặc nhiều bước này có thể được áp dụng. Trong thực tế, một hoặc nhiều bước hoặc tất cả các bước có thể được áp dụng dưới dạng (các) bước xử lý tiếp ngay cả khi pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn được thu hồi đầu tiên hoặc sau đó.

Mức độ làm mất ổn định huyền phù đặc silic oxit quyết định ít nhất là một phần lượng silic oxit có thể có mặt trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit (ví dụ, đã được bắt giữ và phân bố đều trong hỗn hợp này) cho một nồng độ axit nhất định trong huyền phù đặc silic oxit và hàm lượng cao su khô nhất định của latec này. Với các tỷ lệ giữa silic oxit và cao su mong muốn đã chọn thấp (ví dụ, 15phr tới 45phr), nồng độ của chất làm mất ổn định có thể sẽ không đủ cao trong huyền phù đặc silic oxit và cuối cùng là hỗn hợp silic oxit/latec để làm đông tụ nhanh và tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn. Ngoài ra, việc lựa chọn các nồng độ silic oxit và cao su thích hợp và các lưu lượng chất lưu tương đối thích hợp đã được mô tả trong bản mô tả được xét đến khi tạo ra sản phẩm nửa rắn. Ví dụ, với các tỷ lệ lưu lượng tính theo thể tích tương đối thấp giữa huyền phù đặc đã được làm mất ổn định và latec, lượng chất làm mất ổn định trong huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định có thể không đủ để tạo điều kiện thuận lợi cho việc đông tụ nhanh latec đàn hồi trong vùng phản ứng. Nói chung, đối với một latec đàn hồi nhất định, hàm lượng silic oxit thấp có thể đạt được bằng cách làm tăng sự mất ổn định của huyền phù đặc silic oxit và/hoặc giảm tỷ lệ phần trăm khối lượng của silic oxit trong huyền phù đặc đã được làm mất ổn định.

Khi thể phân tán silic oxit được làm mất ổn định, các hạt silic oxit có xu hướng kết bông. Khi thể phân tán silic oxit được làm mất ổn định quá mức, silic

oxit có thể "rời khỏi" dung dịch và trở nên không phù hợp để sử dụng theo các phương án được ưu tiên.

Khi sự mất ổn định xảy ra, các điện tích bề mặt trên silic oxit thường là không được loại bỏ hoàn toàn. Tuy nhiên, đôi khi khi hạt silic oxit, hoặc thể phân tán silic oxit được xử lý để làm mất ổn định, điểm đẳng điện (IEP) có thể là điểm giao nhau của trị số điện thế zeta âm với trị số điện thế zeta dương. Nói chung, đối với silic oxit, điện tích toàn phần trên bề mặt của các hạt silic oxit giảm và trị số điện thế zeta giảm trong quá trình làm mất ổn định.

Đối với các tỷ lệ giữa silic oxit và cao su cao trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit, người ta có thể lựa chọn các nồng độ silic oxit cao trong huyền phù đặc đã được làm mất ổn định và/hoặc tỷ lệ lưu lượng tính theo thể tích cao giữa chất lưu silic oxit và chất lưu chất lưu latec. Sau khi huyền phù đặc silic oxit được làm mất ổn định và kết hợp ban đầu với chất lưu latec, nếu hỗn hợp này không đông tụ, thì lưu lượng tính theo thể tích giữa chất lưu thứ nhất và chất lưu thứ hai có thể được điều chỉnh, như bằng cách làm giảm lưu lượng tính theo thể tích của latec, tạo ra một cách hiệu quả tỷ lệ cao giữa silic oxit và cao su trong hợp thể đàn hồi. Trong bước điều chỉnh lượng latec có mặt này, lượng latec là, hoặc sẽ là, lượng không dẫn đến sự pha loãng quá mức nồng độ của chất làm mất ổn định trong toàn bộ hỗn hợp để sao cho sản phẩm được mong muốn có thể được tạo ra trong thời gian lưu trong vùng phản ứng. Để thu được tỷ lệ mong muốn giữa silic oxit và cao su trong hợp thể đàn hồi, các phương án tuỳ chọn khác nhau có thể có mặt. Theo một phương án tùy chọn, mức độ làm mất ổn định huyền phù đặc silic oxit có thể được tăng lên, như bằng cách làm giảm trị số điện thế zeta của huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định (ví dụ, bằng cách bổ sung thêm muối và/hoặc axit). Hoặc, theo một phương án tùy chọn, nồng độ silic oxit trong huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định có thể được điều chỉnh, ví dụ, bằng cách gảm hoặc tăng nồng độ silic oxit trong huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định. Hoặc, theo một phương án tùy chọn, latec có hàm lượng cao su cao có thể được sử dụng, hoặc latec có thể được pha loãng để có hàm lượng cao su thấp, hoặc lưu lượng tương đối của latec có thể được làm tăng. Hoặc, theo một phương án tùy chọn, lưu lượng và cỡ vòi phun (trong đó chúng có thể kiểm soát hoặc ảnh hưởng tới vận tốc của (các) chất lưu) hoặc sự định hướng tương đối của hai dòng chất lưu này có thể được cải biến để rút ngắn hoặc kéo dài

thời gian lưu của các chất lưu đã kết hợp trong vùng phản ứng, và/hoặc làm thay đổi lượng hoặc kiểu chảy rối ở ở vị trí tác động của chất lưu thứ nhất lên chất lưu thứ hai. Một hoặc hai hoặc nhiều phương án tuỳ chọn bất kỳ này có thể được áp dụng để điều chỉnh các thông số của quy trình và để có được tỷ lệ mong muốn giữa silic oxit và cao su trong hợp thể đàn hồi.

Lượng hoặc mức độ mất ổn định của huyền phù đặc silic oxit là một yếu tố chính để quyết định tỷ lệ giữa silic oxit và cao su có thể đạt được trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit. Chất làm mất ổn định được sử dụng để làm mất ổn định silic oxit trong huyền phù đặc có thể đóng vai trò tăng tốc sự đông tụ của các hạt latec đàn hồi khi huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định được trộn với latec đàn hồi trong vùng phản ứng. Điều được giả thuyết là mức độ đông tụ latec trong vùng phản ứng có thể phụ thuộc vào nồng độ của chất làm mất ổn định trong các chất lưu đã kết hợp. Điều đã nhận thấy là bằng cách thực hiện quy trình sản xuất hợp thể đàn hồi chứa silic oxit trong các điều kiện khác nhau, có thể xác định được nồng độ giới hạn của chất làm mất ổn định có mặt trong hỗn hợp các chất lưu đã kết hợp vào lúc trộn có hiệu quả để tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn. Một ví dụ về việc lựa chọn và điều chỉnh các điều kiện của quy trình để đạt được nồng độ giới hạn để tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn, được mô tả trong các ví dụ ở dưới. Nếu nồng độ giới hạn cho việc lựa chọn nhất định và thành phần của các chất lưu, các lưu lượng tính theo thể tích, và các vận tốc không đủ hay quá mức, thì pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn nói chung sẽ không được tạo ra.

Mức độ tối thiểu làm mất ổn định của huyền phù đặc silic oxit (hoặc làm mất ổn định của huyền phù đặc dạng hạt) được thể hiện bởi trị số điện thế zeta nhỏ hơn 30mV (ví dụ, với các điện thế zeta như nằm trong khoảng từ -29,9mV đến 29,9 mV, từ -28 mV đến 20mV, từ -27mV đến 10mV, từ -27mV đến 0mV, từ -25 mV đến 0mV, từ -20mV đến 0mV, từ -15mV đến 0mV, từ -10mV đến 0mV và các khoảng tương tự). Nếu huyền phù đặc dạng hạt đã được làm mất ổn định trong khoảng điện thế zeta này, thì silic oxit trong huyền phù đặc đã được làm mất ổn định có thể được đưa vào pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn khi kết hợp với latec đàn hồi.

Mặc dù có thể được mong muốn nếu làm mất ổn định latec này trước khi kết hợp nó với huyền phù đặc chứa silic oxit, trong các điều kiện tác động cắt mạnh như các điều kiện có trong khi bơm liên tục latec này vào vùng phản ứng, song khó có thể làm mất ổn định chất lưu latec này trước đó mà không xảy ra sự đông tụ sớm của lactec này. Tuy nhiên, chất làm mất ổn định được dùng trong huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định có thể có mặt với một lượng dư để làm tăng sự mất ổn định của latec này, và/hoặc giảm bớt việc pha loãng tác nhân này khi huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định và chất lưu latec được kết hợp. Theo một phương án tuỳ chọn khác, với các nồng độ silic oxit đặc biệt cao (ví dụ, >25% khối lượng silic oxit trong huyền phù đặc silic oxit), một phần chất làm mất ổn định bổ sung có thể được bổ sung một cách tách biệt vào hỗn hợp gồm huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định và latec đàn hồi trong vùng phản ứng để tăng cường sự đông tụ của lactec này.

Không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết bất kỳ, quy trình sản xuất hợp thể đàn hồi chứa silic oxit được tin rằng là để tạo ra mạng kết dính thấm sâu gồm cả các hạt cao su lẫn các kết tập silic oxit trong khoảng hai giây hoặc nhanh hơn, như dưới một giây, khi hai chất lưu này kết hợp và sự chuyển đổi pha xảy ra, làm cho vật liệu rắn hoặc nửa rắn chứa các mang này cùng với nước được bao ngoài. Sự hình thành mạng nhanh như vậy cho phép tạo ra liên tục pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn. Điều được giả thuyết là sự kết tụ do tác động cắt của các hạt silic oxit khi huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định đi qua cửa nạp để kết hợp với latec đàn hồi có thể là hữu ích cho việc tạo ra sự bố trí hạt đồng nhất, duy nhất trong các hỗn hợp gốc cao su và bắt giữ các hạt silic oxit trong cao su nhờ sự kết tụ khác loại giữa silic oxit và các hạt cao su. Điều cũng được giả thuyết là khi không có một mạng thâm nhập như vậy, thì sẽ không thể có được hợp thể gồm pha cao su liên tục rắn hoặc nửa rắn chứa các hạt silic oxit phân tán, ở dạng ống xoắn hoặc mẩu rắn, ví dụ, nó bao 40-95% khối lượng nước và giữ lại toàn bộ hoặc hầu hết silic oxit trong quy trình làm mất nước sau đó bao gồm việc vắt ép và xử lý bằng cơ học với năng lượng cao.

Điều được giả thuyết là sự hình thành mạng silic oxit tăng, ít nhất là một phần, do sự kết tụ hạt silic oxit do tác động cắt khi huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định đi qua vòi tăng áp (3a) với vận tốc cao qua cửa nạp thứ nhất

(3) vào vùng phản ứng (13), như được thể hiện trên Fig.1. Quy trình này được tạo điều kiện thuận lợi bằng cách làm giảm độ ổn định của silic oxit trong huyền phù đặc đã được làm mất ổn định khi huyền phù đặc silic oxit này đã được làm mất ổn định (ví dụ, bằng cách xử lý huyền phù đặc silic oxit này bằng muối hoặc axit hoặc cả hai).

Điều được giả thuyết là quá trình chuyển đổi pha lỏng sang pha rắn của latec có thể là do nhiều yếu tố khác nhau, bao gồm sự đông tụ do tác động cắt do việc trộn với dòng vận tốc cao của huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định, sự tương tác của bề mặt silic oxit với các thành phần latec, sự đông tụ ion hoặc hoá học do việc tiếp xúc với huyền phù đặc silic oxit chứa chất làm mất ổn định, và sự kết hợp của các yếu tố này. Để tạo ra hợp thể chứa mạng silic oxit thâm nhập sâu này và mạng cao su, tốc độ hình thành mạng cũng như tốc độ trộn sẽ được làm cân bằng. Ví dụ, đối với huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định ở mức cao với nồng độ muối cao trong huyền phù đặc này, sự kết tụ và hình thành mạng của các hạt silic oxit xảy ra một cách nhanh chóng trong các điều kiện tác động cắt mạnh. Trong trường hợp này, các lưu lượng tính theo thể tích và các vận tốc được thiết lập để sao cho latec có tốc độ đông tụ nhanh để hình thành các mạng silic oxit thâm nhập sâu/cao su. Các tốc độ hình thành này là chậm hơn không đáng kể so với các huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định.

Một quy trình được đưa ra làm ví dụ để tạo ra hợp thể đàn hồi được gia cường bằng vật liệu dạng hạt bao gồm bước cấp dòng liên tục của chất lưu chứa ít nhất là latec đàn hồi (đôi khi được gọi là chất lưu thứ hai) qua cửa nạp 11 (Fig.1(a), Fig.1(b), và/hoặc Fig.1(c)), vào vùng phản ứng 13 với lưu lượng tính theo thể tích nằm trong khoảng từ 20L/giờ đến 1900L/giờ. Phương pháp này còn bao gồm bước cấp dòng liên tục của một chất lưu khác chứa thể phân tán dạng hạt đã được làm mất ổn định qua cửa nạp 3 (đôi khi được gọi là chất lưu thứ nhất) dưới áp suất mà có thể có được nhờ các đầu phun (trên Fig.1, ở 3a) với lưu lượng tính theo thể tích nằm trong khoảng từ 30L/giờ đến 1700L/giờ. Trạng thái đã được làm mất ổn định của thể phân tán dạng hạt và sự tác động giữa hai dòng chất lưu này (được đưa vào ở các cửa nạp 3 và 11) trong các điều kiện năng lượng cao được tạo ra bằng cách đưa vào chất lưu thứ nhất dưới dạng dòng tốc độ cao (ví dụ, nằm trong khoảng từ 6m/giây đến 250m/giây) tác động lên dòng latec có vận tốc thấp hơn (ví dụ, 0,4-11m/giây) đi

vào vùng phản ứng với phương gần như vuông góc với dòng phun vận tốc cao của chất lưu thứ nhất là có hiệu quả để trộn nhuyễn vào nhau các hạt (ví dụ, silic oxit và muội than) với dòng latec, thúc đẩy sự phân bố đồng đều của các hạt này trong dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn từ cửa ra của vùng phản ứng.

Theo một phương án tùy chọn, latec đàn hồi được đưa vào, ví dụ, qua cửa nạp 11 có thể là hỗn hợp trộn của hai hoặc nhiều latec, như hỗn hợp trộn của hai hoặc nhiều latec tổng hợp. Theo một phương án tùy chọn, các thiết bị thể hiện trên các Fig.1(a), Fig.1(b) và/hoặc Fig.1(c) có thể được cải biến để có một hoặc nhiều cửa nạp bổ sung dùng để đưa các hợp phần khác vào vùng phản ứng, như một hoặc nhiều latec bổ sung. Ví dụ, trên Fig.1(c), cửa nạp 14 có thể được sử dụng để đưa vào một latec khác ngoài việc sử dụng cửa nạp 11. Một hoặc nhiều cửa nạp bổ sung này có thể là được bố trí nối tiếp nhau, liền kề nhau hoặc theo cách thức bất kỳ miễn là vật liệu (latec) được đưa vào qua (các) cửa nạp có đủ thời gian để phân tán hoặc hợp nhất vào dòng thu được. Trong WO 2011/034587, các Fig.1, Fig.2A, và Fig.2B đưa ra các ví dụ về các cửa nạp bổ sung và các hướng của chúng có thể được làm thích ứng để sử dụng cho các phương án theo sáng chế. Như một ví dụ cụ thể, một cửa nạp có thể đưa vào dòng chứa latec cao su thiên nhiên và một cửa nạp bổ sung có thể đưa vào latec đàn hồi tổng hợp, và các dòng latec này được kết hợp với dòng thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định để thu được dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn. Khi khi nhiều cửa nạp được sử dụng để đưa vào thể đàn hồi, các lưu lượng có thể là như 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 đã được làm mất ổn định của các hạt bao gồm silic oxit (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 và muội than dạng rắn hoặc nửa rắn ra khỏi vùng phản ứng 103 và có thể tuỳ 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 tuỳ ý đi vào máy trộn/thiết bị hoá hợp liên tục 107; có thể tuỳ ý đi vào máy nghiền (ví dụ, máy nghiền hở, còn được gọi là máy cán trục) 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 tuỳ ý bởi máy trộn 115, và/hoặc có thể được tạo hạt nhờ sử dụng máy tạo hạt 117, và sau đó tuỳ ý có thể được đóng bao, bằng cách sử dụng máy đóng bao 119, và có thể tuỳ 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 20m^2/g đến 450m^2/g; từ 30m^2/g đến 450m^2/g; từ 30m^2/g đến 400m^2/g; hoặc từ 60m^2/g đến 250m^2/g; và đối với các mành lốp xe tải nặng, diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng từ 60m^2/g đến 250m^2/g hoặc, ví dụ, nằm trong khoảng từ 80m^2/g đến 200m^2/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 PerkasilÒ GT 3000GRAN của hãng WR Grace & Co, silic oxit UltrasilÒ 7000 của hãng Evonik Industries, ZeosilÒ 1165 MP và silic oxit 1115 MP của hãng Solvay S.A., silic oxit Hi-SilÒ EZ 160G của hãng PPG Industries, Inc., và silic oxit ZeopolÒ 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 PerkasilÒ KS 408 của hãng WR Grace & Co, silic oxit ZeosilÒ 175GR của hãng Solvay S.A., silic oxit UltrasilÒ VN3 của hãng Evonik Industries, silic oxit Hi-SilÒ 243 của hãng PPG Industries, Inc. và silic oxit HubersilÒ 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 AgilonÒ 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% khối lượng, ít nhất là 25% khối lượng, ít nhất là 30% khối lượng, ít nhất là 35% khối lượng, ít nhất là 40% khối lượng, ít nhất là 50% khối lượng, ít nhất là 60% khối lượng, ít nhất là 70% khối lượng, ít nhất là 80% khối lượng, ít nhất là 90% khối lượng, hoặc gần như là 100% khối lượng hoặc là 100% khối lượng, hoặc nằm trong khoảng từ 20% khối lượng đến 100% khối lượng, tất cả đều tính theo tổng khối 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 silic oxit và/hoặc huyền phù đặc 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 chô 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 AgilonÒ 454 và silic oxit AgilonÒ 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 hyđroxyl ở nhiệt độ trên 150°C nhờ quy trình nung chẳng hạn.

Muội than loại 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. Ví dụ về các loại gia cường gồm N110, N121, N220, N231, N234, N299, N326, N330, N339, N347,

N351, N358, và N375. Ví dụ về các loại bán gia cường gồm N539, N550, N650, N660, N683, N762, N765, N774, N787, và/hoặc N990.

Muội than này có thể có giá trị STSA bất kỳ như nằm trong khoảng từ $10m^2/g$ đến $250m^2/g$, từ $11m^2/g$ đến $250m^2/g$, từ $20m^2/g$ đến $250m^2/g$ hoặc cao hơn, ví dụ, ít nhất là $70m^2/g$, như nằm trong khoảng từ $70m^2/g$ đến $250m^2/g$, hoặc từ $80m^2/g$ đến $200m^2/g$ hoặc từ $90m^2/g$ đến $200m^2/g$, hoặc từ $100m^2/g$ đến $180m^2/g$, từ $110m^2/g$ đến $150m^2/g$, từ $120m^2/g$ đến $150m^2/g$ và các khoảng tương tự. Theo một phương án tùy chọn, muội than này có thể chỉ số iot (I_2 No) nằm trong khoảng từ 5 đến 35mg I_2/g muội than (theo tiêu chuẩn ASTM D1510). Muội than này có thể là muội lò hoặc sản phẩm cacbon chứa silic, và/hoặc chứa kim loại và các sản phẩm tương tự. Muội than có thể dùng cho mục đích của sáng chế, là kết tập nhiều pha bao gồm ít nhất một pha cacbon và ít nhất một pha chứa kim loại hoặc pha phứa silic (còn được gọi là muội than đã được xử lý bằng silic, như vật liệu ECOBLACK™ của hãng Cabot Corporation). Như đã nêu trên, muội than này có thể là muội cao su, và đặc biệt nhất là muội than loại gia cường hoặc muội than loại bán gia cường. Chỉ số iot (I_2 No.) được xác định theo phương pháp thử nghiệm ASTM D1510. STSA (diện tích bề mặt theo chiều dày thống kê) được xác định dựa trên cơ sở phương pháp thử nghiệm ASTM D-5816 (đo được bằng phương pháp hấp phụ nitơ). OAN được xác định dựa theo tiêu chuẩn ASTM D1765-10. Các muội than có bán sẵn dưới các nhãn hiệu hàng hoá RegalÒ, Black PearlsÒ, SpheronÒ, SterlingÒ, EmperorÒ, MonarchÒ, Shoblack™, và VulcanÒ của hãng Cabot Corporation, các nhãn hiệu hàng hoá RavenÒ, StatexÒ, FurnexÒ, và NeotexÒ và các dòng CD và HV của hãng Columbian Chemicals, và các nhãn hiệu hàng hoá CoraxÒ, DuraxÒ, EcoraxÒ, và PurexÒ và dòng CK của hãng Evonik (Degussa) Industries, và các chất độn khác thích hợp để sử dụng trong các ứng dụng cao su hoặc lốp xe, cũng có thể được khai thác để sử dụng với các phương tiện khác nhau. Các muội than được tạo chức hoá học thích hợp bao gồm các muội than đã được mô tả trong Công bố đơn quốc tế WO 96/18688 và US2013/0165560. Hỗn hợp của các muội than bất kỳ trong số các muội than này có thể được sử dụng.

Muội than này có thể là muội than đã được oxy hóa, như được oxy hóa trước bằng cách sử dụng chất oxy hoá. Các chất oxy hoá bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, không khí, khí oxy, ozon, NO_2 (bao gồm hỗn hợp của NO_2 và không khí), các

peroxit như hyđro peroxit, các persulfat, bao gồm natri, kali, hoặc amoni persulfat, các hypohalit như natri hypoclorit, halit, halat, hoặc perhalat (như natri clorit, natri clorat, hoặc natri perclorat), các axit oxy hoá như axit nitric, và các chất oxy hoá chứa kim loại chuyển tiếp, như muối permanganat, osmi tetroxit, crom oxit, hoặc xeric amoni nitrat. Hỗn hợp của các chất oxy hóa có thể được sử dụng, cụ thể là hỗn hợp của các chất oxy hoá dạng khí như oxy và ozon. Ngoài ra, các muội than được tạo ra bằng cách sử dụng các phương pháp cải biến bề mặt khác để đưa các nhóm ion hoặc dễ ion hoá vào chất tạo màu, như quá trình clo hoá và sulfon hoá, có thể cũng được sử dụng. Các quy trình mà có thể được sử dụng để tạo ra các muội than đã được oxy hóa trước là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và một vài loại muội than đã được oxy hóa là các thương phẩm có sẵn.

Ngoài ra, huyền phù đặc silic oxit và/hoặc huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định có thể chứa, theo một phương án tùy chọn, một lượng nhỏ (10% khối lượng hoặc ít hơn, tính theo tổng khối lượng của vật liệu hạt) các hạt không phải muội than và không chứa silic oxit bất kỳ, như kẽm oxit, hoặc canxi cacbonat, hoặc các vật liệu hạt khác hữu ích trong các hỗn hợp cao su.

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 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% khối lượng đến 35% khối lượng, tính theo khối 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 MicrofluidizerÒ 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 đến 5000psi (68,9-34450 KPa) hoặc cao hơn, ví dụ, nằm trong khoảng từ 10psi đến 1000psi (68,9-6890 KPa), từ 1000psi đến 1700psi (6890-11713 KPa), từ 1700psi đến 2200psi (11713-1378 KPa), từ 2200psi đến 2700psi (1378-18603 KPa), từ 2700psi đến 3300psi (18603-22737 KPa), từ 3300psi đến 3800psi (22737-26182 KPa), từ 3800psi đến 4300psi (26182-29627 KPa), hoặc từ 4300psi đến 5000psi (29627-34450 KPa). 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 ướt 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 khối lượng đến 35 phần trăm khối lượng, ví dụ, từ 6 phần trăm khối lượng đến 9 phần trăm khối lượng, từ 9 phần trăm khối lượng đến 12 phần trăm khối lượng, từ 12 phần trăm khối lượng đến 16 phần trăm khối lượng, từ 10 phần trăm khối lượng đến 28 phần trăm khối lượng, từ 16 phần trăm khối lượng đến 20 phần trăm khối lượng, từ 20 phần trăm khối lượng đến 24 phần trăm khối lượng, từ 24 phần trăm khối lượng đến 28 phần trăm khối lượng, hoặc từ 28 phần trăm khối lượng đến 30 phần trăm khối lượng, tính theo khối 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 khối lượng hoặc ít nhất là 15 phần trăm khối lượng, tính theo khối lượng của huyền phù đặc (ví dụ, nằm trong khoảng từ 12% khối lượng đến 35% khối lượng hoặc từ 15,1% khối lượng đến 35% khối lượng, hoặc từ 20% khối lượng đến 35% khối 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 khối lượng) của huyền phù đặc silic oxit (và trong huyền phù đặc 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 ướt này để đạt được tỷ lệ mong muốn giữa silic oxit và cao su (tinh theo phr) trong sản phẩm cuối.

Các chi tiết về thể phân tán chứa 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 chứa 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 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 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% khối lượng đến 35% khối lượng, từ 10% khối lượng đến 28% khối lượng, từ 12% khối lượng đến 25% khối lượng, hoặc từ 15% khối lượng đến 30% khối lượng, tính theo khối 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 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 trong 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 hoặc thể phân tán dạng hạt 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 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% khối lượng đến 35% khối lượng (tính theo khối lượng của thể phân tán), ví dụ, nằm trong khoảng từ 8% khối lượng đến 35% khối lượng, từ 10% khối lượng đến 28% khối lượng, từ 12% khối lượng đến 25% khối lượng, từ 15% khối lượng đến 30% khối 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 hoặc chứa silic oxit 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 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 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 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 C_1-C_4 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% khối lượng đến 7,5% khối lượng, ví dụ, nằm trong khoảng từ 1,5% khối lượng đến 7,5% khối lượng hoặc lớn hơn (tính theo tổng khối 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 chứa silic oxit cùng với 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% khối lượng đến 2% khối lượng hoặc lớn hơn, ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,5 hoặc 1% khối lượng đến 1,6 % khối lượng (tính theo khối 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 chứa silic oxit.

Khi thể phân tán đã được làm mất ổn định chứa silic oxit được tạo ra với việc bổ sung nhất một muối, thì nồng độ muối trong thể phân tán 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 đã được làm mất ổn định chứa silic oxit 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 đã được làm mất ổn định này có thể được tạo ra bằng cách sử dụng các hạt silic oxit đã được xử lý để bao gồm lượng thích hợp các nhóm chức bề mặt mang điện tích đương 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 klý bề mặt như vậy. Nhóm chức mang điện tích dương n 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-trimetylamoni 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 mang 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% khối lượng đến 70% khối lượng tính theo tổng khối lượng của lactec 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% khối lượng hoặc lớn hơn, như 50% khối lượng hoặc lớn hơn, hoặc 60% khối lượng hoặc lớn hơn, hoặc 70% khối lượng hoặc lớn hơn, ví dụ, nằm trong khoảng từ 40% khối lượng đến 90% khối lượng tính theo khối 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 ướt 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 bọt (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 lactec này. Thông thường, các nhà sản xuất latec tách bùn cho latec bằng cách bổ sung điamoni 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 tetrametylthiuram đisulfua 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 ướt 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% khối lượng đến 90% khối lượng tính theo khối 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% khối lượng đến 70% khối 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 ánế 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 lương 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/rct15,85940). 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-butađien, styren, izopren, isobutylen, 2,3-đialkyl-1,3-butađien, 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 (Tg), 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-butađien (SBR), cao su thiên nhiên và các dẫn xuất của nó như cao su đã được clo hóa, polybutađien, polyizopren, poly(styren-co-butađien) 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 butađien có khoảng từ 10 phần trăm khối lượng tới khoảng 70 phần trăm khối lượng styren và khoảng từ 90 tới khoảng 30 phần trăm khối lượng butađien như copolyme gồm 19 phần styren và 81 phần butađien, copolyme gồm 30 phần styren và 70 phần butađien, copolyme gồm 43 phần styren và 57 phần butađien và copolyme gồm 50 phần styren và 50 phần butađien; các polyme và các copolyme của các đien liên hợp như polybutađien, polyizopren, polycloropren, và tương tự, và các copolyme của các đien liên hợp này có nhóm monome chứa nhóm etylen dễ trùng hợp với nó như styren, metyl styren, clostyren, acrylonitril, 2-vinyl-pyriđin, 5-metyl-2-vinylpyriđin, 5-etyl-2-vinylpyriđin, 2-metyl-5-vinylpyriđin, 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 đialkylacrylic. 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 sụ 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 hoás, khác nhau và/hoặc các chất phụ gia khác.

Lượng silic oxit (phần khối lượng cho 100 phần khối 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 này có thể tùy ý bao gồm một lượng muội than dùng để tạo màu, độ dẫn, và/hoặc độ bền UV và/hoặc cho các mục đích khác.

Như được chỉ định, muội than có trong hợp thể đàn hồi (loại gia cường và loại không gia cường) có thể nằm trong khoảng, ví dụ, từ 10% khối lượng đến 55%

khối lượng, hoặc từ 10% khối lượng đến 50% khối lượng, hoặc từ 15 đến 40% khối lượng, tính theo khối 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 lốp gia cường hoặc bán gia cường và các muội than tương tự.

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 và muội than 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 và muội than 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 lăn);

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;

tuỳ 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, pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn hoặc nửa rắn có mặt 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 và muội than dạng rắn hoặc nửa rắn có thể được ép, ví dụ, giữa các tấm 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% khối lượng.

Nói chung, các bước xử lý sau có thể bao gồm bước ép hợp thể đàn hồi để loại bỏ khoảng 1% khối lượng tới khoảng 15% khối lượng hoặc nhiều hơn, pha chất lưu trong nước, tính theo tổng khối lượng của hợp thể đàn hồi. Máy ép đùn làm mất nước có thể làm cho hợp thể đàn hồi 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 khối lượng đều được tính theo tổng khối 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 xuống còn khoảng 35% khối lượng hoặc các lượng khác. Hàm lượng nước tối ưu có thể thay đổi tuỳ 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 khối lượng được tính theo tổng khối 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 tuỳ 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, eX truding) 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 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 sơm 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 nhiệt độ cần phải được được duy trì ở mức đủ thấp độ tránh việc cao su bị liên kết ngang trong quá trình làm nhuyễn.

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 (tức là, (các) hợp thể đàn hồi giống hoặc khác, chứa silic oxit và/hoặc muội than), chất chống oxy hoá, chất kết hợp, chất dẻo hoá, chất bổ 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 latec trong quy trình trộn được mô tả ở trên và các thể đàn hồi như EPDM không sẵn có ở dạng latec 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-butađien, styren, izopren, isobutylen, 2,3-đialkyl-1,3-butađien, trong đó alkyl có thể là metyl, etyl, 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 imiđazol, muối kim loại của carbamat, para-phenylen điamin và/hoặc đihyđrotrimetylquinolin, 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-đimetylbutyl)-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-đihyđro-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), butylhyđroxytoluen (BHT), và butylhyđroxyanisol (BHA), và các chất tương tự. Các chất chống oxy hoá tiêu biểu khác có thể là, ví dụ, điphenyl-p-phenylenđiamin 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.

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)đisulfan (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-trimetoxy 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 đineoalkanolatođi(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% khối lượng đến 40% khối lượng, ví dụ, nằm trong khoảng từ 5% khối lượng đến 20% khối lượng, hoặc từ 20% khối lượng đến 30% khối 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 nhuyễn 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 nhuyễn 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 nhuyễn trong máy trộn trong. Theo cách khác hoặc ngoài ra, sản phẩm đã được làm mất nước đã được làm nhuyễn trong máy trộn Banbury hoặc Brabender có thể được làm nhuyễn tiếp trong máy nghiền hở.

Theo một phương án tùy chọn, sản phẩm đã được làm nhuyễn có thể được xử lý tiếp trong máy nghiền hở. Sản phẩm đã được làm nhuyễn 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 nhuyễn 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 nhuyễn 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 nhuyễn 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 và muội than 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, mành 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, đế 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, đùm trục 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, xyclon và hyđroxyclon, 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 trục 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 đã biết khác trong lĩnh vực kỹ thuật này, bao gồm các chất phụ gia được mô tả ở trên liên quan tới sản phẩm đã được làm mất nước, tới hợp thể đàn hồi đã được làm khô, tùy thuộc vào ứng dụng được mong muốn.

Sáng chế cũng đề cập đến hợp thể đàn hồi được tạo ra bởi một hoặc nhiều phương pháp bất kỳ được mô tả trong bản mô tả của sáng chế. Theo sáng chế này, sản phẩm có pha cao su chứa silic oxit và muội than dạng rắn có thể được tạo ra và có ít nhất 25phr silic oxit (ví dụ, ít nhất là 29phr, ít nhất là 35phr, ít nhất là 40phr silic oxit) được phân tán trong cao su (như cao su thiên nhiên) và ít nhất là 40% khối lượng của chất lưu dạng nước và có kích thước chiều dài (L), trong đó sản phẩm có pha cao su chứa silic oxit và cacbon dạng rắn có thể kéo giãn được ít nhất là 130 tới 150% (L) mà không đứt. Sản phẩm có pha cao su chứa silic oxit và muội than dạng rắn có thể có ít nhất là 10phr muội than được phân tán trong cao su (ví dụ cao su thiên nhiên), như ít nhất là 10phr muội than, ít nhất là 15phr muội than, hoặc ít nhất là 20phr muội than.

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

Sáng chế sẽ được làm rõ hơn bằng các ví dụ sau đây được dùng chỉ nhằm 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% khối lượng. "Latec cô đặc" là latec cô đặc (loại amoniac cao, của hãng Muhibbah Lateks Sdn Bhd, Malaysia, hoặc của hãng Chemionics Corporation, Tallmadge, Ohio) được pha loãng khoảng 50% đến hàm lượng cao su khô khoảng 30% khối lượng bằng cách sử dụng nước tinh khiết hoặc nước có amoniac với lượng nằm trong khoảng từ 0,6% khối lượng đến 0,7% khối lượng. Trừ khi có quy định khác, "silic oxit" là silic oxit kết tủa ZEOSILÒ Z1165 MP của hãng Solvay USA Inc., Cranbury, NJ (formerly Rhodia).

Phân tích nhiệt trọng

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

Hàm lượng nước của sản phẩm

Cắt vật liệu thử nghiệm thành mẩu có kích thước cỡ milimét 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 đạt khối lượng không đổi.

Điện thế zeta của huyền phù đặc

Trong các ví dụ này, điện thế zeta của huyền phù đặc vật liệu dạng 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 tới 60% thể tích. Trước tiên, thiết bị được định chuẩn bằng cách sử dụng chất lưu định chuẩn KSiW của hãng Colloidal Dynamics (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 khấu 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™ của hãng Colloidal Dynamics. Các trị số điện thế zeta có thể là âm hoặc dương phụ thuộc vào cực điện tích trên hạt. "Trị số" 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). Trị số điện thế zeta phản ánh mức độ đẩy tĩnh điện giữa các hạt mang điện tích tương tự trong thể phân tán. Trị số điện thế zeta càng cao, thì càng hạt càng ổn định hơn trong thể phân tán. Việc đo điện thế zeta được thực hiện trên huyền phù đặc silic oxit dạng hạt được tạo ra như được mô tả dưới đây.

Cân khối lượng silic oxit khô và tổ hợp với nước đã được khử ion bằng cách sử dụng đồ chứa loại 5 galon (18,93L) và máy trộn dùng trong phòng thí nghiệm có lực cắt cao cùng bộ khuấy có nắp bảo vệ (Silverson Model AX3, Silverson Machines, Inc., East Longmeadow, MA; vận hành ở từ 5200 đến 5400 vòng/phút trong khoảng từ 30 phút đến 45 phút). Sau khi silic oxit được phân tán hỗn độn trong nước và có thể bơm được, huyền phù đặc silic oxit được chuyển nhờ bơm nhu động (hệ thống điều khiển và dẫn động Masterflex 7592-20, đầu bơm 77601-10 bằng cách sử dụng ống I/P 73; Cole-Palmer, Vernon Hills, IL) vào trong vòng trộn có máy trộn roto-stato tác đông cắt mạnh trực tiếp (Silverson Model 150LB nằm sau bơm nhu động, vận hành ở 60Hz) trong bể vận hành (bình có cổ 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 với 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 đỉnh (Ika Eurostar power control visc-P7; IKA-Works, Inc., Wilmington, NC) có cánh neo cắt thấp quay khoảng 60 vòng/phút được sử dụng trong bể vận hành để ngăn không cho tạo gel hoặc lắng đọng hạt silic oxit. Axit (axit formic hoặc axit axetic, loại chất phản ứng của hãng Sigma Aldrich, St. Louis, MO) hoặc muối (canxi nitrat, canxi clorua, canxi axetat hoặc nhôm sulfat, loại chất phản ứng của hãng Sigma Aldrich, St. Louis, MO) được bổ sung vào huyền phù đặc này trong bể vận hành sau khi nghiền. Lượng silic oxit trong huyền

phù đặc 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 ví dụ B

Khi được chỉ định trong các ví dụ dưới đây, phương pháp làm ví dụ được thực hiện dùng quy trình ví dụ B. Trong quy trình B, cân khối lượng silic oxit khô và được kết hợp với nước đã được khử ion bằng cách sử dụng bình loại 5 galon (18,93L) và máy trộn phòng thí nghiệm cắt cao với dụng cụ khuấy được đậy 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). Sau khi silic oxit được phân tán hỗn độn vào nước và có khả năng bơm được, huyền phù đặc silic oxit được chuyển nhờ bơm nhu động (hệ thống điều khiển dẫn động Masterflex 7592-20, đầu bơm 77601-10 sử dụng ống I/P 73; Cole-Palmer, Vernon Hills, IL) vào vòng trộn có máy trộn roto-stato tác động cắt mạnh đồng trục (Silverson Model 150LB nằm sau bơm nhu động, vận hành ở 60Hz) trong bể vận hành (bình có cổ đáy cong loại 30 galon (113,56L)) và được nghiền để phá vỡ tiếp khối kết tụ silic oxit và hạt còn lại bất kỳ. Huyền phù đặc 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 đặc (>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 đỉnh (Ika Eurostar power control visc-P7; IKA-Works, Inc., Wilmington, NC) có cánh tác động cắt nhẹ quay ở khoảng 60 vòng/phút được sử dụng trong bể vận hành để tránh tạo gel hoặc lắng đọng hạt silic oxit. Axit (axit formic hoặc axit axetic, loại chất phản ứng của hãng Sigma Aldrich, St. Louis, MO) hoặc muối (canxi nitrat, canxi clorua, canxi axetat hoặc muối nhôm sulfat, loại chất phản ứng của hãng Sigma Aldrich, St. Louis, MO) được bổ sung vào huyền phù đặc trong bể vận hành sau khi nghiền.

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

chỉnh nằm trong khoảng từ 25kg/giờ đến 250kg/giờ để cải biến tỷ lệ giữa silic oxit và cao su của hợp thể đàn hồi.

Khi silic oxit được phân tán kỹ trong nước, bơm huyền phù đặc từ bể vận hành nhờ bơm định lượng kiểu màng (LEWA-Nikkiso America, Inc., Holliston, MA) qua bộ giảm chấn xung (để làm giảm sự dao động áp suất do tác động của màng ngăn) vào vùng phản ứng hoặc bể vận hành qua bộ nối vòng tuần hoàn "T". Hướng của huyền phù đặc này được điều khiển bởi hai van cầu dẫn động bằng khí, một van dẫn hướng huyền phù đặc vào vùng phản ứng và van còn lại dẫn hướng huyền phù đặc vào bể vận hành. Khi sẵn để trộn huyền phù đặc silic oxit với latec, đường ống nạp cửa nạp thứ nhất (3) vào vùng phản ứng được tăng áp đến khoảng từ 100psi đến 150psi (689-1033 KPa) bằng cách đóng cả hai van. Van hình cầu này dẫn hướng huyền phù vào vùng phản ứng tiếp theo được mở và huyền phù đặc silic oxit tăng áp được nạp vào vòi phun (đường kính trong nằm trong khoảng từ 0,020'' đến 0,070" (0,5-17cm)) (3a) được thể hiện trên Fig.1(b), ở áp suất ban đầu nằm trong khoảng từ 100psi đến 150psi (689-1033 KPa), sao cho huyền phù được đưa dưới dạng dòng vận tốc cao vào vùng phản ứng. Khi tiếp xúc với latec trong vùng phản ứng, dòng huyền phù đặc silic oxit chảy ở vận tốc nằm trong khoảng từ 15m/giây đến 80m/giây cuốn theo latec chảy với tốc độ nằm trong khoảng từ 0,4m/giây đến 5m/giây. Trong các ví dụ theo các phương án của sáng chế, sự tác động của huyền phù đặc silic oxit lên latec làm trộn nhuyễn vào nhau hạt silic oxit với hạt cao su chứa latec và cao su được kết tụ, chuyển hoá huyền phù đặc silic oxit và latec thành hợp thể đàn hồi chứa hạt silic oxit và từ 40% khối lượng đến 95% khối lượng nước được bẫy trong pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn. Việc điều chỉnh được thực hiện đối với lưu lượng huyền phù đặc silic oxit (từ 40kg/giờ đến 80kg/giờ) hoặc lưu lượng latec (từ 25kg latec/giờ đến 300kg latec/giờ) hoặc cả hai, để cải biến tỷ lệ giữa silic oxit và cao su (ví dụ, từ 15phr đến 180phr silic oxit) trong sản phẩm thu được và đạt được năng suất liên tục mong muốn (từ 30kg/giờ đến 200kg/giờ tính theo vật liệu khô). Tỷ lệ cụ thể giữa silic oxit và cao su (phr) sau khi làm mất nước và làm khô được liệt kê trong các ví dụ dưới đây.

Quy trình làm mất nước B

Vật liệu tháo ra khỏi vùng phản ứng được thu hồi và được kẹp giữa hai tấm nhôm bên trong khuôn kẹp. Tiếp theo, "bánh kẹp" được chèn vào giữa hai tấm ép của máy ép thuỷ lực. Với áp lực 2500psi (3445KPa) tác động lên các tấm ép bằng nhôm này, nước bị bẫy trong sản phẩm cao su được vắt ép ra. Nếu cần, vật liệu đã được vắt ép này được cuộn gập thành mẩu 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 sao su thấp hơn 40% khối lượng.

Quy trình làm khô và làm nguội B

Đặt sản phẩm đã đã được làm mất nước này vào trong máy trộn Brabender (300cc) để làm khô và làm nhuyễn để tạo ra hợp thể đàn hồi đã được làm mất nước đã được làm nhuyễn. Vật liệu đã được làm mất nước thỏa đáng được nạp vào máy trộn để phủ đầy các 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 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. Do vật liệu trong máy trộn bị nở nhờ việc làm bay hơi, nên vật liệu tràn đầy bất kỳ được loại bỏ nếu cần. Một trong hai hoặc cả hai chất hợp silan (silan NXT, của hãng Momentive Performance Materials, Inc., Waterford, NY; 8% khối lượng silan tính theo khối lượng silic oxit) và/hoặc chất chống oxy hoá (6-PPD, N-(1,3-đimetylbutyl)-N'-phenyl-*p*-phenylendiamin, Flexsys, St. Louis, MO) tuỳ 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 nhiệt độ nằm trong khoảng 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% khối lượng.

Tạo ra hợp chất cao su

Hợp thể đàn hồi được làm khô thu được bởi bất kỳ trong số các quy trình được nêu trên được hóa hợp theo công thức trong Bảng A và quy trình được nêu trong Bảng B. Đối với hợp thể đàn hồi silic oxit trong đó silan hoặc chất chống oxy

hoá được bổ sung vào trong quá trình làm khô, chế phẩm cuối như được xác định trong Bảng A. Lượng chất kết hợp 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 (silan NXT **)	0,08 x (phr silic oxit)
ZnO	4
Axit stearic	2
DPG***	1,5
Cure RiteÒ BBTS****	1,5
Lưu huỳnh	1,5

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

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

*** DiphenylGuanidine (Akrochem, Akron, OH)

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

NR = cao su thiên nhiên

S = như đã nêu

Bảng B

	Time (min)	Vận hành
Giai đoạn 1		Máy trộn Brabender (300cm^3), hệ số điền đầy 65%, 60 vòng/phút 100° C
	0	Bổ sung hợp thể cao su-silic oxit
	1	Bổ sung chất kết hợp silan, nếu cần
		Giữ trong 2 phút bắt đầu ở 150°C
	2	Đảo và bổ sung 6PPD và trộn trong 1 phút nữa ở 150°C
	3	Đảo
		Kết xuất, 160 °C
		Đi qua máy cán trục 6x
Giai đoạn 2		Máy trộn Brabender (300 cm3), hệ số điền đầy 63%, 60 vòng/phút 100° C
	0	Bổ sung hợp chất giai đoạn 1
	1	Bổ sung kẽm oxit và axit stearic
	2	Đảo
	4	Kết xuất, 150 °C
		Đi qua máy cán trục 6x
Giai đoạn 3		Máy trộn Brabender (300 cm3), hệ số điền đầy 63%, 60 vòng/phút 100° C
	0	Bổ sung hợp chất giai đoạn 2, lưu huỳnh và các chất xúc tiến
	0,5	Đảo
	1	Kết xuất
		Cán trong một phút với dải thích hợp. Lấy ra và thực hiện 6 trục đầu ra. Xuất tấm với chiều dày yêu cầu

Quá trình lưu hoá được tiến hành trong máy ép nhiệt ở 150°C trong khoảng thời gian được xác định bởi lưu biến kế cao su thông thường (tức là, T90 + 10% của T90, trong đó T90 là khoảng thời gian để đạt mức lưu hoá 90%).

Các tính chất của cao su/silic oxit

Các tính chất chịu kéo của các mẫu đã lưu hoá (T300 và T100, độ giãn dài khi đứt, độ bền kéo) được đo theo tiêu chuẩn ASTM D-412. Tang delta 60° được xác định bằng cách quét ứng biến dạng động khi xoắn trong khoảng 0,01% và 60% ở tần số 10Hz và 60°C. Tan d_{max} được lấy theo gia trị tối đa của tan d 60 trong khoảng kéo căng này.

Ví dụ 1

Huyền phù đặc silic oxit có 27,8% khối lượng silic oxit ZeosilÒ 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% khối lượng để tạo ra dãy huyền phù đặc silic oxit với các nồng silic oxit khác nhau. Điện thế zeta của các phù đặc silic oxit khác nhau được đo để thể hiện mỗi 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 silic oxit, như được thể hiện trong bảng 1, dường như phụ thuộc vào nồng độ silic oxit khi huyền phù đặc 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 tấm huyền phù đặc 27,8% khối 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 silic oxit được tạo ra bằng cách sử dụng nước đã khử ion

Nồng độ silic oxit trong huyền phù đặc (khối lượng/khối 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 silic oxit được tạo ra bằng cách pha loãng huyền phù đặc silic oxit 27,8% khối lượng bằng cách sử dụng dịch nổi trên bề mặt của huyền phù đặc silic oxit 27,8% khối lượng.

Nồng độ silic oxit trong huyền phù đặc (khối lượng/khối 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 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 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 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 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 silic oxit và huyền phù đặc 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 silic oxit làm giảm trị sô điện thế zeta, do đó làm giảm độ ổn định của huyền phù đặc 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 (% khối 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 silic oxit và huyền phù đặc 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 hoạ. 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 khối lượng của cao su khô) silic oxit. Huyền phù đặc silic oxit hoặc huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định và latec được trộn bằng

cách kết hợp dòng latec vân tốc thấp và dòng vận tốc cao của huyền phù đặc silic oxit hoặc huyền phù đặc đã được làm mất ổn định thông qua việc cuốn theo dòng latec trong dòng huyền phù đặc silic oxit hoặc huyền phù đặc 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% khối lượng silic oxit cùng với 6,2% khối 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 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 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 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% khối lượng đến 85% khối 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% khối lượng silic oxit cùng với 6,2% khối 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 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 a 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% khối lượng đến 75% khối lượng nước tính theo khối 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% khối 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% khối lượng silic oxit mà không có axit axetic được tạo ra theo quy trình B nêu trên. Huyền phù đặc 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 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% khối 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 a 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 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 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 bất 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 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 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 thoả 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

Quy trình ví dụ A-1

Như được thể hiện trong các ví dụ dưới đây, phương pháp được tiến hành bằng cách sử dụng quy trình ví dụ A-1.Trong quy trình A-1, silic oxit khô kết tủa và nước (nước máy đã được lọc để loại bỏ vật chất dạng hạt) được định lượng và được trộn và sau đó được nghiền trong máy nghiền roto-stato để tạo ra huyền phù đặc silic oxit, và huyền phù đặc dạng hạt này được nghiền tiếp trong thùng cấp nhờ sử dụng máy khuấy và một máy nghiền roto-stato khác. Sau đó, huyền phù đặc silic oxit này được chuyển vào thùng vận hành được lắp hai máy khuấy. Quy trình giống như được áp dụng để tạo ra huyền phù đặc silic oxit được sử dụng để tạo ra huyền phù đặc muội than từ muội than khô (muội than loại N-134 của hãng Cabot Corporation). Huyền phù đặc muội than này được bổ sung vào bên trên của huyền phù đặc silic oxit trong thùng vận hành này. Huyền phù đặc silic oxit-muội than được tái tuần hoàn từ thùng vận hành qua thiết bị làm đồng nhất và đưa trở lại thùng vận hành. Sau đó, dung dịch axit (axit formic hoặc axit axetic, loại công nghiệp của hãng Kong Long Huat Chemicals, Malaysia) được bơm vào thùng vận hành. Huyền phù đặc này được duy trì ở dạng được phân tán nhờ việc khuấy và, tùy ý, nhờ vòng tuần hoàn trong thùng vận hành. Sau một khoảng thời gian thích hợp, huyền phù đặc silic oxit-muội than được cấp vào vùng phản ứng được giới hạn (13), như được thể hiện trên Fig.1a, nhờ thiết bị làm đồng nhất. Nồng độ của

silic oxit và muội than trong huyền phù đặc này và nồng độ của axit được chỉ ra trong các ví dụ cụ thể sau đây.

Latec được bơm bằng bơm nhu động (ở áp suất nhỏ hơn khoảng 40psi (275,6KPa)) qua cửa nạp thứ hai (11) vào vùng phản ứng (13). Lưu lượng latec được điều chỉnh nằm trong khoảng 300-1600kg latec/giờ để đạt được năng suất và lượng silic oxit-muội than được mong muốn trong sản phẩm thu được. Huyền phù đặc chứa axit đã được làm đồng nhất, được bơm dưới áp suất từ thiết bị làm đồng nhất vào vòi phun (đường kính trong (ID) là 0,060"-0,130") (3a), được thể hiện bằng cửa nạp thứ nhất (3) trên Fig.1(a), để sao cho huyền phù đặc này được đưa vào ở dạng dòng tốc độ cao vào vùng phản ứng. Khi tiếp xúc với latec trong vùng phản ứng, dòng huyền phù đặc silic oxit có vận tốc nằm trong khoảng từ 25 m/giây đến 120m/giây bị cuốn theo dòng late có vận tốc nằm trong khoảng từ 1 m/giây đến 11m/giây. Trong các ví dụ theo các phương án của sáng chế, tác động của huyền phù đặc silic oxit-muội than lên latec làm trộn nhuyễn vào nhau các hạt silic oxit-muội than với các hạt cao su của latec, và cao su được làm đông tụ, biến đổi huyền phù đặc silic oxit-muội than và latec thành vật liệu bao gồm pha cao su liên tục chứa silic oxit-muội than dạng rắn hoặc nửa rắn chứa 40 tới 95% khối lượng nước, tính theo tổng khối lượng của vật liệu, được ngậm trong vật liệu này. Việc điều chỉnh được thực hiện đối với lưu lượng huyền phù đặc (500-1800kg/giờ), hoặc lưu lượng latec (300-1800kg/giờ), hoặc cả hai, để làm thay đổi tỷ lệ giữa silic oxit và cao su (ví dụ, 15-180phr silic oxit) trong sản phẩm cuối, và để đạt được năng suất mong muốn. Năng suất (trên cơ sở vật liệu khô) nằm trong khoảng 200-800kg/giờ. Hàm lượng silic oxit cụ thể (bởi pháp phân tích TGA) trong cao su sau khi làm mất nước và làm khô vật liệu này được liệt kê trong các ví dụ dưới đây.

Quy trình làm mất nước A-1

Vật liệu được tháo ra khỏi vùng phản ứng ở áp suất môi trường với lưu lượng nằm trong khoảng từ 200 đến 800kg/giờ (khối lượng khô) vào 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 tâm khuôn nằm trong khoảng từ 400 đến 1300psi và công suất

nằm trong khoảng từ 80kW đến 125kW. Trong máy ép đùn này, cao su chứa silic oxit-muội than được ép và nước được vắt ép ra khỏi cao su chứa silic oxit-muội than được phun qua trống có rãnh của máy ép đùn. Sản phẩm đã được làm mất nước này thường chứa khoảng từ 15 đến 60% khối lượng nước thu được ở cửa xả của máy ép đùn.

Quy trình làm khô và làm nguội A-1

Sản phẩm đã được làm mất nước này được nhỏ giọt vào máy hóa hợp liên tục (Farrel Continuous Mixer (FCM), Farrel Corporation, Ansonia, CT; với #7 và 15 roto) ở đó nó được làm khô, được nghiền và được trộn với từ 1 đến 2phr chất chống oxy hoá (ví dụ, 6PPD của hãng Flexsys, St. Louis, MO) và tuỳ ý, chất kết hợp silan (ví dụ, silan NXT, của hãng Momentive Performance Materials, Inc., Waterford, NY; 8% khối lượng silan tính theo khối lượng silic oxit). Nhiệt độ của áo 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% khối lượng đến 5% khối lượng. Sản phẩm này còn được nghiền và làm nguội tiếp trên máy nghiền hở. Tấm cao su của hợp thể đàn hồi được cắt trực tiếp từ máy nghiền hở, được cuộn và được làm nguội trong không khí.

Tạo ra hợp chất cao su

Hợp thể đàn hồi được làm khô thu được bởi quy trình A-1 được hóa hợp theo công thức trong Bảng C và quy trình được nêu trong Bảng D. Đối với các hợp thể đàn hồi trong đó silan hoặc chất chống oxy hoá được bổ sung vào trong quá trình làm khô, chế phẩm cuối như được xác định trong Bảng C. Lượng chất kết hợp 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 C

Thành phần	phr
NR trong hợp thể	100
Muội than trong hợp thể	S
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 RiteÒ BBTS****	1,5
Lưu huỳnh	1,5

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

**Thành phần hoạt tính chính: S-(3-(trietoxysilyl)propyl)octanthioat (Momentive, Friendly, WV)

*** DiphenylGuanidine (Akrochem, Akron, OH)

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

NR = cao su thiên nhiên

S = như đã nêu

Bảng D

	Thời gian (phút)	Vận hành
Giai đoạn 1		Máy trộn Brabender (300 cm3), hệ số điền đầy 65%, 60 vòng/phút 100° C
	0	Add cao su-silic oxit-muội than hợp thể
	1	Bổ sung chất kết hợp silan, nếu cần
		Giữ trong 2 phút bắt đầu ở 150 °C
	2	Đảo và bổ sung 6PPD và trộn trong 1 phút nữa ở 150°C
	3	Đảo
		Kết xuất, 160°C
		Đi qua máy cán trục 6x
Giai đoạn 2		Máy trộn Brabender (300cm^3), hệ số điền đầy 63%, 60 vòng/phút 100° C
	0	Bổ sung hợp chất giai đoạn 1
	1	Bổ sung kẽm oxit và axit stearic
	2	Đảo
	4	Kết xuất, 150 °C
		Đi qua máy cán trục 6x
Giai đoạn 3		Máy trộn Brabender (300cm^3), hệ số điền đầy 63%, 60 vòng/phút, 100° C
	0	Bổ sung hợp chất giai đoạn 2, lưu huỳnh và các chất xúc tiến
	0,5	Đảo
	1	Kết xuất
		Cán trong một phút với dải thích hợp. Lấy ra và thực hiện 6 trục đầu ra. Xuất tấm với chiều dày yêu cầu

Quá trình lưu hoá được tiến hành trong máy ép nhiệt ở 150°C trong khoảng thời gian được xác định bởi lưu biến kế cao su thông thường (tức là, T90 + 10% của T90, trong đó T90 là khoảng thời gian để đạt mức lưu hoá 90%).

Tính chất của hợp chất cao su/silic oxit-muội than

Các tính chất chịu kéo của các mẫu đã lưu hoá (T300 và T100, độ giãn dài khi đứt, độ bền kéo) được đo theo tiêu chuẩn ASTM D-412. Tang delta 60° được xác định bằng cách quét ứng biến dạng động khi xoắn trong khoảng 0,01% và 60% ở tần số 10Hz và 60 °C. Tan d_{max} được lấy theo gia trị tối đa của tan d 60 trong khoảng kéo căng này.

Trong các ví dụ này, quy trình 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 4, sử dụng quy trình A-1 được mô tả ở trên. Các điều kiện vận hành được chọn để tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn với tỷ lệ giữa silic oxit-muội than và cao su được nêu trong Bảng 4.

Bảng 4

Ví dụ	Nồng độ silic oxita trong Huyền phù đặc (% khối lượng)	Nồng độ muội than[a] trong huyền phù đặc (% khối lượng)	Loại latec	Hàm lượng cao su trong latec (DRC) (% khối lượng)	% khối lượng NH_3 của latec (% khối lượng)	Loại muối	Nồng độ muối trong huyền phù đặc (% khối lượng)	Zeta Potential (Est.)[b] (mV)
4-1	15	1,5	Mủ	32,8	0,66	N/A	0,00	-11,3
4-2	12,3	2,7	Mủ	32,8	0,66	N/A	0,00	-15,0
4-3	12,3	2,7	Mủ	32,8	0,66	N/A	0,00	-15,0
4-4	12,3	2,7	Mủ	32,8	0,66	N/A	0,00	-15,0
4-5	12,3	2,7	Mủ	32,8	0,66	N/A	0,00	-15,0
4-6	12,3	2,7	Mủ	32,8	0,66	N/A	0,00	-15,0
4-7	12,3	2,7	Mủ	32,8	0,66	N/A	0,00	-15,0
4-8	12,3	2,7	Mủ	32,8	0,66	N/A	0,00	-15,0
4-9	12,3	2,7	Mủ	32,8	0,66	N/A	0,00	-15,0

N/A = không áp dụng, ND= Không xác đinhk

a. Toàn bộ các ví dụ đều sử dụng silic oxit kết tủa ZEOSILÒ Z1165 MP. Toàn bộ các ví dụ đều sử dụng muội than N134 của hãng Cabot Corporation.

b. 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)

Ví dụ	Loại axit	% khối lượng axit trong huyền phù đặc (% khối lượng)	Tỷ lệ mol axit/ NH_3	Vận tốc vòi phun nạp[c] (m/giây)	Lượng silic oxit thực tế (phr)	Lượng muội than thực tế (phr)	Lưu lượng huyền phù đặc[d] (L/giờ)	Lưu lượng latec[d] (L/giờ)	Tỷ lệ dòng giữa huyền phù đặc và latec (thể tích/thể tích)
4-1	Formic	2,00	1,59	41	44	6	800	626	1,278
4-2	Axetic	5,07	4,64	42	44	15	800	411	1,947
4-3	Axetic	5,07	4,64	42	44	15	800	411	1,947
4-4	Axetic	5,07	3,77	42	34,2	13,5	800	506	1,582
4-5	Axetic	5,07	3,77	65	30,4	10,6	800	506	1,582
4-6	Axetic	5,07	4,64	65	37	14,6	800	411	1,947
4-7	Axetic	5,07	4,64	42	29,5	9,1	800	411	1,947
4-8	Axetic	5,07	4,64	42	44,2	13,8	800	411	1,947
4-9	Axetic	5,07	4,64	42	43,6	13,6	800	411	1,947

c. Vận tốc vòi phun nạp là vận tốc của huyền phù đặc silic oxit-muội than 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 silic oxit-muội than và chất lưu latec, lần lượt được phân phối vào vùng phản ứng.

Trong tất cả các ví dụ ở trên trong bảng 4, các điều kiện vận hành được chọn để thu được pha cao su liên tục chứa silic oxit muội than dạng rắn ở dạng hình trụ thô. Sản phẩm này có chứa một lượng lớn nước, có tính đàn hồi và dễ nén, và đẩy nước và giữ lại lượng chất rắn khi ép bằng tay. Vật liệu dạng rắn này có thể kéo giãn được, ví dụ, vật liệu này có thể kéo giãn hoặc kéo dài tới 130-150% chiều

dài ban đầu của nó, mà không đứt. Một số tính chất cao su của các hợp thể được tạo ra được thể hiện trong Bảng 5 ở dưới. Các hạt silic oxit và muội than được nhận thấy là có sự phân bố đồng nhất trong khắp pha cao su liên tục và sản phẩm này hầu như không chứa các hạt silic oxit tự do và các hạt silic oxit lớn, cả hai loại này đều nằm trên các bề mặt ngoài và bề mặt trong. Để tạo ra pha cao su liên tục chứa silic oxit-muội than, không chỉ silic oxit cần được làm mất ổn định (ví dụ, bởi việc xử lý trước bằng các axit và/hoặc các muối), mà các lưu lượng tính theo thể tích của huyền phù đặc silic oxit đã được làm mất ổn định so với latec cũng cần phải được điều chỉnh để không chỉ đạt được tỷ lệ mong muốn giữa silic oxit và cao su (phr) trong hợp thể đàn hồi, mà còn cả để làm cân bằng mức độ mất ổn định của huyền phù đặc với tốc trộn huyền phù đặc và latex và tốc độ đông tụ của các hạt cao su latec. Bằng cách điều chỉnh như vậy, khi huyền phù đặc silic oxit bị cuốn theo latec, làm phân bố kỹ các hạt silic oxit (và các hạt muội than) vào cao su, cao su trong latec trở thành pha liên tục dạng rắn hoặc nửa rắn, tất cả các quá trình đều diễn ra dưới 1 giây sau khi kết hợp các chất lưu trong thể tích được giới hạn của vùng phản ứng. Do vậy, quy trình này tạo ra hợp thể đàn hồi chứa silic oxit-muội than duy nhất nhờ bước tác động chất lưu liên tục được thực hiện với vận tốc, các lượng và nồng độ chất lưu được chọn, và các lưu lượng của chất lưu được điều chỉnh đủ để phân bố một cách đồng nhất và nhuyễn silic oxit dạng hạt mịn trong latec và, đồng thời với sự phân bố như vậy, xảy ra quá trình chuyển hoá từ pha lỏng sang pha rắn của cao su.

Bảng 5

Ví dụ số	T300/T100	Tan delta @ 60°C	Độ bền kéo (MPa)	Độ giãn dài khi đứt (%) * độ bền kéo (MPa)
4-1	5,19	0,089	32,20	535
4-2	4,98	0,113	29,31	463
4-3	4,99	0,106	29,74	455
4-4	5,78	0,084	34,72	529
4-5	5,60	0,093	31,37	468
4-6	5,35	0,110	31,86	504
4-7	4,86	0,127	29,64	448
4-8	4,85	0,123	29,45	446
4-9	4,48	0,118	29,61	457

Hợp thể đàn hồi được tạo ra từ các ví dụ này có các tính chất cao su có thể chấp nhận được và đặc biệt là có các tính chất T300/T100 có lợi cho hợp thể có silic oxit và muội than được phân tán trong hợp thể này. Như được thể hiện trong các ví dụ này, sản phẩm có pha cao su chứa silic oxit và muội than dạng rắn có thể chứa ít nhất 40phr silic oxit được phân tán trong cao su tự nhiên và ít nhất là 40% khối lượng của chất lưu dạng nước và có thể có kích thước chiều dài (L), trong đó sản phẩm có pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn có thể kéo giãn được ít nhất là 130% tới 150% (L) mà không đứt.

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

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 các hạt phân tán và bao gồm 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 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 hàm lượng silic oxit nằm trong khoảng từ 15phr đến 180phr (phr: phần khối lương cho 100 phần khối 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 đàn hồi nhằm tạo ra dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng nửa rắn,

trong đó ít nhất một chất lưu thứ nhất được tạo ra dưới dạng:

i) hai dòng bao gồm một dòng thể phân tán chứa muội than và một dòng thể phân tán đã được làm mất ổn định chứa silic oxit; hoặc

ii) một dòng đơn bao gồm thể phân tán chứa muội than và thể phân tán đã được làm mất ổn định chứa silic oxit; hoặc

iii) một dòng đơn của thể phân tán đã được làm mất ổn định bao gồm silic oxit và muội than.

2. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó ít nhất một chất lưu thứ nhất là thể phân tán đã được làm mất ổn định bao gồm silic oxit và muội than, và phương pháp này còn bao gồm bước kết hợp muội than khô, silic oxit khô, và môi trường nước để tạo ra thể phân tán đã được làm mất ổn định có ít nhất là 45% khối lượng silic oxit, trên cơ sở toàn bộ hạt, và muội than.

3. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó nó còn bao gồm, việc tiến hành ít nhất một bước xử lý cơ học một hoặc nhiều thể phân tán.

4. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó bước 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.

5. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó bước xử lý cơ học bao gồm việc nghiền thể phân tán này một hoặc nhiều lần.

6. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó bước xử lý cơ học làm giảm sự kết tụ hạt, và/hoặc điều chỉnh sự phân bố cỡ hạt.

7. 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 là 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 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 hàm lượng silic oxit nằm trong khoảng từ 15phr đến 180phr (phr: phần khối lượng cho 100 phần khối lượng cao su) trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit;

(c) tạo ra dòng liên tục muội than giả sôi ở dạng khô,

(d) kết hợp dòng chất lưu thứ nhất và dòng chất lưu thứ hai, và muội than này với động năng đủ để phân bố silic oxit và muội than trong latec đàn hồi để tạo ra dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit-muội than rắn hoặc dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit-muội than nửa rắn,

trong đó dòng muội than này được kết hợp với chất lưu thứ nhất trước bước (d), hoặc kết hợp với chất lưu thứ hai trước bước (d), hoặc được bổ sung vào ở bước (d).

8. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó muội than có mặt trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit với lượng nằm khoảng từ 10% khối lượng đến 50% khối lượng tính theo toàn bộ hạt có mặt trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit này.

9. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn tạo ra trong hai giây hoặc nhanh hơn sau khi kết hợp dòng chất lưu thứ nhất và dòng chất lưu thứ hai.

10. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn tạo ra trong khoảng thời gian 50miligiây tới 1500miligiây sau khi kết hợp dòng chất lưu thứ nhất và dòng chất lưu thứ hai.

11. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó chất lưu thứ nhất ở bước (1a) còn chứa ít nhất một muối.

12. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó chất lưu thứ nhất ở bước (1a) còn chứa ít nhất một axit.

13. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó 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% khối lượng đến 95% khối lượng .

14. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó bước kết hợp xảy ra trong vùng phản ứng có thể tích nằm trong khoảng từ 10mL đến 500mL.

15. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó các 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.

16. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó các 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.

17. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó các 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 bao gồm ít nhất một muối.

18. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó các 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 bao gồm ít nhất một axit.

19. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó latec đàn hồi bao gồm bazơ, thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định bao gồm ít nhất một axit, và tỷ lệ mol giữa các ion hydro trong axit trong chất lưu thứ nhất và bazơ trong chất lưu thứ hai nằm trong khoảng từ 1 đến 4,5.

20. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định bao gồm ít nhất một axit, và trong đó latec đàn hồi có mặt trong chất lưu thứ hai có nồng độ amoniac nằm trong khoảng từ 0,3% khối lượng đến 0,7% khối lượng tính theo khối lượng của latec đàn hồi, và tỷ lệ mol giữa các ion hydro trong axit trong chất lưu thứ nhất và amoniac trong chất lưu thứ hai ít nhất là 1:1.

21. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó hàm lượng silic oxit của hợp thể đàn hồi chứa silic oxit nằm trong khoảng từ 26phr đến 80phr.

22. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó hàm lượng silic oxit của hợp thể đàn hồi chứa silic oxit nằm trong khoảng từ 40phr đến 115phr.

23. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định xchứa silic oxit với lượng nằm trong khoảng từ 6% khối lượng đến 35% khối lượng.

24. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định chứa silic oxit với lượng nằm trong khoảng từ 10% khối lượng đến 28% khối lượng.

25. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó nó còn bao gồm bước thu hồi pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn ở áp suất môi trường.

26. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó chất lưu thứ nhất là thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định có trị số điện thế zeta nhỏ hơn 30mV.

27. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định bao gồm ít nhất một muối, trong đó nồng độ ion của muối trong thể phân tán đã được làm mất ổn định nằm trong khoảng từ 10mM đến 160mM.

28. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định bao gồm ít nhất một muối, trong đó muối này có mặt trong thể phân tán đã được làm mất ổn định với lượng nằm khoảng từ 0,2% khối lượng đến 2% khối lượng tính theo khối lượng của thể phân tán đã được làm mất ổn định này.

29. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định bao gồm ít nhất một axit, trong đó axit này có mặt trong thể phân tán đã được làm mất ổn định với lượng nằm khoảng từ 0,8% khối lượng đến 7,5% khối lượng tính theo khối lượng của thể phân tán đã được làm mất ổn định này.

30. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định bao gồm ít nhất một axit, trong đó nồng độ axit trong thể phân tán đã được làm mất ổn định nằm trong khoảng từ 200mM đến 1000mM.

31. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó bước (1c) 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 tốc độ (A) nhanh hơn tốc độ (B) ít nhất hai lần.

32. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó bước (1c) 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.

33. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó chất lưu thứ hai có vận tốc độ đủ để tạo ra dòng chảy rối.

34. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó thể phân tán silic oxit bao gồm silic oxit đã được cải biến bề mặt có các nhóm bề mặt kỵ nước.

35. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó chất lưu thứ nhất là chất lưu dạng nước.

36. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó chất lưu thứ nhất là chất lưu dạng nước và chứa silic oxit với lượng nằm trong khoảng từ 6% khối lượng đến 31% khối lượng và ít nhất là 3% khối lượng muội than.

37. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó chất lưu thứ nhất là chất lưu dạng nước, còn chứa ít nhất một muối, và ít nhất một axit.

38. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, 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 tạo ra ở bước (a).

39. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, 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 tới độ pH nằm trong khoảng từ 2 đến 4 để tạo ra thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định đã tạo ra ở bước (a).

40. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó silic oxit có bề mặt ưa nước.

41. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó silic oxit là silic oxit có khả năng phân tán cao (HDS).

42. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó axit là axit axetic, axit formic, axit xitric, axit phosphoric, hoặc axit sulfuric, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

43. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó axit có trọng lượng phân tử hoặc trọng lượng phân tử trung bình nhỏ hơn 200.

44. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó muối bao gồm ít nhất một muối kim loại nhóm 1, 2, hoặc 13.

45. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó muối là muối canxi, muối magie, hoặc muối nhôm, hoặc hỗn hợp của chúng.

46. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó phương pháp này còn bao gồm việc xử lý cơ học silic oxit để làm giảm sự kết tụ hạt, và/hoặc điều chỉnh sự phân bố cỡ hạt.

47. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó silic oxit là silic oxit kết tủa hoặc silic oxit hun khói hoặc silic oxit keo, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

48. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó silic oxit có diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng từ $20m^2/g$ đến $450m^2/g$.

49. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó latec đàn hồi là latec cao su tự nhiên

50. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó latec cao su tự nhiên ở dạng mủ nước, latec cô đặc, latec đã tách cặn,

latec đã được cải biến hoá học, latec đã được cải biến bằng enzym, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

51. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó latec cao su tự nhiên ở dạng latec cao su tự nhiên đã được epoxy hoá

52. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó latec cao su tự nhiên ở dạng latec cô đặc.

53. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó nó 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.

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

(a) thực hiện phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, 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 đàn hồi, chất xúc tác, dầu độn, nhựa, chất kết hợp, (các) hợp thể đàn hồi bổ sung, hoặc chất độn gia cường, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

55. Phương pháp sản xuất sản phẩm cao su được chọn trong số 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 nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, và

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

(c) lưu hoá hỗn hợp này để tạo ra sản phẩm cao su.

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

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

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

b) trộn hoặc trộn lẫn hỗn hợp đã được làm mất nước này để tạo ra hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được trộn lẫn;

c) nghiền hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được trộn lẫn này để tạo ra 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 này;

e) đóng bao hợp thể đàn hồi chứa silic oxit sau khi tạo hạt hoặc trộn để tạo ra hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được đóng bao;

f) ép đùn hợp thể đàn hồi chứa silic oxit này;

g) cán hợp thể đàn hồi chứa silic oxit này; và/hoặc

h) tuỳ ý, phá vỡ hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được đóng bao này và trộn cùng với các hợp phần khác.

58. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó các bước xử lý sau bao gồm ít nhất một bước cán hợp thể đàn hồi chứa silic oxit.

59. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó các bước xử lý sau bao gồm bước ép pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn để loại bỏ khoảng 1% khối lượng tới khoảng 15% khối lượng chất lưu dạng nước có trong nó.

60. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó latec đàn hồi được cho tiếp xúc với ít nhất một chất làm mất ổn định làm thể phân tán mất ổn định của silic oxit được kết hợp với latec đàn hồi này.

61. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó nó 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.

62. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó nó 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 hoặc vật chứa;

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

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

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

63. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó hợp thể đàn hồi chứa silic oxit là pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng nửa rắn, và phương pháp này còn bao gồm bước chuyển hoá pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng nửa rắn này thành pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn.

64. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng nửa rắn được chuyển hoá 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 gồm ít nhất một axit và ít nhất một muối.

65. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó chất lưu thứ hai là hỗn hợp trộn gồm hai hoặc nhiều latec đàn hồi khác nhau.

66. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, 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 này bao gồm một hoặc nhiều chất lưu latec 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.

67. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó hàm lượng silic oxit của hợp thể đàn hồi chứa silic oxit nằm trong khoảng từ 26phr đến 180phr.

68. Sản phẩm có pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn chứa ít nhất là 25 phần trên một trăm phần cao su (phr) của silic oxit được phân tán trong cao su tự nhiên và ít nhất là 40% khối lượng của 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 kéo giãn được ít nhất là 130-150% (L) mà không đứt.

69. Sản phẩm có pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh nêu trên hoặc dưới đây bất kỳ, trong đó nó còn chứa ít nhất là 10phr muội than được phân tán trong cao su tự nhiên

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 các hạt phân tán và bao gồm 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 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 hàm lượng silic oxit nằm trong khoảng từ 15phr đến 180phr (phr: phần khối lượng cho 100 phần khối 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 đàn hồi nhằm tạo ra dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng nửa rắn,
trong đó ít nhất một chất lưu thứ nhất được tạo ra dưới dạng:
i) hai dòng bao gồm một dòng thể phân tán chứa muội than và một dòng thể phân tán đã được làm mất ổn định chứa silic oxit; hoặc
ii) một dòng đơn bao gồm thể phân tán chứa muội than và thể phân tán đã được làm mất ổn định chứa silic oxit; hoặc
iii) một dòng đơn của thể phân tán đã được làm mất ổn định bao gồm silic oxit và muội than.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó ít nhất một chất lưu thứ nhất là thể phân tán đã được làm mất ổn định bao gồm silic oxit và muội than, và phương pháp này còn bao gồm bước kết hợp muội than khô, silic oxit khô, và môi trường nước để tạo ra thể phân tán đã được làm mất ổn định có ít nhất là 45% khối lượng silic oxit, trên cơ sở toàn bộ hạt, và muội than.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm, việc tiến hành ít nhất một bước xử lý cơ học một hoặc nhiều thể phân tán.

4. Phương pháp theo điểm 3, trong đó bước 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.

5. Phương pháp theo điểm 4, trong đó bước xử lý cơ học bao gồm việc nghiền thể phân tán này một hoặc nhiều lần.

6. Phương pháp theo điểm 3, trong đó bước xử lý cơ học làm giảm sự kết tụ hạt, và/hoặc điều chỉnh sự phân bố cỡ hạt.

7. 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 là 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 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 hàm lượng silic oxit nằm trong khoảng từ 15phr đến 180phr (phr: phần khối lượng cho 100 phần khối lượng cao su) trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit;
(c) tạo ra dòng liên tục muội than giả sôi ở dạng khô,
(d) kết hợp dòng chất lưu thứ nhất và dòng chất lưu thứ hai, và muội than này với động năng đủ để phân bố silic oxit và muội than trong latec đàn hồi để tạo ra dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit-muội than rắn hoặc dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit-muội than nửa rắn,
trong đó dòng muội than này được kết hợp với chất lưu thứ nhất trước bước (d), hoặc kết hợp với chất lưu thứ hai trước bước (d), hoặc được bổ sung vào ở bước (d).

8. Phương pháp theo điểm 1, trong đó muội than có mặt trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit với lượng nằm khoảng từ 10% khối lượng đến 50% khối lượng tính theo toàn bộ hạt có mặt trong hợp thể đàn hồi chứa silic oxit này.

9. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn tạo ra trong hai giây hoặc nhanh hơn sau khi kết hợp dòng chất lưu thứ nhất và dòng chất lưu thứ hai.

10. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dòng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn tạo ra trong khoảng thời gian 50miligiây tới 1500miligiây sau khi kết hợp dòng chất lưu thứ nhất và dòng chất lưu thứ hai.

11. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất lưu thứ nhất ở bước (1a) còn chứa ít nhất một muối.

12. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất lưu thứ nhất ở bước (1a) còn chứa ít nhất một axit.

13. Phương pháp theo điểm 1, trong đó 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% khối lượng đến 95% khối lượng .

14. 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.

15. Phương pháp theo điểm 1, trong đó các 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.

16. Phương pháp theo điểm 1, trong đó các 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.

17. Phương pháp theo điểm 1, trong đó các 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 bao gồm ít nhất một muối.

18. Phương pháp theo điểm 1, trong đó các 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 bao gồm ít nhất một axit.

19. Phương pháp theo điểm 1, trong đó latec đàn hồi bao gồm bazơ, thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định bao gồm ít nhất một axit, và tỷ lệ mol giữa các ion hyđro trong axit trong chất lưu thứ nhất và bazơ trong chất lưu thứ hai nằm trong khoảng từ 1 đến 4,5.

20. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định bao gồm ít nhất một axit, và trong đó latec đàn hồi có mặt trong chất lưu thứ hai có nồng độ amoniac nằm trong khoảng từ 0,3% khối lượng đến 0,7% khối lượng tính theo khối lượng của latec đàn hồi, và tỷ lệ mol giữa các ion hyđro trong axit trong chất lưu thứ nhất và amoniac trong chất lưu thứ hai ít nhất là 1:1.

21. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hàm lượng silic oxit của hợp thể đàn hồi chứa silic oxit nằm trong khoảng từ 26phr đến 80phr.

22. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hàm lượng silic oxit của hợp thể đàn hồi chứa silic oxit nằm trong khoảng từ 40phr đến 115phr.

23. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định xchứa silic oxit với lượng nằm trong khoảng từ 6% khối lượng đến 35% khối lượng.

24. 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% khối lượng đến 28% khối lượng.

25. 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.

26. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất lưu thứ nhất là thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định có trị số điện thế zeta nhỏ hơn 30mV.

27. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định bao gồm ít nhất một muối, trong đó nồng độ ion của muối trong thể phân tán đã được làm mất ổn định nằm trong khoảng từ 10mM đến 160mM.

28. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định bao gồm ít nhất một muối, trong đó muối này có mặt trong thể phân tán đã được làm mất ổn định với lượng nằm khoảng từ 0,2% khối lượng đến 2% khối lượng tính theo khối 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 bao gồm ít nhất một axit, trong đó axit này có mặt trong thể phân tán đã được làm mất ổn định với lượng nằm khoảng từ 0,8% khối lượng đến 7,5% khối lượng tính theo khối lượng của thể phân tán đã được làm mất ổn định này.

30. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định bao gồm ít nhất một axit, trong đó nồng độ axit trong thể phân tán đã được làm mất ổn định nằm trong khoảng từ 200mM đến 1000mM.

31. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước (1c) 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 tốc độ (A) nhanh hơn tốc độ (B) ít nhất hai lần.

32. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước (1c) được thực hiện trong vùng phản ứng bán giới hạn và chất lưu thứ nhất có vận tốc đủ đủ để gây ra sự tạo bọt trong vùng phản ứng khi kết hợp với chất lưu thứ hai.

33. Phương pháp theo điểm 32, trong đó chất lưu thứ hai có vận tốc độ đủ để tạo ra dòng chảy rối.

34. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thể phân tán silic oxit bao gồm silic oxit đã được cải biến bề mặt có các nhóm bề mặt kỵ nước.

35. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất lưu thứ nhất là chất lưu dạng nước.

36. 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% khối lượng đến 31% khối lượng và ít nhất là 3% khối lượng muội than.

37. 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.

38. 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 tạo ra ở bước (a).

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 tới độ pH nằm trong khoảng từ 2 đến 4 để tạo ra thể phân tán silic oxit đã được làm mất ổn định đã tạo ra ở bước (a).

40. Phương pháp theo điểm 1, trong đó silic oxit có bề mặt ưa nước.

41. Phương pháp theo điểm 1, trong đó silic oxit là silic oxit có khả năng phân tán cao (HDS).

42. Phương pháp theo điểm 12, trong đó axit là axit axetic, axit formic, axit xitric, axit phosphoric, hoặc axit sulfuric, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

43. Phương pháp theo điểm 12, trong đó axit có trọng lượng phân tử hoặc trọng lượng phân tử trung bình nhỏ hơn 200.

44. Phương pháp theo điểm 11, trong đó muối bao gồm ít nhất một muối kim loại nhóm 1, 2, hoặc 13.

45. Phương pháp theo điểm 11, trong đó muối là muối canxi, muối magie, hoặc muối nhôm, hoặc hỗn hợp của chúng.

46. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm việc xử lý cơ học silic oxit để làm giảm sự kết tụ hạt, và/hoặc điều chỉnh sự phân bố cỡ hạt.

47. Phương pháp theo điểm 1, trong đó silic oxit là silic oxit kết tủa hoặc silic oxit hun khói hoặc silic oxit keo, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

48. Phương pháp theo điểm 1, trong đó silic oxit có diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng từ $20m^2/g$ đến $450m^2/g$.

49. Phương pháp theo điểm 1, trong đó latec đàn hồi là latec cao su tự nhiên.

50. Phương pháp theo điểm 49, trong đó latec cao su tự nhiên ở dạng mủ nước, latec cô đặc, latec đã tách cặn, latec đã được cải biến hoá học, latec đã được cải biến bằng enzym, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

51. Phương pháp theo điểm 49, trong đó latec cao su tự nhiên ở dạng latec cao su tự nhiên đã được epoxy hoá.

52. Phương pháp theo điểm 49, trong đó latec cao su tự nhiên ở dạng latec cô đặc.

53. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này 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.

54. Phương pháp sản xuất hợp chất cao su bao gồm các bước:
(a) thực hiện phương pháp theo điểm 1, 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 đàn hồi, chất xúc tác, dầu độn, nhựa, chất kết hợp, (các) hợp thể đàn hồi bổ sung, hoặc chất độn gia cường, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

55. Phương pháp sản xuất sản phẩm cao su được chọn trong số 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 điểm 1, và
(b) trộn hợp thể đàn hồi chứa silic oxit với các hợp phần khác để tạo ra hỗn hợp, và
(c) lưu hoá hỗn hợp này để tạo ra sản phẩm cao su.

56. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm việc thực hiện một hoặc nhiều bước xử lý sau sau khi thu hồi hợp thể đàn hồi chứa silic oxit.

57. Phương pháp theo điểm 56, trong đó các bước xử lý sau là ít nhất một trong số các bước:
a) làm mất nước thể đàn hồi chứa silic oxit để tạo ra hỗn hợp đã được làm mất nước;
b) trộn hoặc trộn lẫn hỗn hợp đã được làm mất nước này để tạo ra hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được trộn lẫn;
c) nghiền hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được trộn lẫn này để tạo ra 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 này;
e) đóng bao hợp thể đàn hồi chứa silic oxit sau khi tạo hạt hoặc trộn để tạo ra hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được đóng bao;

f) ép đùn hợp thể đàn hồi chứa silic oxit này;
g) cán hợp thể đàn hồi chứa silic oxit này; và/hoặc
h) tuỳ ý, phá vỡ hợp thể đàn hồi chứa silic oxit đã được đóng bao này và trộn cùng với các hợp phần khác.

58. Phương pháp theo điểm 56, trong đó các bước xử lý sau bao gồm ít nhất một bước cán hợp thể đàn hồi chứa silic oxit.

59. Phương pháp theo điểm 56, trong đó các bước xử lý sau bao gồm bước ép pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn để loại bỏ khoảng 1% khối lượng tới khoảng 15% khối lượng chất lưu dạng nước có trong nó.

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

61. 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.

62. 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 hoặc vật chứa;
b) làm nóng pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn để làm giảm hàm lượng nước;
c) đưa pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn vào bể axit;
d) xử lý cơ học pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng rắn hoặc nửa rắn để làm giảm hàm lượng nước.

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

64. Phương pháp theo điểm 63, trong đó pha cao su liên tục chứa silic oxit dạng nửa rắn được chuyển hoá 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 gồm ít nhất một axit và ít nhất một muối.

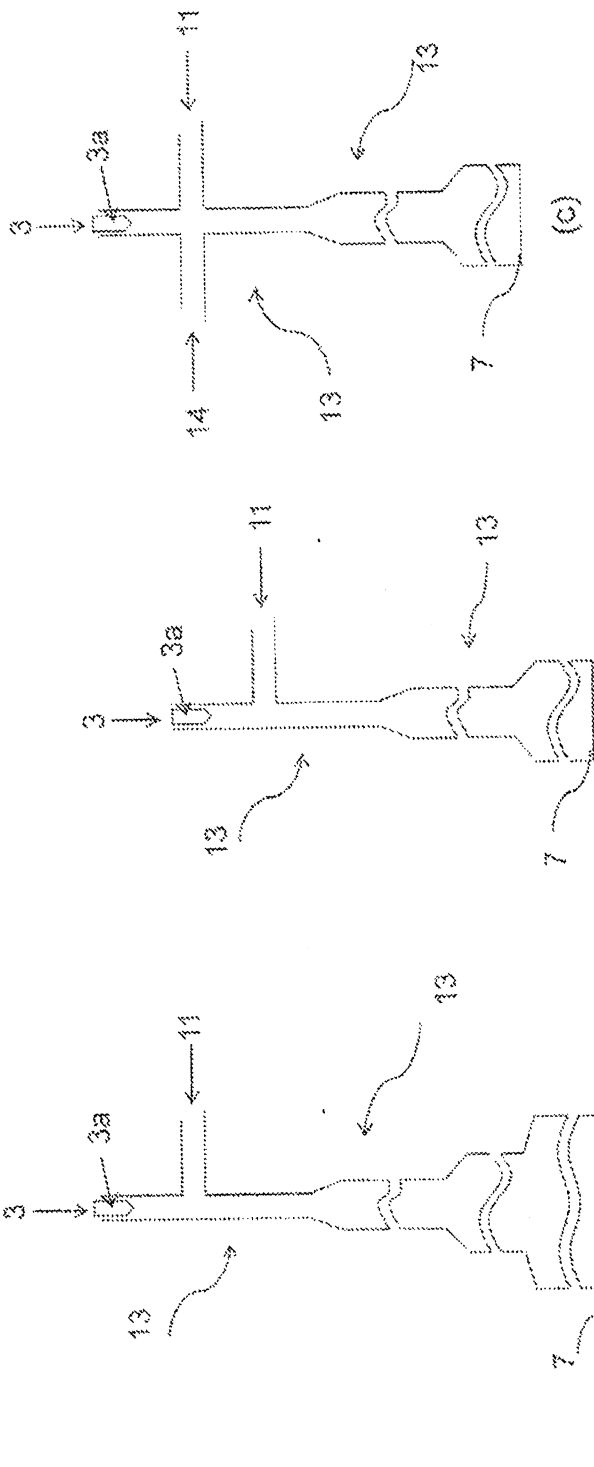
65. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất lưu thứ hai là hỗn hợp trộn gồm hai hoặc nhiều latec đàn hồi khác nhau.

66. 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 này bao gồm một hoặc nhiều chất lưu latec 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.

67. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hàm lượng silic oxit của hợp thể đàn hồi chứa silic oxit nằm trong khoảng từ 26phr đến 180phr.

68. Sản phẩm có pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn chứa ít nhất là 25 phần trên một trăm phần cao su (phr) của silic oxit được phân tán trong cao su tự nhiên và ít nhất là 40% khối lượng của 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 kéo giãn được ít nhất là 130-150% (L) mà không đứt.

69. Sản phẩm có pha cao su liên tục chứa silic oxit và muội than dạng rắn theo điểm 68, trong đó sản phẩm này còn chứa ít nhất 10phr của muội than được phân tán trong cao su tự nhiên.



Vùng phản ứng của quy trình B

Vùng phản ứng của quy trình A

Fig.1

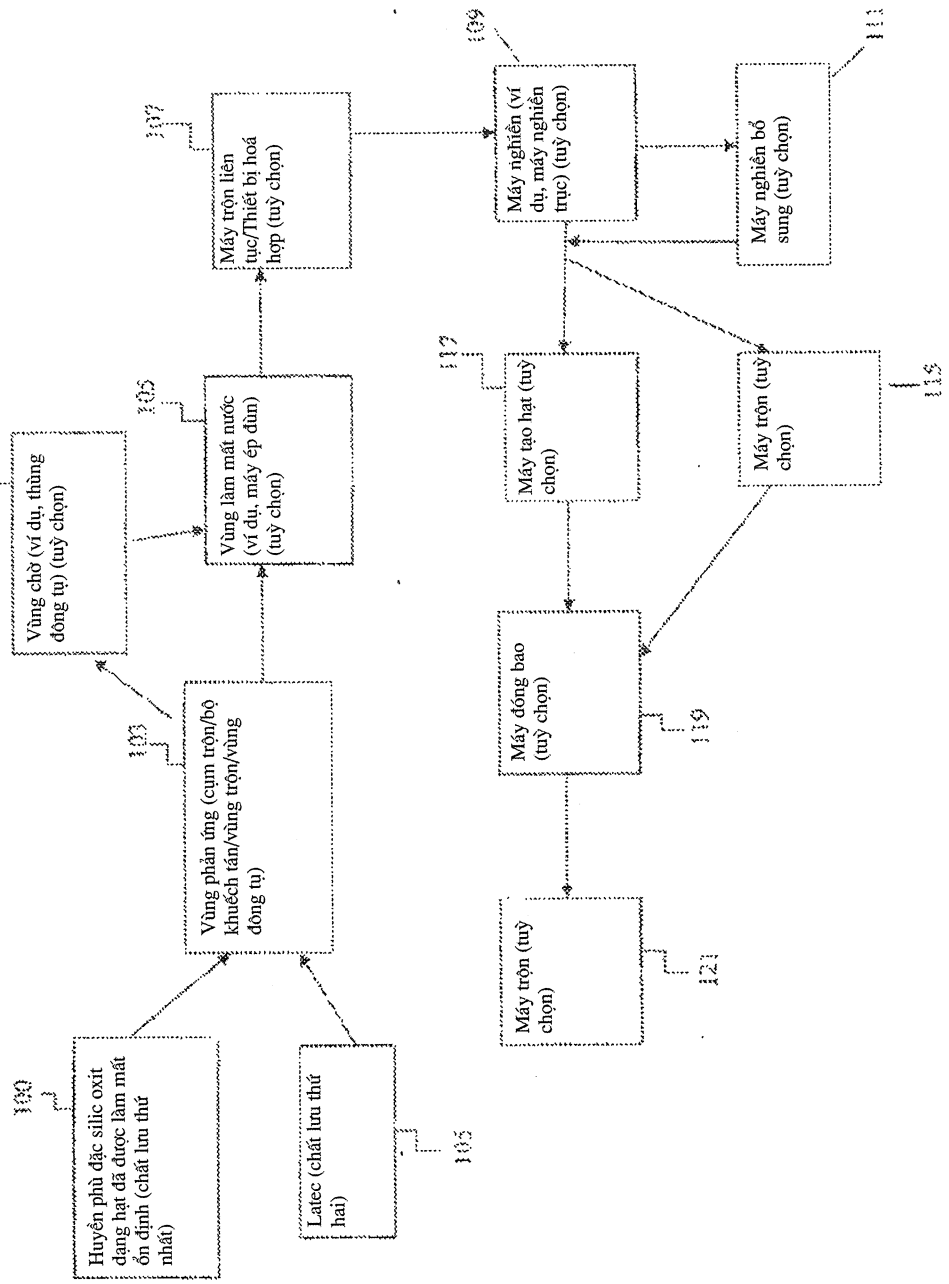
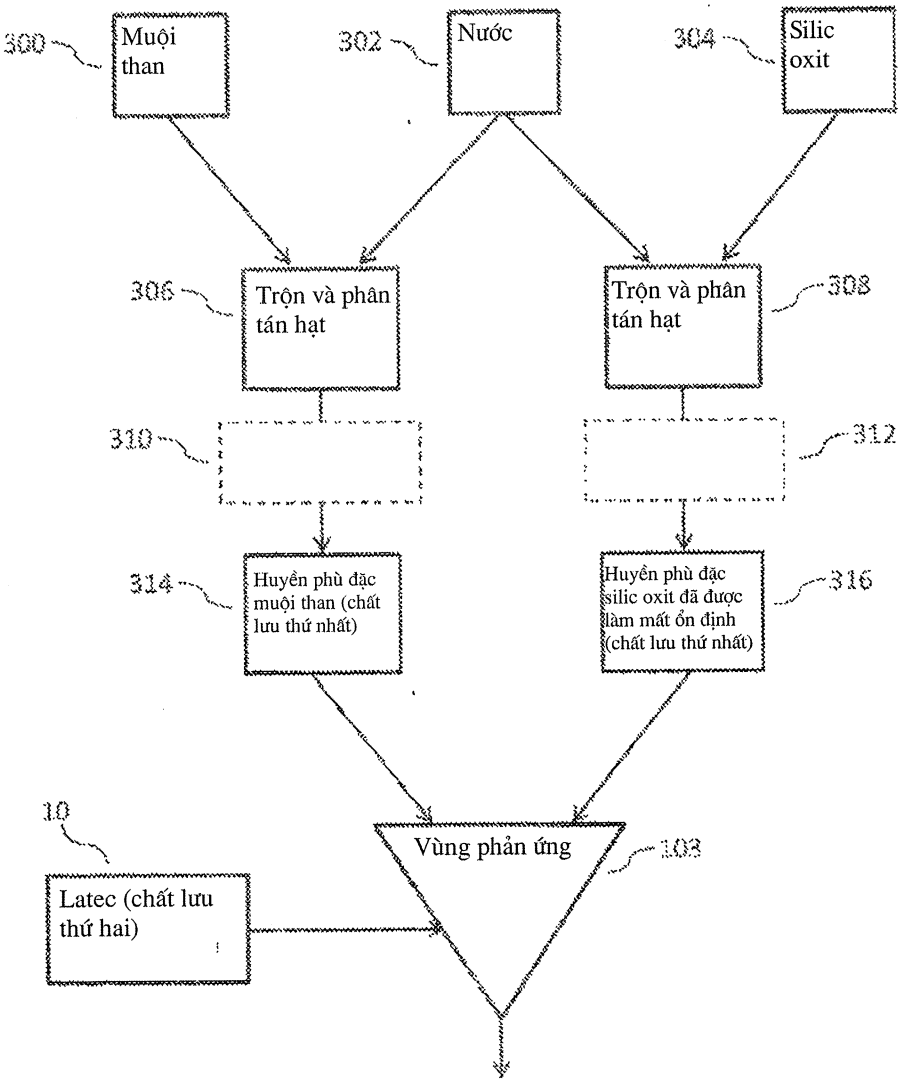

Huyền phù đặc silic oxit dạng hạt đã được làm mất ổn định (chất lưu thứ nhất)
Latec (chất lưu thứ hai)
Vùng phản ứng (cụm trộn/bộ khuếch tán/vùng trộn/vùng dồn tụ)
Vùng chờ (ví dụ, thùng dồn tụ) (tuỳ chọn)
Vùng làm mất nước (ví dụ, máy ép đùn) (tuỳ chọn)
Máy trộn liên tục/Thiết bị hoá hợp (tuỳ chọn)
Máy nghiền (ví dụ, máy nghiền trục) (tuỳ chọn)
Máy nghiền bổ sung (tuỳ chọn)
Máy tạo hạt (tuỳ chọn)
Máy trộn (tuỳ chọn)
Máy đóng bao (tuỳ chọn)
Máy trộn (tuỳ chọn)

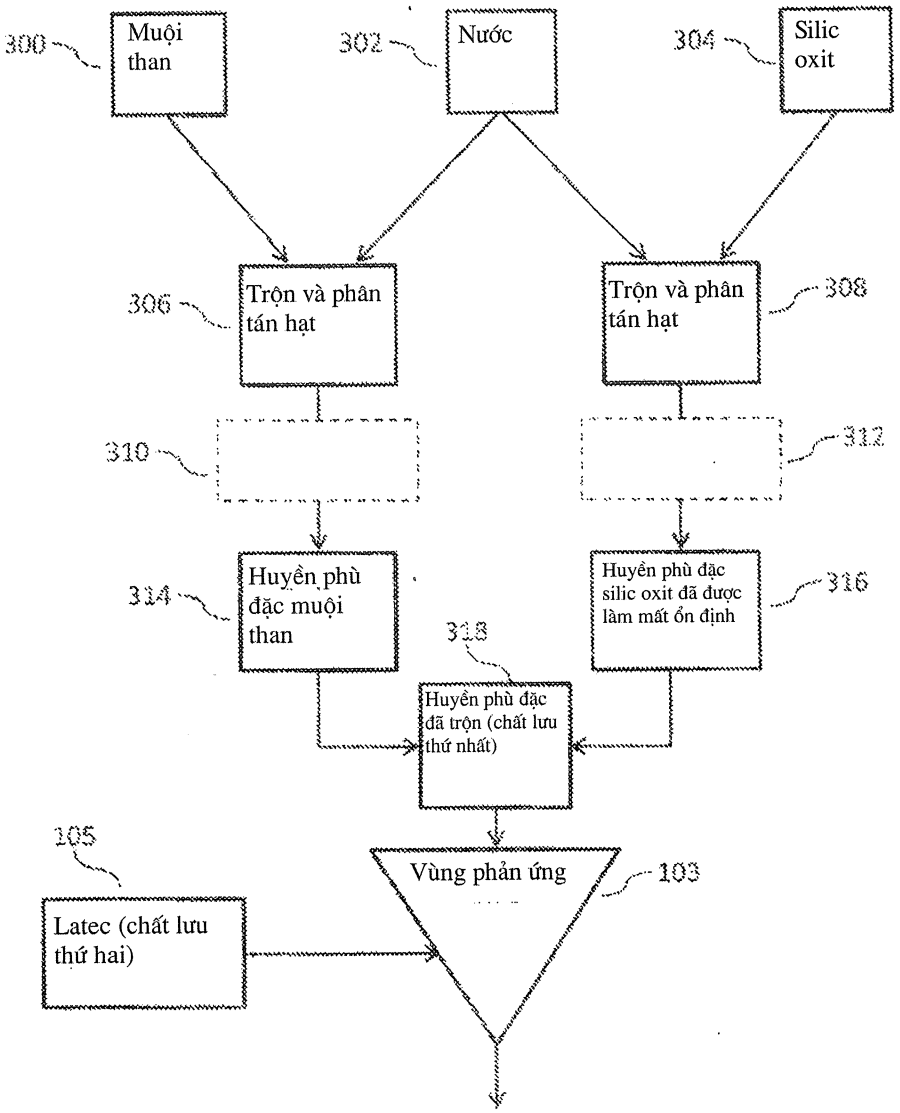
Fig.2

Fig.3



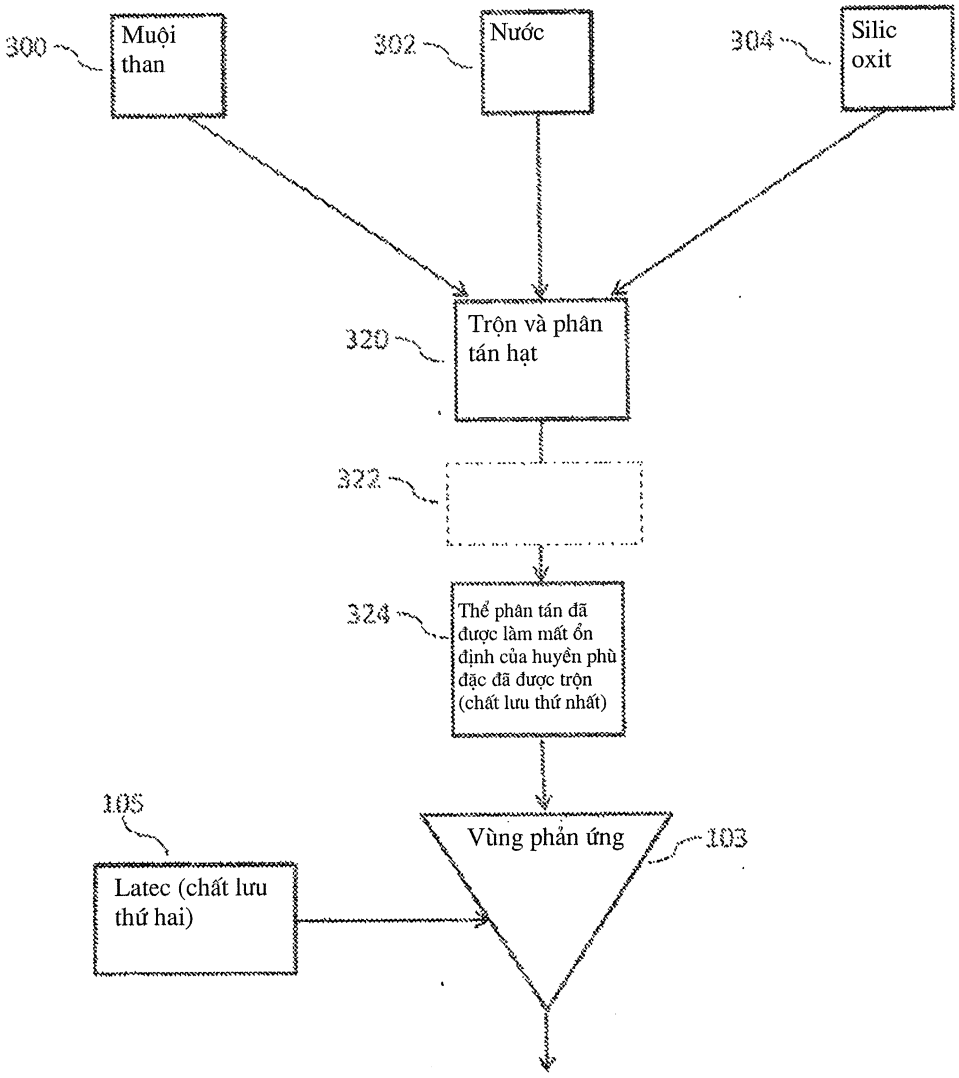
Xem Fig.2

Fig.4



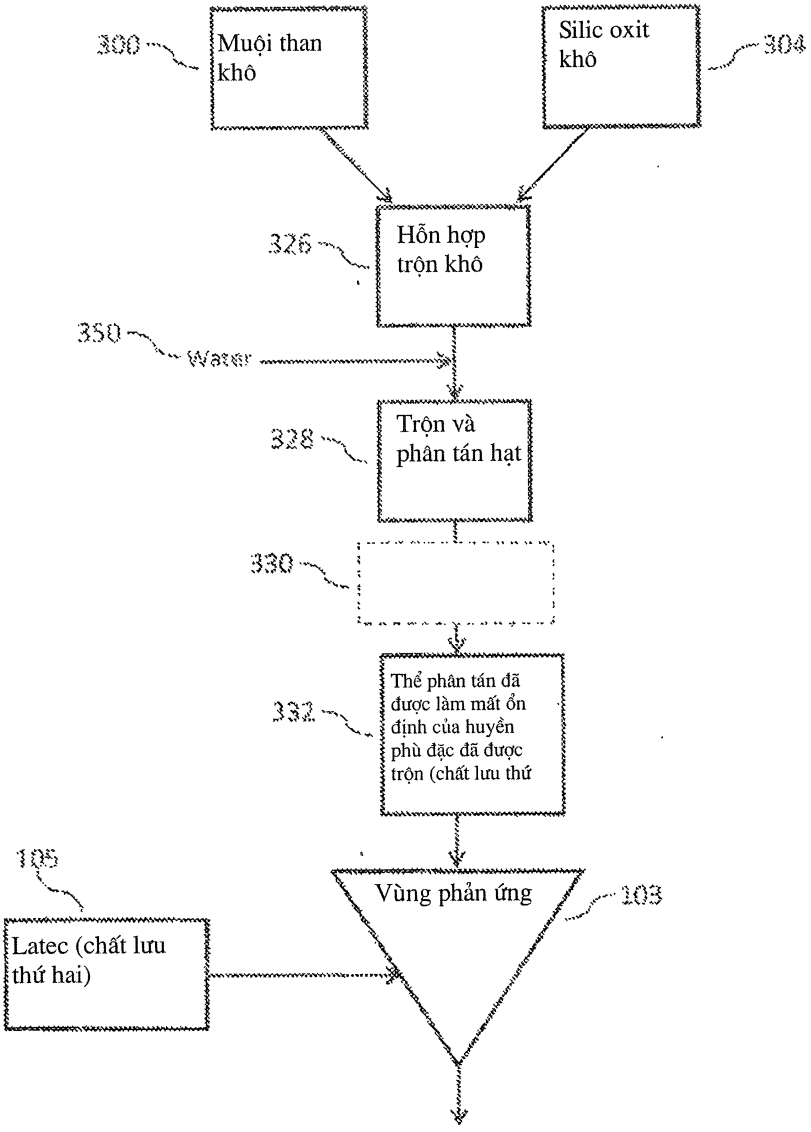
Xem Fig.2

Fig.5



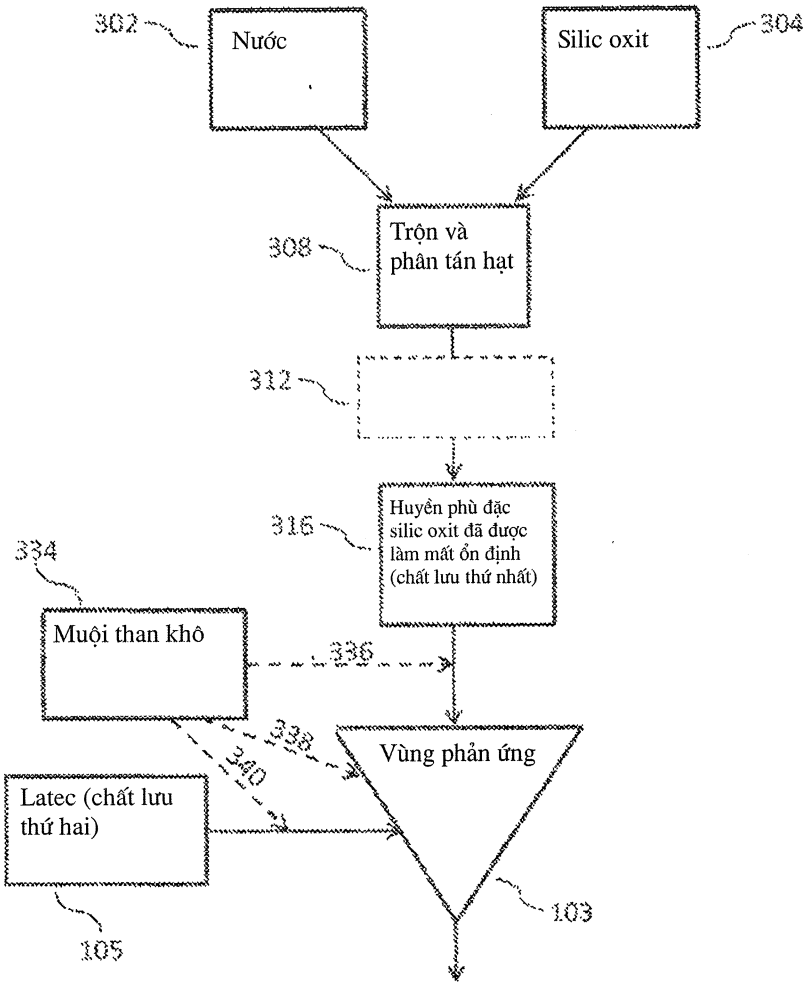
Xem Fig.2

Fig.6



Xem Fig.2

Fig.7



Xem Fig.2