



(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)



1-0049093

(51)^{2020.01} C08K 5/17; C08L 97/02; C08L 21/00

(13) B

(21) 1-2021-03079

(22) 22/11/2019

(86) PCT/JP2019/045843 22/11/2019

(87) WO 2020/110957 04/06/2020

(30) 2018-225132 30/11/2018 JP

(45) 25/07/2025 448

(43) 25/10/2021 403A

(73) KAO CORPORATION (JP)

14-10, Nihonbashi Kayabacho 1-chome, Chuo-ku, Tokyo 103-8210 Japan

(72) KOBE, Ryosuke (JP); KAWAMOTO, Koichi (JP).

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP CẢI THIỆN LỰC MA SÁT CỦA THÀNH PHẦN CAO SU

(21) 1-2021-03079

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp cải thiện lực ma sát của thành phần cao su và mô tả chế phẩm cao su có lực bám vượt trội; phương pháp sản xuất chế phẩm cao su; đế giày, giày, và lốp xe đều sử dụng chế phẩm cao su này.

Sáng chế đề cập đến [1] chế phẩm cao su chứa thành phần cao su (A), sản phẩm phân hủy lignin (B), và hợp chất amin (C) được định rõ; [2] chế phẩm cao su bao gồm hỗn hợp pha trộn của thành phần cao su (A), lignin (B), và hợp chất amin (C) được định rõ; [3] đế giày sử dụng chế phẩm cao su được đề cập ở trên; [4] giày có đế giày được đề cập ở trên; [5] lốp xe sử dụng chế phẩm cao su được đề cập ở trên; [6] phương pháp sản xuất chế phẩm cao su, trong đó phương pháp này bao gồm bước pha trộn thành phần cao su (A), lignin (B), và hợp chất amin (C) được định rõ và lưu hóa hỗn hợp này; và [7] phương pháp cải thiện lực ma sát của thành phần cao su, trong đó phương pháp này bao gồm bước pha trộn thành phần cao su (A), lignin (B), và hợp chất amin (C) được định rõ.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm cao su; phương pháp sản xuất chế phẩm cao su; đế giày, giày, và lốp xe đều sử dụng chế phẩm cao su này; và phương pháp cải thiện lực ma sát của thành phần cao su.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các chế phẩm cao su được sử dụng rộng rãi cho các ứng dụng công nghiệp và được yêu cầu có nhiều đặc tính khác nhau.

Ví dụ, đối với đế giày và lốp xe, để tăng cường độ bền, tính chịu mài mòn, lực bám, v.v., các chế phẩm cao su có chất độn, chẳng hạn như silic oxit và muối than, được pha trộn trong đó được sử dụng rộng rãi.

Đối với việc cải thiện lực bám của đế giày và lốp xe, nhiều đề xuất khác nhau được đưa ra.

Ví dụ, JP 4-4336 B (tài liệu patent 1) bộc lộ phương pháp sản xuất chế phẩm cao su chứa lignin trong đó khi gia nhiệt chế phẩm cao su chứa copolyme của 1-clobutadien và butadien, lignin, và cao su dạng lỏng có nhóm hydroxy cuối mạch, nó được liên kết chéo bằng cách sử dụng hợp chất isoxyanat, amin bậc ba, lưu huỳnh, và chất tăng tốc độ lưu hóa và mô tả diazabixycloundexen mạch vòng và tương tự là amin bậc ba.

JP 2010-59327 (tài liệu patent 2) bộc lộ chế phẩm cao su trong đó tác nhân chống lão hóa gốc amin, chẳng hạn như phenylendiamin, và hợp chất gốc polyphenol được pha trộn trong thành phần cao su gốc dien và lớp hơi sử dụng chế

phẩm cao su nêu trên.

WO 2018/79594 A (tài liệu patent 3) bộc lộ chế phẩm cao su chứa (A) thành phần cao su, (B) sản phẩm phân hủy lignin có hiệu suất aldehyt, theo phương pháp oxy hóa nitrobenzen kiềm, là 12% theo khối lượng hoặc lớn hơn, và (C) tác nhân chống lão hóa, như hợp chất gốc bisphenol và hợp chất gốc amin bậc hai thiom, và để giày sử dụng chế phẩm cao su nêu trên.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến chế phẩm cao su chứa thành phần cao su (A), lignin (B), và hợp chất amin (C) được định rõ; phương pháp sản xuất chế phẩm cao su; đế giày, giày, và lốp xe đều sử dụng chế phẩm cao su này; và phương pháp cải thiện lực ma sát của thành phần cao su.

Mô tả chi tiết sáng chế

Ví dụ, trên mặt đường ướt, việc phòng ngừa trượt do các rãnh hoặc hình dạng không đều được bố trí ở đế ngoài của đế giày hoặc lốp xe là hạn chế. Theo đó, cần có các chế phẩm cao su có lực bám vượt trội hơn.

Theo các công nghệ thông thường của các tài liệu patent 1 đến 3, v.v. nêu trên, còn có khả năng để cải thiện lực bám trên mặt đường bị ướt do mưa hoặc tương tự.

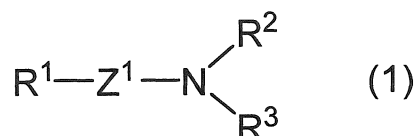
Sáng chế đề cập đến chế phẩm cao su có lực bám vượt trội; phương pháp sản xuất chế phẩm cao su; đế giày, giày, và lốp xe đều sử dụng chế phẩm cao su này; và phương pháp cải thiện lực ma sát của thành phần cao su.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng bằng cách pha trộn thành phần cao su với lignin và hợp chất amin được định rõ, lực bám của chế phẩm cao su có

thể được cải thiện.

Cụ thể, sáng chế đề cập đến các phương án từ (1) đến (7) sau.

- (1) Chế phẩm cao su chứa thành phần cao su (A), lignin (B), và hợp chất amin (C) được đại diện bởi công thức chung (1) sau.



Trong công thức, R^1 đại diện cho nhóm hydrocacbon hoặc nhóm axyl, mỗi nhóm có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon; Z^1 đại diện cho liên kết đơn, $-OR^4-$, hoặc $-NHR^5-$; R^2 đại diện cho nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon hoặc $-(R^6O)_mH$; R^3 đại diện cho nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon hoặc $-(R^7O)_nH$, trong trường hợp khi Z^1 là liên kết đơn thì R^1 là nhóm hydrocacbon; và

mỗi R^4 và R^5 độc lập đại diện cho nhóm alkandiyl có từ 2 đến 6 nguyên tử cacbon; mỗi R^6 và R^7 độc lập đại diện cho nhóm alkandiyl có từ 2 đến 4 nguyên tử cacbon; mỗi loại trong số m và n đại diện cho số mol bổ sung trung bình và là số lớn hơn 0; và $(m+n)$ đại diện cho số từ 1 đến 30.

- (2) Chế phẩm cao su bao gồm hỗn hợp pha trộn của thành phần cao su (A), lignin (B), và hợp chất amin (C) được đại diện bởi công thức chung (1).

- (3) Đế giày sử dụng chế phẩm cao su như đã nêu trong phương án (1) hoặc (2) ở trên.

- (4) Giày có đế giày như đã nêu trong phương án (3) ở trên.

- (5) Lớp xe sử dụng chế phẩm cao su như đã nêu trong phương án (1) hoặc (2) ở trên.

(6) Phương pháp sản xuất chế phẩm cao su, trong đó phương pháp này bao gồm bước pha trộn thành phần cao su (A), lignin (B), và hợp chất amin (C) được đại diện bởi công thức chung (1) và lưu hóa hỗn hợp này.

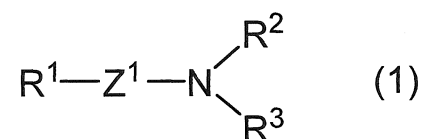
(7) Phương pháp cải thiện lực ma sát của thành phần cao su, trong đó phương pháp này bao gồm bước pha trộn thành phần cao su (A), lignin (B), và hợp chất amin (C) được đại diện bởi công thức chung (1).

Theo sáng chế, có thể cung cấp chế phẩm cao su có lực bám vượt trội trên mặt đường ướt; phương pháp sản xuất chế phẩm cao su; đế giày, giày, và lốp xe đều sử dụng chế phẩm cao su này; và phương pháp cải thiện lực ma sát của thành phần cao su.

Chế phẩm cao su

Chế phẩm cao su theo sáng chế chứa thành phần cao su (A), lignin (B), và hợp chất amin (C) được đại diện bởi công thức (1) sau.

Ngoài ra, chế phẩm cao su theo sáng chế là hỗn hợp pha trộn của thành phần cao su (A), lignin (B), và hợp chất amin (C) được đại diện bởi công thức chung (1) sau.



Trong công thức, R^1 đại diện cho nhóm hydrocacbon hoặc nhóm axyl, mỗi nhóm có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon; Z^1 đại diện cho liên kết đơn, $\text{—OR}^4\text{—}$, hoặc $\text{—NHR}^5\text{—}$; R^2 đại diện cho nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon hoặc $\text{—(R}^6\text{O)}_m\text{H}$; R^3 đại diện cho nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon hoặc $\text{—(R}^7\text{O)}_n\text{H}$, trong trường hợp khi Z^1 là liên kết đơn thì R^1 là nhóm

hydrocacbon; và

mỗi R^4 và R^5 độc lập đại diện cho nhóm alkandiyl có từ 2 đến 6 nguyên tử cacbon; mỗi R^6 và R^7 độc lập đại diện cho nhóm alkandiyl có từ 2 đến 4 nguyên tử cacbon; mỗi loại trong số m và n đại diện cho số mol bổ sung trung bình và là số lớn hơn 0; và $(m + n)$ đại diện cho số từ 1 đến 30.

Mặc dù lý do tại sao chế phẩm cao su theo sáng chế có thể thể hiện đặc tính bám vượt trội không phải luôn luôn được giải thích, nhưng những điều sau có thể được xem xét.

Yếu tố chi phối lực bám (lực chống trượt) của cao su được cho là bao gồm tính dính kết với mặt phẳng đất (mặt đường) và tổn hao do trễ (tổn hao năng lượng) do sự biến dạng cao su. Khi lignin được pha trộn trong chế phẩm cao su, có thể được coi là tính dính kết được cải thiện trên các mặt đường khác nhau do các nhóm chức ưa nước của lignin tồn tại trong chế phẩm cao su. Khi hợp chất amin được định rõ được pha trộn trong đó, có thể coi lực bám của chế phẩm cao su có thể được cải thiện hơn thông qua sự kết hợp của cả hai thành phần.

Về lực bám của chế phẩm cao su, độ trơn có thể được đánh giá về lực ma sát tĩnh tối đa, và độ trượt có thể được đánh giá về lực ma sát động trung bình.

Thành phần cao su (A)

Ví dụ về thành phần cao su (A) bao gồm cao su thiên nhiên và cao su tổng hợp, và từ quan điểm về tính chịu mài mòn v.v., tốt hơn là sử dụng ít nhất một loại được chọn từ cao su thiên nhiên và cao su tổng hợp dien.

Cao su thiên nhiên có thể được sử dụng thông qua quá trình biến tính, và các ví dụ về cao su thiên nhiên bị biến tính bao gồm cao su thiên nhiên epoxy hóa

và cao su thiên nhiên hydro hóa.

Ví dụ về cao su tổng hợp dien bao gồm cao su polyisopren (IR), cao su polybutadien (BR), cao su copolyme styren-butadien (SBR), cao su copolyme acrylonitril-butadien (NBR), cao su clopren, và cao su butyl.

Trong số này, từ quan điểm cải thiện lực bám của chế phẩm cao su, ít nhất một loại được chọn từ cao su thiên nhiên, cao su thiên nhiên biến tính, IR, BR, SBR, và NBR được ưu tiên, ít nhất một loại được chọn từ BR và SBR được ưu tiên hơn, và sự kết hợp cả hai còn được ưu tiên hơn.

Cao su copolyme có thể là copolyme khối hoặc copolyme ngẫu nhiên, và từ quan điểm về đặc tính liên kết trong trường hợp sử dụng tác nhân liên kết silan, copolyme ngẫu nhiên được ưu tiên.

Thành phần cao su (A) có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp hai hoặc nhiều thành phần cao su đó.

Lignin (B)

Lignin thiên nhiên là hợp chất polyme phenolic được tạo ra từ liên kết ba loại monolignol dưới dạng monome thông qua phản ứng enzym và tồn tại với lượng khoảng 15 đến 50% theo khối lượng trong sinh khối.

Trong mô tả này, lignin (B) có nghĩa là cả lignin thiên nhiên có trong sinh khối và lignin biến tính được tách ra từ sinh khối và trong đó một phần liên kết giữa các phân tử của lignin thiên nhiên bị phân hủy và ngưng tụ.

Sinh khối

Ví dụ về sinh khối chứa lignin (B) bao gồm sinh khối trên cơ sở thực vật, chẳng hạn như sinh khối thân thảo và sinh khối từ gỗ, và sinh khối có nguồn gốc

từ môi trường nước, chẳng hạn như tảo và rong biển. Trong số này, sinh khối trên cơ sở thực vật được ưu tiên, và sinh khối thân thảo được ưu tiên hơn.

Sinh khối thân thảo có nghĩa là nguyên liệu thô từ thực vật mọc trên đồng cỏ, không kể cây cối, hoặc phần thực vật không phải từ gỗ. Cụ thể, các ví dụ về chúng bao gồm các nguyên liệu thô không phải từ gỗ, chẳng hạn như họ lúa, cây thân thảo, thực vật họ đậu, vỏ ngũ cốc và thực vật họ cọ.

Ví dụ về thực vật họ lúa bao gồm bã mía, như bã cây mía và bã cây cao lương, rơm ngô, lõi ngô, rơm rạ, rơm lúa mì, lúa mạch, cỏ switchgrass, cỏ Napier, và lau sậy. Ví dụ về cây thân thảo bao gồm cây dâm bụt đông Ấn Độ và bông. Ví dụ về thực vật họ đậu bao gồm cỏ linh lăng. Ví dụ về vỏ ngũ cốc bao gồm vỏ ngô, vỏ lúa mì, vỏ đậu nành, và vỏ trấu. Ví dụ về thực vật họ cọ bao gồm bó cọ rồng và bó cọ dầu.

Từ quan điểm về năng suất và đặc tính xử lý, sinh khối thân thảo tốt hơn là cây họ lúa, tốt hơn nữa là ít nhất một loại được chọn từ bã cây mía, lõi ngô, và rơm rạ, và còn tốt hơn nữa là bã cây mía.

Ví dụ về sinh khối từ gỗ bao gồm các loại gỗ khác nhau, như gỗ dăm thu được từ cây lá kim, ví dụ, cây thông Nhật Bản, cây tuyết tùng Nhật Bản, và cây bách Nhật Bản, và các cây lá rộng, ví dụ, cọ dầu, bạch đàn, và keo; và bột gỗ thu được từ những loại gỗ này.

Sinh khối nêu trên chứa lignin thiên nhiên có thể được sử dụng làm nguyên liệu chứa lignin như được đề cập sau đây, và nó cũng có thể được sử dụng làm nguyên liệu thô của lignin biến tính.

Sinh khối có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp hai loại hoặc nhiều

loại sinh khối đó.

Sự biến tính của lignin

Liên kết chính của lignin thiên nhiên là liên kết β -O-4. Trong quá trình chiết xuất lignin từ sinh khối, sự phân hủy liên kết β -O-4 này và các phản ứng ngưng tụ khác nhau giữa các nhóm chức trong lignin tiếp diễn, theo đó thành phần liên kết trong lignin thay đổi. Mức độ thay đổi cấu trúc của lignin được chiết xuất có thể được biểu thị dựa trên hiệu suất aldehyt theo phương pháp oxy hóa nitrobenzen kiềm (sau đây còn được gọi đơn giản là "hiệu suất aldehyt").

Xác định định lượng hiệu suất aldehyt là phương pháp trong đó liên kết β -O-4 trong lignin thiên nhiên và lignin biến tính bị phân hủy, và lượng liên kết β -O-4 được xác định một cách định lượng từ monome aldehyt được tạo thành. Nó có nghĩa là giá trị càng cao, mức độ biến tính càng thấp.

Đối với phương pháp oxy hóa nitrobenzen kiềm, ví dụ, phương pháp oxy hóa nitrobenzen kiềm được mô tả trong "Methods in Lignin Chemistry" (UNI Publishing Co., Ltd., phát hành ngày 10 tháng 7 năm 1994) có thể được thực hiện bằng cách tham khảo. Cụ thể, theo sáng chế, hiệu suất aldehyt được đặc trưng bằng phương pháp được mô tả trong phần Ví dụ thực hiện sáng chế có thể được chấp nhận là hiệu suất aldehyt của lignin (B).

Hiệu suất aldehyt của lignin (B) tốt hơn là 1% theo khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 5% theo khối lượng hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 10% theo khối lượng hoặc lớn hơn, nhưng còn tốt hơn nữa là 12% theo khối lượng hoặc lớn hơn, thậm chí còn tốt hơn nữa là 15% theo khối lượng hoặc lớn hơn, thậm chí còn tốt hơn nữa là 20% theo khối lượng hoặc lớn hơn, và thậm chí còn tốt hơn nữa là

23% theo khối lượng hoặc lớn hơn từ quan điểm tăng cường khả năng phản ứng với cao su và cải thiện lực bám của chế phẩm cao su, và tốt hơn là 60% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 50% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 40% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 35% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn từ quan điểm về năng suất.

Các tính chất vật lý khác

Từ quan điểm cải thiện lực bám của chế phẩm cao su, trọng lượng phân tử trung bình khối của lignin (B) tốt hơn là 500 hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 1000 hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 1200 hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 1500 hoặc lớn hơn, và tốt hơn là 100000 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 50000 hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 30000 hoặc nhỏ hơn, nhưng còn tốt hơn nữa là 15000 hoặc nhỏ hơn, thậm chí còn tốt hơn nữa là 10000 hoặc nhỏ hơn, và thậm chí còn tốt hơn nữa là 5000 hoặc nhỏ hơn.

Phép đo trọng lượng phân tử trung bình khối của lignin có thể được thực hiện bằng phương pháp được mô tả trong phần Ví dụ thực hiện sáng chế.

Nguyên liệu chứa lignin

Trong trường hợp điều chế chế phẩm cao su theo sáng chế, điển hình, nguyên liệu chứa lignin có chứa lignin (B) làm thành phần chính được pha trộn. Ở đây, cụm từ "chứa lignin (B) làm thành phần chính" có nghĩa là trong thành phần rắn của nguyên liệu chứa lignin, lignin (B) được chứa với lượng 50% theo khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn là 60% theo khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 70% theo khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 80% theo khối lượng hoặc lớn hơn trong các thành phần không kể xenluloza và hemixenluloza.

Ví dụ về nguyên liệu chứa lignin bao gồm sinh khối chứa lignin thiên nhiên và nguyên liệu chứa lignin biến tính được điều chế và tách ra từ sinh khối. Từ quan điểm cải thiện lực bám của chế phẩm cao su, nguyên liệu chứa lignin biến tính được ưu tiên.

Hàm lượng lignin (B) trong nguyên liệu chứa lignin (hàm lượng lignin) tốt hơn là 20% theo khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 50% theo khối lượng hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 70% theo khối lượng hoặc lớn hơn, nhưng còn tốt hơn nữa là 80% theo khối lượng hoặc lớn hơn, thậm chí còn tốt hơn nữa là 85% theo khối lượng hoặc lớn hơn, và thậm chí còn tốt hơn nữa là 90% theo khối lượng hoặc lớn hơn từ quan điểm về hiệu quả pha trộn và cải thiện lực bám của chế phẩm cao su.

Phép đo hàm lượng lignin trong nguyên liệu chứa lignin có thể được thực hiện bằng phương pháp được mô tả trong phần Ví dụ thực hiện sáng chế.

Hàm lượng lưu huỳnh trong nguyên liệu chứa lignin tốt hơn là 7% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 6% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 4% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, nhưng còn tốt hơn nữa là 2% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, thậm chí còn tốt hơn nữa là 1% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, và thậm chí còn tốt hơn nữa là 0,5% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn từ quan điểm phản ứng với cao su, và tốt hơn là 0,001% theo khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,005% theo khối lượng hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 0,01% theo khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,02% theo khối lượng hoặc lớn hơn từ quan điểm về tính chịu mài mòn.

Phép đo hàm lượng lưu huỳnh trong nguyên liệu chứa lignin có thể được

thực hiện bằng phương pháp được mô tả trong phần Ví dụ thực hiện sáng chế.

Sản xuất nguyên liệu chứa lignin có chứa lignin biến tính

Nguyên liệu chứa lignin có chứa lignin biến tính được điều chế và tách ra từ sinh khối có thể thay đổi với sự khác biệt trong phương pháp phân tách, và các ví dụ về chúng bao gồm lignin axit sulfuric, lignin axit clohydric, lignin axit periodic, lignin organosolv, lignin axit thioglycolic, axit lignosulfonic, lignin kraft, lignin soda, lignin thiên nhiên Braun, lignin gỗ nghiền, lignin dư đường hóa xenluloza, lignin dư đường hóa xenluloza và lên men, lignin thủy nhiệt, lignin nổi hơi nước, lignin PEG, và lignophenol.

Từ quan điểm phân hủy sinh khối trong điều kiện nhẹ và ngăn chặn phản ứng ngưng tụ để thu được một cách hiệu quả lignin biến tính thấp, tốt hơn là lignin (B) hoặc nguyên liệu chứa lignin được điều chế bằng phương pháp A hoặc phương pháp B sau. Ví dụ, chi tiết về chúng có thể được thực hiện với việc tham khảo WO 2018/79594 A.

Phương pháp A:

Phương pháp bao gồm các bước (A-1) và (A-2) sau và tùy chọn, thêm bước (A-3) sau:

Bước (A-1): Bước trộn từ 8 đến 70 phần theo khối lượng của hợp chất cơ bản và từ 10 đến 10000 phần theo khối lượng của nước so với 100 phần theo khối lượng thành phần rắn của sinh khối và xử lý hỗn hợp trong điều kiện có hệ số H là 5000 hoặc nhỏ hơn, để thu được sản phẩm phản ứng

Bước (A-2): Bước phân tách, như thành phần hòa tan trong nước, lignin có hiệu suất aldehyt là 5% theo khối lượng hoặc lớn hơn, và tốt hơn là 12% theo

khối lượng hoặc lớn hơn từ sản phẩm phản ứng thu được trong bước (A-1)

Bước (A-3): Bước thu được hoặc phân đoạn nguyên liệu có trọng lượng phân tử xác định từ lignin thu được trong bước (A-2) dưới dạng thành phần hòa tan trong nước

Ở đây, hệ số H là hệ số cho đến nay vẫn được sử dụng làm chỉ số kiểm soát trong quá trình tiêu hủy bột giấy. Trong sáng chế, hệ số H là chỉ số biểu thị tổng lượng nhiệt cung cấp cho hệ thống phản ứng thông qua việc xử lý sinh khối bằng cách sử dụng hợp chất cơ bản và được tính bằng cách tích phân thời gian t mà tại đó sinh khối và hợp chất cơ bản tiếp xúc với nhau.

Phương pháp B:

Phương pháp bao gồm các bước (B-1) đến (B-3) sau

Bước (B-1): Bước đưa sinh khối vào xử lý đường hóa bằng enzym để thu được cặn đường hóa

Bước (B-2): Bước đưa cặn đường hóa thu được trong bước (B-1) để xử lý nhiệt trong dung môi chứa nước và dung môi hữu cơ có độ hòa tan trong nước ở 20°C là 90 g/L hoặc lớn hơn, để thu được chất lỏng xử lý nhiệt chứa nguyên liệu chứa lignin

Bước (B-3): Bước đưa chất lỏng xử lý nhiệt thu được trong bước (B-2) vào quá trình phân tách lỏng- rắn để loại bỏ các thành phần không hòa tan, từ đó thu được lignin

Trong phương pháp A và phương pháp B, như được đề cập ở trên, sinh khối được sử dụng làm nguyên liệu thô tốt hơn là sinh khối trên cơ sở thực vật, và tốt hơn là sinh khối thân thảo.

Mặc dù sinh khối có thể được sử dụng mà không đưa qua xử lý nghiền, đặc biệt là trong phương pháp B, từ quan điểm về hiệu quả xử lý, sinh khối tốt hơn là được đưa qua xử lý nghiền. Mặc dù thiết bị nghiền được sử dụng không bị hạn chế cụ thể, từ quan điểm về hiệu quả và năng suất nghiền, các máy nghiền trung bình truyền động bằng thùng hoặc máy nghiền khuấy trung bình được ưu tiên, và các máy nghiền rung, chẳng hạn như máy nghiền bi rung, máy nghiền thanh rung, và máy nghiền ống rung, được ưu tiên hơn.

Từ quan điểm sử dụng trong công nghiệp, nguyên liệu của môi trường được sử dụng để nghiền tốt hơn là sắt, thép không gỉ, zircon oxit, silic cacbua, hoặc silic nitrua, và hình dạng của chúng tốt hơn là thanh hoặc bi.

Chi tiết về các bước (A-1), (A-2), và (A-3) của phương pháp A được mô tả trong các đoạn từ [0024] đến [0033] của WO 2018/79594 A.

Từ quan điểm cải thiện tỷ lệ thu hồi lignin, hợp chất cơ bản được sử dụng trong bước (A-1) tốt hơn là hydroxit kim loại kiềm hoặc hydroxit kim loại kiềm thổ, tốt hơn nữa là hydroxit kim loại kiềm, và còn tốt hơn nữa là natri hydroxit hoặc kali hydroxit.

Trong bước (A-1), hệ số H tốt hơn là 0,1 hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,5 hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 1 hoặc lớn hơn, và tốt hơn là 1000 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 30 hoặc nhỏ hơn. Ví dụ, để thỏa mãn hệ số H là 3 hoặc lớn hơn, trong trường hợp thực hiện xử lý nhiệt ở 85°C, thời gian xử lý được yêu cầu là khoảng 20 giờ, và trong trường hợp thực hiện xử lý nhiệt ở 100°C, thời gian xử lý được yêu cầu là khoảng 4,5 giờ.

Nhiệt độ và thời gian xử lý trong bước (A-1) tốt hơn là được thiết lập từ

quan điểm về tỷ lệ thu hồi lignin, rút ngắn thời gian chu trình, và tính kinh tế.

Nhiệt độ xử lý tốt hơn là 50°C hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 70°C hoặc cao hơn, và còn tốt hơn nữa là 80°C hoặc cao hơn, và tốt hơn là 180°C hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là 150°C hoặc thấp hơn, và còn tốt hơn nữa là 140°C hoặc thấp hơn.

Trong bước (A-2), lignin tồn tại ở phần dạng nước của sản phẩm phản ứng, và do đó, bằng cách phân tách thành phần rắn của sinh khối và pha nước ra khỏi nhau, lignin có thể được lấy ra từ đó. Ngoài ra, ngoài việc lấy ra do quá trình phân tách, lignin tồn tại trong thành phần rắn (pha rắn) của sinh khối được xử lý bằng kiềm được tách ra được rửa bằng nước và hòa tan trong nước, tiếp theo là chiết xuất, từ đó lignin có thể được lấy ra.

Trong bước (A-3), các ví dụ về phương pháp phân đoạn lignin thành nguyên liệu có trọng lượng phân tử xác định bao gồm phương pháp phân tách màng sử dụng màng siêu lọc, màng thẩm thấu ngược, hoặc tương tự; phương pháp kết tủa lignin xác định bằng cách bổ sung axit hoặc bổ sung dung môi hữu cơ; phương pháp làm bay hơi dung môi hữu cơ để đóng rắn, tiếp theo bổ sung dung môi hữu cơ để trải qua quá trình phân tách lỏng- rắn (phân đoạn dung môi, v.v.); phương pháp lọc gel; và sự kết hợp của chúng. Theo phương pháp này, trọng lượng phân tử trung bình khối của lignin thu được có thể được điều chỉnh một cách thích hợp.

Từ quan điểm cải thiện hiệu quả chiết xuất lignin và độ an toàn, dung môi hữu cơ tốt hơn là ít nhất một dung môi được chọn từ rượu, nitril, ete, và keton, và tốt hơn nữa là ít nhất một dung môi được chọn từ metanol, etanol, isopropanol, 2-butanol, và axeton. Dung môi hữu cơ cũng có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp

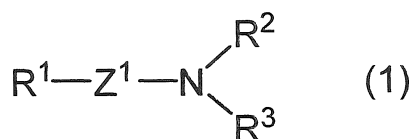
với nước.

Chi tiết về các bước (B-1), (B-2), và (B-3) của phương pháp B được mô tả trong các đoạn từ [0034] đến [0052] của WO 2018/79594 A.

Hợp chất amin (C)

Chế phẩm cao su theo sáng chế là chế phẩm có hợp chất amin (C) được đại diện bởi công thức chung (1) (sau đây còn được gọi đơn giản là "hợp chất amin (C)") được chứa hoặc pha trộn trong đó.

Theo sáng chế, hợp chất amin (C) có thể được chứa hoặc pha trộn dưới dạng muối của nó, và chế phẩm cao su theo sáng chế cũng bao gồm phương án như vậy.



Trong công thức, R^1 đại diện cho nhóm hydrocacbon hoặc nhóm axyl, mỗi nhóm có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon; Z^1 đại diện cho liên kết đơn, $\text{—OR}^4\text{—}$, hoặc $\text{—NHR}^5\text{—}$; R^2 đại diện cho nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon hoặc $\text{—(R}^6\text{O)}_m\text{H}$; R^3 đại diện cho nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon hoặc $\text{—(R}^7\text{O)}_n\text{H}$, trong trường hợp khi Z^1 là liên kết đơn thì R^1 là nhóm hydrocacbon; và

mỗi R^4 và R^5 độc lập đại diện cho nhóm alkandiyl có từ 2 đến 6 nguyên tử cacbon; mỗi R^6 và R^7 độc lập đại diện cho nhóm alkandiyl có từ 2 đến 4 nguyên tử cacbon; mỗi loại trong số m và n đại diện cho số mol bổ sung trung bình và là số lớn hơn 0; và $(m + n)$ đại diện cho số từ 1 đến 30.

Từ quan điểm cải thiện lực bám của chế phẩm cao su, R^1 là nhóm

hydrocacbon hoặc nhóm axyl, mỗi nhóm có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon, và tốt hơn là nhóm hydrocacbon có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon.

Số nguyên tử cacbon của R^1 tốt hơn là 10 hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 12 hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 16 hoặc lớn hơn, và số nguyên tử cacbon là 22 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 20 hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 18 hoặc nhỏ hơn. Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, số nguyên tử cacbon nêu trên tốt hơn là từ 10 đến 22, tốt hơn nữa là từ 12 đến 20, còn tốt hơn nữa là 16 hoặc 18, và còn tốt hơn nữa là 18.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, nhóm hydrocacbon được đại diện bởi R^1 tốt hơn là nhóm hydrocacbon béo, tốt hơn nữa là nhóm alkyl, và còn tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng. Ví dụ về nhóm alkyl mạch thẳng bao gồm nhóm dodexyl, nhóm tetradexyl, nhóm hexadexyl, và nhóm octadexyl.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, nhóm axyl được đại diện bởi R^1 tốt hơn là nhóm axyl béo, tốt hơn nữa là nhóm alkanoyl, và còn tốt hơn nữa là nhóm alkanoyl mạch thẳng. Ví dụ về nhóm alkanoyl mạch thẳng bao gồm nhóm dodecanoyl và nhóm octadecanoyl.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, R^1 tốt hơn là nhóm alkyl hoặc nhóm alkanoyl, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc nhóm alkanoyl mạch thẳng, và còn tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng.

Theo sáng chế, nhóm axyl có thể được đại diện bởi công thức chung (2).



Trong công thức này, R^8 đại diện cho nhóm hydrocacbon.

Tại thời điểm này, nhóm axyl béo đề cập đến nhóm axyl trong đó R^8 là

nhóm hydrocacbon béo; nhóm alkanoyl đề cập đến nhóm axyl trong đó R^8 là nhóm alkyl; và nhóm alkanoyl mạch thẳng đề cập đến nhóm axyl trong đó R^8 là nhóm alkyl mạch thẳng. Số nguyên tử cacbon của nhóm axyl là số do thêm 1 vào số nguyên tử cacbon của R^8 .

Z^1 là liên kết đơn, $-OR^4-$, hoặc $-NHR^5-$, và từ quan điểm cải thiện lực bám của chế phẩm cao su, tốt hơn là nó là liên kết đơn hoặc $-OR^4-$, và tốt hơn nữa là liên kết đơn.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, trong trường hợp Z^1 là liên kết đơn, R^1 là nhóm hydrocacbon.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, trong trường hợp Z^1 là $-OR^4-$, R^1 tốt hơn là nhóm hydrocacbon, và trong trường hợp Z^1 là $-NHR^5-$, R^1 tốt hơn là nhóm axyl.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, số nguyên tử cacbon của mỗi R^4 và R^5 độc lập là từ 2 đến 6, tốt hơn là từ 2 đến 3, và tốt hơn nữa là 3. Cụ thể, mỗi R^4 và R^5 tốt hơn là nhóm etylen hoặc nhóm propan-1,3-diyl, và tốt hơn nữa là nhóm propan-1,3-diyl.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, R^2 là nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon hoặc $-(R^6O)_mH$, tốt hơn là nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon hoặc $-(R^6O)_mH$, và tốt hơn nữa là nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, số nguyên tử cacbon của nhóm hydrocacbon được đại diện bởi R^2 là từ 1 đến 22, tốt hơn là từ 1 đến 18, còn tốt hơn nữa là từ 1 đến 12, nhưng vẫn tốt hơn nữa là từ 1 đến 8, thậm chí còn tốt hơn

nữa là từ 1 đến 4, thậm chí còn tốt hơn nữa là từ 1 đến 2, và thậm chí còn tốt hơn nữa là 1.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, nhóm hydrocacbon được đại diện bởi R^2 tốt hơn là nhóm hydrocacbon béo, tốt hơn nữa là nhóm alkyl, và còn tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng. Ví dụ về nhóm alkyl mạch thẳng bao gồm nhóm methyl, nhóm etyl, nhóm dodexyl, và nhóm octadexyl. Trong số này, nhóm methyl và nhóm etyl được ưu tiên, và nhóm methyl được ưu tiên hơn.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, trong $-(R^6O)_mH$, số nguyên tử cacbon của R^6 là từ 2 đến 4, tốt hơn là từ 2 đến 3, và tốt hơn nữa là 2. R^6 tốt hơn là nhóm etylen hoặc nhóm propan-1,2-diyl, và tốt hơn nữa là nhóm etylen.

m là số lớn hơn 0, và từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, m tốt hơn là 0,5 hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,7 hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 0,9 hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 1 hoặc lớn hơn.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, $-(R^6O)_mH$ tốt hơn là nhóm 2-hydroxyetyl hoặc nhóm hydroxypropyl, và tốt hơn nữa là nhóm 2-hydroxyetyl.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, R^3 là nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon hoặc $-(R^7O)_nH$, và tốt hơn là nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, số nguyên tử cacbon của nhóm hydrocacbon được đại diện bởi R^3 là từ 1 đến 4, tốt hơn là từ 1 đến 2, và tốt hơn nữa là 1. Cụ thể, nhóm hydrocacbon được đại diện bởi R^3 tốt hơn là nhóm methyl hoặc nhóm etyl, và tốt hơn nữa là nhóm methyl.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, trong $(R^7O)_nH$, số nguyên tử

cacbon của R^7 là từ 2 đến 4, tốt hơn là từ 2 đến 3, và tốt hơn nữa là 2. R^7 tốt hơn là nhóm etylen hoặc nhóm propan-1,2-diyl, và tốt hơn nữa là nhóm etylen.

n là số lớn hơn 0, và từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, n tốt hơn là 0,5 hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,7 hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 0,9 hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 1 hoặc lớn hơn.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, $-(R^7O)_nH$ tốt hơn là nhóm 2-hydroxyetyl hoặc nhóm hydroxypropyl, và tốt hơn nữa là nhóm 2-hydroxyetyl.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, $(m+n)$ là 1 hoặc lớn hơn, tốt hơn là 1,5 hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 1,8 hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 2 hoặc lớn hơn, và nó là 30 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 10 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 5 hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 2,2 hoặc nhỏ hơn.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, đối với R^2 và R^3 , tốt hơn là, cả hai đều là nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, hoặc R^2 là $-(R^6O)_mH$, và R^3 là $-(R^7O)_nH$; tốt hơn nữa là, cả hai đều là nhóm methyl, nhóm etyl, hoặc nhóm 2-hydroxyetyl; còn tốt hơn nữa là, cả hai đều là nhóm methyl hoặc nhóm 2-hydroxyetyl; và còn tốt hơn nữa là, cả hai đều là nhóm methyl.

Hợp chất amin (C) tốt hơn là amin bậc ba.

Các ví dụ cụ thể về hợp chất amin (C) bao gồm ít nhất một hợp chất được chọn từ

(i) trialkylamin, chẳng hạn như N,N-dimetyldexylamin, N,N-dimetyldodexylamin, N,N-dimetyltetradexylamin, N,N-dimethylhexadexylamin, N,N-dimetyloctadexylamin, và N,N-diocetadexylmetylamin;

(ii) polyoxyetylenalkylamin, chẳng hạn như polyoxyetylen(1-30)dodexylamin và polyoxyetylen(1-30)octadexylamin;

(iii) dialkanolamin, chẳng hạn như dodexyldietanolamin và octadexyldietanolamin;

(iv) alkyleteamin, chẳng hạn như N,N-dimetyl-3-hexadexyloxypropylamin và N,N-dimetyl-3-octadexyloxypropylamin;

(v) este dialkylaminoalkyl axit béo, chẳng hạn như 2-dimetylaminoetyl dodecanoat và 2-dimetylaminoetyl octadecanoat; và

(vi) aminoalkylamit, chẳng hạn như 3-dimetylaminopropyloctadecanamit.

Trong số các ví dụ cụ thể nêu trên về hợp chất amin (C), ít nhất một hợp chất được chọn từ (i) trialkylamin, (iii) dialkanolamin, (iv) alkyleteamin, và (vi) aminoalkylamit được ưu tiên; và ít nhất một hợp chất được chọn từ (i) trialkylamin và (iv) alkyleteamin được ưu tiên hơn. Cụ thể là, ít nhất một hợp chất được chọn từ N,N-dimetyldodexylamin, N,N-dimetyltetradexylamin, N,N-dimetylhexadexylamin, N,N-dimetyloctadexylamin, octadexyldietanolamin, N,N-dimetyl-3-octadexyloxypropylamin, 3-dimetylaminopropyloctadecanamit, và dioctadexylmetylamin được ưu tiên; và ít nhất một hợp chất được chọn từ N,N-dimetyldodexylamin, N,N-dimetyltetradexylamin, N,N-dimetylhexadexylamin, N,N-dimetyloctadexylamin, N,N-dimetyl-3-octadexyloxypropylamin, và octadexyldietanolamin được ưu tiên hơn.

Như được đề cập ở trên, hợp chất amin (C) theo sáng chế cũng có thể ở dạng muối.

Ví dụ về muối của hợp chất amin bao gồm muối của axit hữu cơ và muối của axit vô cơ của hợp chất amin nêu trên.

Ví dụ về muối của axit hữu cơ bao gồm muối của axit carboxylic, chẳng hạn như muối của axit stearic và muối của axit behenic, và muối của axit sulfonic; và ví dụ về muối của axit vô cơ bao gồm muối của axit sulfuric, muối của axit clohydric, muối của axit nitric, và muối của axit phosphoric. Trong số này, muối của axit carboxylic được ưu tiên, và muối của axit stearic được ưu tiên hơn.

Muối của hợp chất amin có thể thu được bằng cách trung hòa hợp chất amin nêu trên với muối của axit carboxylic nêu trên hoặc tương tự, hoặc phản ứng amin bậc hai tương ứng với tác nhân alkyl hóa, chẳng hạn như dialkyl sulfat và alkyl halogenua.

Hợp chất amin (C) có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp hai hoặc nhiều hợp chất đó.

Chất độn vô cơ (D)

Chế phẩm cao su theo sáng chế, đặc biệt là chế phẩm cao su dùng cho đế giày, giày, hoặc lốp xe, tốt hơn là chế phẩm có chất độn vô cơ (D) được chứa hoặc pha trộn trong đó để cải thiện tính chịu mài mòn, độ bền cơ học, v.v.. Chi tiết về chất độn vô cơ được mô tả trong đoạn [0074] của WO 2018/79594 A.

Từ quan điểm cải thiện lực bám, chất độn vô cơ (D) tốt hơn là ít nhất một chất được chọn từ silic oxit và nhôm oxit, và tốt hơn nữa là silic oxit. Silic oxit tốt hơn là silic oxit phương pháp ướt có thành phần chủ yếu là silicat hydrat hóa.

Từ quan điểm về đặc tính bám và tính chịu mài mòn, đường kính hạt thứ cấp trung bình của silic oxit tốt hơn là 10 μm hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 15 μm hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 18 μm hoặc lớn hơn, và tốt hơn là 100 μm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 80 μm hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 50 μm hoặc nhỏ hơn.

Tác nhân liên kết silan (E)

Chế phẩm cao su theo sáng chế tốt hơn là chế phẩm có tác nhân liên kết silan được chứa thêm hoặc được pha trộn trong đó. Chi tiết về tác nhân liên kết silan được mô tả trong các đoạn [0075] đến [0076] của WO 2018/79594 A; hợp chất sulfua được đại diện bởi công thức chung (8) được mô tả trong tài liệu sáng chế nêu trên được ưu tiên; ít nhất một hợp chất tetrasulfua được chọn từ bis(3-trietoxysilylpropyl)tetrasulfua, bis(3-trimetoxysilylpropyl)tetrasulfua, bis(3-trietoxysilylethyl)tetrasulfua, v.v., được ưu tiên hơn; và bis(3-trietoxysilylpropyl)tetrasulfua còn được ưu tiên hơn.

Tác nhân chống lão hóa (F)

Chế phẩm cao su theo sáng chế tốt hơn là chế phẩm có tác nhân chống lão hóa (F) được chứa hoặc pha trộn trong đó từ quan điểm ngăn chặn làm giảm lực bám của chế phẩm cao su trong một thời gian dài. Ví dụ về tác nhân chống lão hóa (F) bao gồm hợp chất gốc bisphenol, hợp chất gốc amin bậc hai thơm khác với hợp chất amin (C), hợp chất gốc phenol bị cản trở, hợp chất gốc monophenol, hợp chất gốc axit phosphoric, hợp chất gốc polyphenol, hợp chất gốc benzimidazol, hợp chất gốc muối của axit dithiocarbamic, hợp chất gốc thioure, và hợp chất gốc quinolin. Trong số này, ít nhất một hợp chất được chọn từ hợp chất gốc bisphenol,

hợp chất gốc phenol bị cản trở, và hợp chất gốc monophenol được ưu tiên, và hợp chất gốc bisphenol được ưu tiên hơn.

Ví dụ về hợp chất gốc bisphenol bao gồm 2,2'-metylenbis(4-etyl-6-tert-butylphenol), 2,2'-metylenbis(4-metyl-6-tert-butylphenol), và 4,4'-butylidenbis(3-metyl-6-tert-butylphenol).

Ví dụ về hợp chất gốc phenol bị cản trở bao gồm "IRGANOX 1010", "IRGANOX 1076", và "IRGANOX 1520", tất cả được sản xuất bởi BASF SE, và ngoài ra, "ADEKASTAB" Series, được sản xuất bởi Adeka Corporation.

Ví dụ về hợp chất gốc monophenol bao gồm 2,6-di-tert-butyl-4-metylphenol (BHT) và mono- (hoặc di- hoặc tri-)(α -metylbenzyl)phenol.

Tác nhân chống lão hóa (F) có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp hai hoặc nhiều tác nhân đó.

Chế phẩm cao su

Chế phẩm cao su theo sáng chế là chế phẩm có thành phần cao su (A), lignin (B), và hợp chất amin (C) được chứa hoặc pha trộn trong đó, và tốt hơn là chế phẩm có ít nhất một chất được chọn từ chất độn vô cơ (D), tác nhân liên kết silan (E), và tác nhân chống lão hóa (F) được chứa thêm hoặc pha trộn trong đó, khi có nhu cầu.

Hàm lượng của mỗi thành phần trong chế phẩm cao su được mô tả dưới đây, nhưng nên hiểu rằng hàm lượng nêu trên có nghĩa là cả hàm lượng và lượng pha trộn.

Hàm lượng thành phần cao su (A) trong chế phẩm cao su tốt hơn là 30% theo khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 40% theo khối lượng hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 50% theo khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 55% theo khối lượng hoặc lớn hơn, và tốt hơn là 90% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 80% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 75% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 70% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Từ quan điểm cải thiện lực bám của chế phẩm cao su, hàm lượng lignin (B) tốt hơn là 0,3 phần theo khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,5 phần theo khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,8 phần theo khối lượng hoặc lớn hơn, và từ quan điểm về ngăn chặn sự tạo màu của chế phẩm cao su, tốt hơn là 20 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 10 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 5 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, so với 100 phần theo khối lượng của thành phần cao su (A).

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, hàm lượng hợp chất amin (C) tốt hơn là 0,3 phần theo khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,5 phần theo khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,8 phần theo khối lượng hoặc lớn hơn, và tốt hơn là 10 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 5 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 3 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, so với 100 phần theo khối lượng của thành phần cao su (A).

Trong trường hợp hợp chất amin (C) ở dạng muối, tốt hơn là hàm lượng của nó nằm trong khoảng nêu trên trên cơ sở giá trị được biểu thị dưới dạng hợp chất dạng amin.

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, tỷ lệ khối lượng $[(C)/(B)]$ của

hợp chất amin (C) so với lignin (B) tốt hơn là từ 0,1 đến 10. Tỷ lệ khối lượng $[(C)/(B)]$ này tốt hơn là 0,2 hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 0,5 hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,8 hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là 8 hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 5 hoặc nhỏ hơn, nhưng còn tốt hơn nữa là 3 hoặc nhỏ hơn, và thậm chí còn tốt hơn nữa là 2 hoặc nhỏ hơn.

Trong trường hợp chế phẩm cao su chứa thêm chất độn vô cơ (D), từ quan điểm cải thiện tính chịu mài mòn, hàm lượng chất độn vô cơ (D) tốt hơn là 10 phần theo khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 20 phần theo khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 30 phần theo khối lượng hoặc lớn hơn, và từ cùng quan điểm, tốt hơn là 60 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 55 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 50 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, so với 100 phần theo khối lượng của thành phần cao su (A).

Từ cùng quan điểm như đã đề cập ở trên, tỷ lệ khối lượng $[\{\text{chất độn vô cơ (D)}\}/\{\text{lignin (B)}\}]$ của chất độn vô cơ (D) so với lignin (B) tốt hơn là 2 hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 5 hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 10 hoặc lớn hơn, và tốt hơn là 90 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 60 hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 50 hoặc nhỏ hơn.

Trong trường hợp chế phẩm cao su chứa thêm tác nhân liên kết silan (E), từ quan điểm cải thiện tính chịu mài mòn, hàm lượng tác nhân liên kết silan (E) tốt hơn là 2 phần theo khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 4 phần theo khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 6 phần theo khối lượng hoặc lớn hơn, và tốt hơn là 20 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 15 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 10 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn,

so với 100 phần theo khối lượng của chất độn vô cơ (D).

Trong trường hợp chế phẩm cao su chứa thêm tác nhân chống lão hóa (F), từ quan điểm giữ lực bám của chế phẩm cao su và cải thiện tính chịu mài mòn, hàm lượng tác nhân chống lão hóa (F) tốt hơn là 0,1 phần theo khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,2 phần theo khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,5 phần theo khối lượng hoặc lớn hơn, và tốt hơn là 10 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 8 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 5 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, so với 100 phần theo khối lượng của thành phần cao su (A).

Trong thành phần cao su, nếu muốn, nhiều chất phụ gia khác nhau được sử dụng điển hình trong lĩnh vực công nghiệp cao su, ví dụ, axit stearic, dầu hóa dẻo, bột kẽm trắng, chất hấp thụ tia cực tím, chất lưu hóa, chất tăng tốc độ lưu hóa, chất làm chậm cháy, và chất làm mềm, có thể được chứa hoặc pha trộn trong phạm vi mà đối tượng của sáng chế không bị làm hư hại.

Chế phẩm cao su theo sáng chế có thể được sản xuất bằng phương pháp đã biết. Ví dụ, đầu tiên, lignin (B) và hợp chất amin (C), và tùy ý, chất độn vô cơ (D), tác nhân liên kết silan (E), tác nhân chống lão hóa (F), axit stearic, dầu hóa dẻo, và các chất tương tự được nhào trong thành phần cao su (A) bằng cách sử dụng máy nhào, ví dụ, máy trộn Banbury, máy cán, và máy trộn chuyên sâu, ở nhiệt độ 165°C hoặc thấp hơn. Sau đó, chất lưu hóa, chất tăng tốc độ lưu hóa, bột kẽm trắng, và tương tự được bổ sung vào và sau đó được nhào ở nhiệt độ 120°C hoặc thấp hơn.

Chế phẩm cao su không lưu hóa thu được, theo phương pháp đã biết, được

xử lý và đúc, và sau đó được gia nhiệt ở nhiệt độ từ 130°C đến 180°C, để cung cấp cao su lưu hóa.

Chế phẩm cao su theo sáng chế thích hợp cho đế giày, giày, và lốp xe. Trong trường hợp chế phẩm cao su được sử dụng cho các ứng dụng này, nói chung, tốt hơn là nó cũng được liên kết chéo và sau đó được sử dụng.

Phương pháp liên kết chéo không bị giới hạn cụ thể, và có thể được chọn phù hợp với hình dạng, kích cỡ, và tương tự của sản phẩm liên kết chéo. Ví dụ, chế phẩm cao su có chất liên kết chéo được pha trộn trong đó có thể được lấp đầy vào khuôn có hình dạng đế giày hoặc tương tự và được gia nhiệt, để đạt được liên kết chéo đồng thời với quá trình đúc, hoặc chế phẩm cao su có chất tạo liên kết chéo được pha trộn trong đó có thể được đúc trước và sau đó được gia nhiệt để đạt được liên kết chéo.

Nhiệt độ đúc điển hình là từ 10°C đến 220°C, và tốt hơn là từ 25°C đến 120°C. Nhiệt độ liên kết chéo điển hình là từ 120°C đến 200°C, và tốt hơn là từ 140°C đến 180°C, và thời gian liên kết chéo điển hình là từ 1 phút đến 120 phút, và tốt hơn là từ 3 phút đến 60 phút.

Đế giày và giày

Đế giày theo sáng chế được đặc trưng bởi việc sử dụng chế phẩm cao su chứa thành phần cao su (A), lignin (B), và hợp chất amin (C), hoặc chế phẩm cao su bao gồm hỗn hợp pha trộn thành phần cao su (A), lignin (B), và hợp chất amin (C).

Đế giày sử dụng chế phẩm cao su theo sáng chế có tính chịu mài mòn và sức chống trượt vượt trội, đặc biệt là lực bám trên mặt đường ướt, và do đó, nó có

thể được sử dụng làm nhiều loại đế giày khác nhau.

Giày theo sáng chế có đế giày theo sáng chế.

Ví dụ về giày bao gồm ít nhất một loại được chọn từ giày thể thao, giày đi bộ đường dài, giày leo núi, giày đi xe máy, giày commuter, giày câu cá, giày đi biển, giày lặn, giày tắm, giày đi mưa, v.v..

Đế giày và giày theo sáng chế đặc biệt thích hợp cho đế giày và giày được sử dụng ở nơi có nước.

Lốp xe

Lốp xe theo sáng chế là lốp xe sử dụng chế phẩm cao su theo sáng chế.

Lốp xe theo sáng chế tốt hơn là lốp xe trong đó chế phẩm cao su theo sáng chế được sử dụng cho bộ phận của lốp xe, chẳng hạn như lớp lót bên trong lốp xe, mặt lốp xe, đế lốp xe, thân lốp xe, thành bên, và phần mép. Ngoài ra, lốp xe theo sáng chế tốt hơn là lốp chống trượt.

Lốp xe theo sáng chế được sản xuất dưới dạng lốp hơi hoặc tương tự bằng cách đúc chế phẩm cao su theo phương pháp thông thường. Ví dụ, lốp xe có thể được sản xuất theo cách mà ở giai đoạn không lưu hóa, chế phẩm cao su theo sáng chế được ép đùn làm bộ phận cho mặt lốp xe, được dính và đúc bằng phương pháp thông thường trên máy đúc lốp xe để đúc lốp chưa xử lý, và lốp chưa xử lý này được gia nhiệt và điều áp trong máy lưu hóa. Trong trường hợp này, chế phẩm cao su có thể chứa chất tạo bọt. Trong trường hợp chế phẩm cao su chứa chất tạo bọt, quá trình tạo bọt xảy ra đồng thời với quá trình lưu hóa.

Phương pháp sản xuất chế phẩm cao su

Trong chế phẩm cao su theo sáng chế, ngoài thành phần cao su (A), lignin

(B), và hợp chất amin (C), các chất phụ gia được sử dụng điển hình trong lĩnh vực công nghiệp cao su, ví dụ, tác nhân chống lão hóa, chất làm mềm, axit stearic, bột kẽm trắng, chất tăng tốc độ lưu hóa, chất hỗ trợ tăng tốc độ lưu hóa, và chất lưu hóa, có thể được chọn một cách thích hợp và pha trộn trong phạm vi mà tác dụng của sáng chế không bị cản trở.

Ngoài ra, chế phẩm cao su theo sáng chế thu được bằng cách nhào thành phần cao su (A), lignin (B), và hợp chất amin (C), và tùy ý, các chất phụ gia được chọn thích hợp khác nhau bằng cách sử dụng máy nhào, chẳng hạn như máy cán và máy nhào trộn, tiếp theo là gia nhiệt, ép đùn, v.v.. Sau khi xử lý khuôn, quá trình lưu hóa được thực hiện, do đó sản phẩm thu được có thể được sử dụng cho các ứng dụng khác nhau.

Lượng pha trộn và phạm vi ưu tiên của các thành phần tương ứng là lượng pha trộn và phạm vi ưu tiên được đề cập ở trên.

Phương pháp cải thiện lực ma sát của thành phần cao su

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp cải thiện lực ma sát của thành phần cao su, bao gồm bước trộn thành phần cao su (A) với lignin (B) và hợp chất amin (C).

Chi tiết về các thành phần tương ứng nêu trên trong phương pháp của sáng chế là chi tiết về các thành phần được đề cập ở trên.

Trong phương pháp của sáng chế, ngoài thành phần cao su (A), lignin (B), và hợp chất amin (C), các chất phụ gia nêu trên dùng cho cao su có thể được pha trộn trong phạm vi mà tác dụng của sáng chế không bị cản trở.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ điều chế, ví dụ, và ví dụ so sánh được mô tả dưới đây. Các tính chất vật lý tương ứng được đo và đánh giá bằng các phương pháp sau.

(1) Tính hiệu suất aldehyt của lignin bằng quá trình oxy hóa nitrobenzen kiềm

70 mg nguyên liệu chứa lignin, 7 mL dung dịch nước natri hydroxit 2M, và 0,4 mL nitrobenzen được nạp vào lọ 20 mL và gia nhiệt ở 170°C trong 2,5 giờ trong khi khuấy ở tốc độ 900 vòng/phút. Sau khi kết thúc phản ứng, dung dịch phản ứng thu được này được làm nguội và sau đó được chiết bằng 10 mL dietyl ete ba lần, để loại bỏ sản phẩm nitrobenzen khử và lượng nitrobenzen dư từ đó. Axit clohydric đậm đặc được bổ sung vào phía lớp nước còn lại để điều chỉnh độ pH bằng 1, và dung dịch thu được này được chiết tiếp bằng 10 mL dietyl ete ba lần. Dung dịch chiết dietyl ete thu được này được chưng cất trong điều kiện áp suất giảm, để thu được hỗn hợp oxy hóa. Hỗn hợp oxy hóa thu được này được pha loãng với 20 mL diclometan trong xi lanh đo. Sau đó, 2 mL dung dịch thu được này được lọc qua màng Millipore HVHP (do Millipore Japan sản xuất, đường kính lỗ: 0,45 μ m) và trải qua sắc ký khí (GC).

Sắc ký khí được thực hiện bằng cách sử dụng thiết bị GC (GC-2010 Plus, do Shimadzu Corporation sản xuất) được trang bị cột "Agilent J&W GC Column DB-5" (do Agilent Technologies Inc. sản xuất). Điều kiện đo được chấp nhận sao cho lượng nguyên liệu chứa lignin là 1,0 μ L; tốc độ dòng khí heli là 14,1 mL/phút; nhiệt độ cổng phun là 300°C; và tỷ lệ chia là 10/1. Về nhiệt độ, sau khi giữ ở 60°C trong 1 phút, nhiệt độ được nâng lên 250°C với tốc độ 5°C/phút và sau đó giữ ở 250°C trong 10 phút. Việc xác định định lượng được thực hiện bằng cách sử dụng đường chuẩn được chuẩn bị liên quan đến diện tích pic dựa trên nồng độ thuốc thử

tương ứng của ba aldehyt bao gồm vanilin, syringaldehyt, và p-hydroxybenzaldehyt, từ đó xác định ba hiệu suất aldehyt trong nguyên liệu chứa lignin.

Hiệu suất aldehyt (% khối lượng) được tính theo phương trình tính (II) sau và được xác định là chỉ số về mức độ biến tính của lignin. Được biểu thị rằng hiệu suất aldehyt càng cao, sự biến tính của lignin càng thấp.

Hiệu suất aldehyt (% khối lượng) = (Hiệu suất aldehyt của tổng lượng aldehyt của vanilin, syringaldehyt, và p-hydroxybenzaldehyt)/(khối lượng lignin trong nguyên liệu chứa lignin thu được) $\times 100$ (II)

(2) Tính hàm lượng lignin (% khối lượng), v.v.. trong nguyên liệu chứa lignin

Hàm lượng lignin và khối lượng lignin trong nguyên liệu chứa lignin được tính theo phương trình tính (III) và (IV) sau, tương ứng.

Hàm lượng lignin (% khối lượng) = [{Hàm lượng lignin không hòa tan trong axit (% khối lượng)} + {Hàm lượng lignin hòa tan trong axit (% khối lượng)}] (III)

Khối lượng lignin (g) = [{Hàm lượng lignin không hòa tan trong axit (% khối lượng)} + {Hàm lượng lignin hòa tan trong axit (% khối lượng)}] $\times$ {lượng thu thập nguyên liệu chứa lignin (tính theo chất khô) (g)}/100 (IV)

Ở đây, hàm lượng lignin không hòa tan trong axit và hàm lượng lignin hòa tan trong axit được tính bằng các phương pháp sau.

Tính hàm lượng lignin không hòa tan trong axit

Hàm lượng lignin không hòa tan trong axit được tính bằng cách trừ hàm lượng tro trong lignin thô không hòa tan trong axit theo phương trình tính (V) sau.

Hàm lượng lignin không hòa tan trong axit (% khối lượng) = {Hàm lượng lignin thô không hòa tan trong axit (% khối lượng)} $\times$ [100 - {hàm lượng tro (% khối lượng)}]/100 (V)

Tính hàm lượng lignin thô không hòa tan trong axit

Nguyên liệu chứa lignin đã nghiền được làm khô trong điều kiện chân không ở 60°C. 300 mg nguyên liệu chứa lignin khô này được nạp vào lọ, 3 mL axit sulfuric 72% theo khối lượng được bổ sung vào đó, và hỗn hợp thu được này được khuấy thích hợp trong bể điều nhiệt ở 30°C trong 1 giờ. Sau đó, bổ sung 84 mL nước vào đó, và hỗn hợp thu được này được chuyển vào bình áp suất và xử lý trong nồi hấp ở 120°C trong 1 giờ. Sau đó, nguyên liệu chứa lignin được lấy ra trước khi nhiệt độ của nó giảm xuống 70°C hoặc thấp hơn, và trải qua quá trình lọc hút bằng cách sử dụng bộ lọc thủy tinh 1G-3 có trọng lượng không đổi đã được đo trước đó. Dịch lọc (A) được bảo quản, trong khi đó bộ lọc thủy tinh gắn với phần cặn được rửa hoàn toàn bằng nước và sau đó được làm khô ở 105°C, để đo trọng lượng không đổi của nó, từ đó xác định hàm lượng lignin thô không hòa tan trong axit (tính theo chất khô) theo phương trình tính (VI) sau.

Hàm lượng lignin thô không hòa tan trong axit (% khối lượng) = [{Khối lượng cặn nguyên liệu chứa lignin (g)}/{lượng thu thập nguyên liệu chứa lignin (tính theo chất khô) (g)}] $\times$ 100 (VI)

Tính hàm lượng tro

Lignin thô không hòa tan trong axit được chuyển vào chén nung có trọng lượng không đổi đã được đo trước đó, giữ trong đó ở 575°C trong 12 giờ, và sau đó được làm nguội để đo trọng lượng không đổi của chén nung và xác định khối

lượng của mẫu sau khi tro hóa. Hàm lượng tro được tính theo phương trình tính (VII) sau.

$$\text{Hàm lượng tro (\% khối lượng)} = \left[\frac{\{\text{Khối lượng mẫu sau khi tro hóa (g)}\}}{\{\text{Lượng thu thập lignin thô không hòa tan trong axit (tính theo chất khô) (g)}\}} \right] \times 100 \quad (\text{VII})$$

Tính hàm lượng lignin hòa tan trong axit

Lignin hòa tan trong axit được đo theo phương pháp sau để tính hàm lượng lignin hòa tan trong axit.

Dịch lọc (A) được tạo thành đại lượng không đổi 100 mL và được đo độ hấp thụ của nó ở bước sóng 205 nm bằng máy đo quang phổ tia kép (U-2910, do Hitachi High-Tech Science Corporation sản xuất). Tại thời điểm này, dịch lọc được pha loãng thích hợp sao cho độ hấp thụ của nó là từ 0,3 đến 0,8.

$$\text{Hàm lượng lignin hòa tan trong axit (\% khối lượng)} = d \times v \times (A_s - A_b) / (a \times w) \times 100$$

Ở đây, d: tỷ lệ pha loãng; v: thể tích không đổi (L) của dịch lọc; A_s : độ hấp thụ của dung dịch mẫu; A_b : độ hấp thụ của dung dịch trắng; a: hệ số hấp thụ của lignin; w: lượng mẫu thu thập (tính theo chất khô) (g).

Là hệ số hấp thụ (a) của lignin, đã sử dụng 110 L/g/cm làm giá trị được mô tả là giá trị trung bình đã biết trong tài liệu tham khảo "Methods in Lignin Chemistry" do Junzo Nakano & Gyosuke Iidzuka dịch (do UNI Publishing Co., Ltd. xuất bản, 1994).

(3) Đo trọng lượng phân tử trung bình khối của lignin

Trọng lượng phân tử trung bình khối của lignin được đo qua sắc khí thẩm

thấu gel (sau đây còn được gọi là "GPC") trong điều kiện sau.

Hoạt động GPC

100 μ L dung dịch có nồng độ 1 mg/mL, được điều chế bằng cách hòa tan nguyên liệu chứa lignin trong dung dịch rửa giải, được sử dụng làm mẫu đo. Trọng lượng phân tử của mẫu được tính dựa trên đường chuẩn đã được chuẩn bị trước đó.

Điều kiện GPC

Thiết bị: HLC-8120GPC (do Tosoh Corporation sản xuất)

Máy dò: Máy dò RI

Cột phân tách: Hai cột TSK-GEL α -M (do Tosoh Corporation sản xuất)

Cột bảo vệ: TSKgel guardcolumn α (do Tosoh Corporation sản xuất)

Nhiệt độ cột: 40°C

Dung dịch rửa giải: Dung dịch N,N-Dimetylformamit có 60 mmol/L H_3PO_4 và 50 mmol/L LiBr được bổ sung vào đó

Tốc độ dòng dung dịch rửa giải: 1 mL/phút

Mẫu chuẩn: Dung dịch hỗn hợp polystyren đơn phân tán [A-500 (trọng lượng phân tử: $5,0 \times 10^2$), F-10 (trọng lượng phân tử: $9,64 \times 10^4$), và F-850 (trọng lượng phân tử: $8,42 \times 10^6$), tất cả do Tosoh Corporation sản xuất; và các polystyren đơn phân tán đó do Pressure Chemical Co. sản xuất (trọng lượng phân tử: $4,0 \times 10^3$, $3,0 \times 10^4$, và $9,29 \times 10^5$)

(4) Đo hàm lượng lưu huỳnh trong nguyên liệu chứa lignin

Hàm lượng lưu huỳnh trong nguyên liệu chứa lignin được đo và được tính bằng sắc ký ion sử dụng hệ thống đốt tự động như được đề cập dưới đây.

Hoạt động phân tích

Khoảng 0,02 đến 0,05 g nguyên liệu chứa lignin được thu thập trong bảg đốt, và vonfam oxit được bổ sung vào đó. Hoạt động đốt được thực hiện bằng hệ thống đốt tự động, và ion sulfat được thu thập bằng dung dịch hấp thụ (5 mL dung dịch hydro peroxit 900 ppm). Dung dịch hấp thụ này được pha loãng bằng nước trao đổi ion để tạo thành thể tích không đổi 50 mL, từ đó điều chế dung dịch mẫu. Dung dịch mẫu được đo bằng sắc ký ion, và hàm lượng lưu huỳnh trong mẫu (chuyển đổi từ ion sulfat: 0,3338) được tính từ đường chuẩn.

Điều kiện hoạt động của hệ thống đốt

Thiết bị: Hệ thống đốt tự động AQF-100 (do Mitsubishi Chemical Corporation sản xuất)

Nhiệt độ đốt tối đa: 1000°C

Tốc độ dòng khí: Argon/oxy: 200 mL/phút, oxy: 400 mL/phút

Tốc độ dòng khí của bộ cấp nước: Argon: 150 mL/phút

Điều kiện hoạt động sắc ký ion

Thiết bị: ICS-1500 (do DIONEX Corporation sản xuất)

Máy dò: Máy dò độ dẫn điện

Cột phân tách: IonPac AS12A (do DIONEX Corporation sản xuất)

Cột bảo vệ: IonPac AG12A (do DIONEX Corporation sản xuất)

Dung dịch rửa giải: Dung dịch hỗn hợp gồm dung dịch nước natri cacbonat 2,7 mmol/L và dung dịch nước natri hydro cacbonat 0,3 mmol/L (1/1)

Tốc độ dòng dung dịch rửa giải: 1,5 mL/phút,

Bộ triệt nhiễu: AERS 500 4-mm (kiểu tuần hoàn) (do Thermo Fisher

Scientific Inc. sản xuất)

Ví dụ điều chế 1 (Điều chế nguyên liệu chứa lignin B1)

Bước (A-1)

Bã cây mía dưới dạng sinh khối thân thảo có khối lượng khô 30 g được đặt vào chai thủy tinh, và bổ sung dung dịch nước natri hydroxit 1,6% theo khối lượng vào đó sao cho nồng độ thành phần rắn là 10% theo khối lượng. Chai thủy tinh được gia nhiệt trong bể đẳng nhiệt ở 95°C trong 6 giờ (hệ số H: 3,5).

Bước (A-2)

Sản phẩm phản ứng thu được trong bước (A-1) được lọc trong điều kiện áp suất giảm bằng cách sử dụng lưới SUS 400 mắt lưới và bộ lọc Nutsche. Phần cặn được rửa bằng 300 mL nước trao đổi ion ở 90°C để thu được dịch lọc.

Bước (A-3)

Axit clohydric 1,0 M được bổ sung vào dịch lọc để dịch lọc có độ pH bằng 2.

Huyền phù thu được này được ly tâm ở tốc độ 10000 vòng/phút trong 20 giây bằng máy ly tâm ("CR 20GIII", do Hitachi Koki Co., Ltd. sản xuất). Phần nổi phía trên được loại bỏ, 300 mL nước trao đổi ion được bổ sung vào cặn, và sau khi khuấy, sản phẩm thu được này được ly tâm lại, tiếp theo là rửa bằng nước hai lần. Kết tủa thu được này được đông khô. Bổ sung axeton vào lignin thu được, khuấy hỗn hợp này trong 3 giờ và chiết bằng dung môi. Sau đó, sản phẩm thu được này được phân tách rắn- lỏng bằng giấy lọc ("Filter Paper No. 2", do Toyo Roshi Kaisha, Ltd. sản xuất). Làm bay hơi axeton trong điều kiện áp suất giảm từ dịch lọc, để thu được nguyên liệu chứa lignin B1.

Hiệu suất aldehyt của lignin B1 trong nguyên liệu chứa lignin B1 thu được là 27,6% theo khối lượng, và trọng lượng phân tử trung bình khối của nó là 1700. Hàm lượng lignin B1 trong nguyên liệu chứa lignin B1 là 93% theo khối lượng, và hàm lượng lưu huỳnh của nó là 0,085% theo khối lượng.

Ví dụ 1 và Ví dụ so sánh 1

(1) Điều chế chế phẩm cao su không lưu hóa

Trong mỗi chế phẩm hỗn hợp được thể hiện trong Bảng 1, các thành phần khác ngoài bột kẽm trắng, lưu huỳnh, và chất tăng tốc độ lưu hóa được nhào trong máy trộn kiểu kín 100mL ("Labo Plastomill R100", do Toyo Seiki Seisaku-sho, Ltd. sản xuất) trong 3 đến 6 phút, và khi nhiệt độ của nó đạt được 140 đến 155°C, hỗn hợp đã nhào được xả ra để thu được chế phẩm cao su. Ở đây, sau khi chế phẩm cao su được làm nguội đến 50°C hoặc thấp hơn, bột kẽm trắng, lưu huỳnh, và chất tăng tốc độ lưu hóa sau đó được bổ sung vào chế phẩm cao su và nhào trong 3 phút, và khi nhiệt độ của nó đạt được 110 đến 115°C, hỗn hợp đã nhào được xả ra để thu được chế phẩm cao su không lưu hóa.

(2) Điều chế mẫu thử cao su lưu hóa để đánh giá lực bám

Chế phẩm cao su không lưu hóa thu được ở mục (1) ở trên được lấp đầy vào khung được bao quanh bởi tấm SUS có độ dày 3 mm và 11 cm × 17 cm và được lưu hóa ở nhiệt độ 160°C, để điều chế cao su lưu hóa. Sử dụng "Super Straight Cutter", do Dumbbell Co., Ltd. sản xuất, tấm cao su lưu hóa thu được này được cắt thành mẫu thử hình cột có đường kính 6 mm và độ dày 3 mm.

Đối với thời gian lưu hóa của mẫu thử, thời gian lưu hóa (T90) của cao su không lưu hóa ở 160°C được xác định phù hợp với thử nghiệm lưu hóa bằng máy

lưu hóa kiểu rung được mô tả trong JIS K6300-2, và quá trình lưu hóa được thực hiện trong thời gian được tính bằng cách nhân T90 với 1,5.

(3) Đánh giá lực bám (hiệu suất ướt)

Sử dụng thiết bị đo ma sát tĩnh/động học ("TL201Ts", do Trinity-Lab. Inc. sản xuất) và sử dụng bộ truyền động kiểu bàn trượt, đo lực ma sát.

Tại vị trí cố định mẫu thử của bộ đo của thiết bị đo ma sát tĩnh/động học, một phía của bề mặt đáy của mẫu thử cao su lưu hóa được cố định bằng chất kết dính ("Aron Alpha EXTRA", do Toagosei Co., Ltd. sản xuất), từ đó làm cho bề mặt đáy của mẫu thử có đường kính 6 mm tiếp xúc với bề mặt đo. Là bề mặt đo, bề mặt nhẵn của đá granit (20,5 cm × 14,5 cm, độ dày: 1 cm) được cố định trên bàn trượt của bộ truyền động được sử dụng.

Đổ 3 mL nước trao đổi ion vào khe hở giữa vị trí cố định mẫu thử và đá granit, và đo lực ma sát ở trạng thái toàn bộ mẫu thử cao su lưu hóa được ngâm trong nước trao đổi ion. Lực ma sát tĩnh tối đa và lực ma sát động trung bình được đo trong điều kiện đo sao cho vận tốc đo là 30 mm/s, tải trọng thẳng đứng là 470 g, và khoảng cách di chuyển là 30 mm. Trong khi xác định lực ma sát của chế phẩm cao su của Ví dụ so sánh 1 là 100, chỉ số lực ma sát tĩnh tối đa và chỉ số lực ma sát động trung bình của mỗi mẫu thử được tính theo phương trình tính (VIII) sau, để đánh giá lực bám (hiệu suất ướt). Kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

$$\text{Chỉ số lực ma sát} = [(\text{Lực ma sát})/(\text{Lực ma sát của Ví dụ so sánh 1})] \times 100$$

(VIII)

Chỉ số lực ma sát càng lớn, lực bám (hiệu suất ướt) của cao su càng vượt trội.

Chi tiết về mỗi thành phần được thể hiện trong Bảng 1 như sau.

Thành phần cao su (A)

*1: Hỗn hợp gồm 80 phần theo khối lượng SBR (cao su copolyme ngẫu nhiên styren/butadien có hàm lượng styren 23,5% theo khối lượng, do JSR Corporation sản xuất, loại mở rộng không dầu, tên thương mại: JSR1502) và 20 phần theo khối lượng BR (cao su butadien, do Zeon Corporation sản xuất, tên thương mại: NIPOL BR1220)

Nguyên liệu chứa lignin (B)

*2: Nguyên liệu chứa lignin B1 thu được trong Ví dụ điều chế 1

Hợp chất amin (C)

*3: Dimetyldodexylamin C1

Thành phần khác

*4: Silic oxit kết tủa (cacbon trắng), do Tosoh Silic oxit Corporation sản xuất, tên thương mại: NIPSIL VN3

*5: Bis(3-trietoxysilylpropyl)tetrasulfua, "Si69" do Degussa AG sản xuất,

*6: Tác nhân chống lão hóa gốc bisphenol, 4,4'-butylidenbis(3-metyl-6-tert-butylphenol), "Nocrac NS-30", do Ouchi Shinko Chemical Industrial Co., Ltd. sản xuất

*7: "Lunac S-70V", do Kao Corporation sản xuất

*8: Dầu hóa dẻo naphten, "SUNTHENE 410", do Japan Sun Oil Company, Ltd. sản xuất

*9: "Kẽm oxit, hạng đặc biệt", do FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation sản xuất

*10: "Bột lưu huỳnh dùng trong hóa chất", do FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation sản xuất

*11: Chất tăng tốc độ lưu hóa gốc sulfenamid, N-tert-butyl-2-benzotiazyl sulfenamid, "SANCELER NS", do Sanshin Chemical Industry Co., Ltd. sản xuất

Bảng 1

			Ví dụ 1	Ví dụ so sánh 1
Hỗn hợp pha trộn của chế phẩm cao su (phần theo khối lượng)	Thành phần cao su (A)	SBR/BR (80/20) *1	100	100
	Nguyên liệu chứa lignin (B)	Nguyên liệu chứa lignin B1 *2	1 **	-
	Hợp chất amin (C)	Dimetyldodexylamin C1 *3	1	-
	Chất độn vô cơ (D)	Silic oxit *4	40	40
	Tác nhân liên kết silan (E) *5		3	3
	Tác nhân chống lão hóa (F)	Nocrac NS-30 *6 (hợp chất gốc bisphenol)	1	1
	Chất phụ gia	Axit stearic *7	1	1
		Dầu hóa dẻo *8	5	5
		Bột kẽm trắng *9	3	3
	Chất lưu hóa	Lưu huỳnh *10	2	2
	Chất tăng tốc độ lưu hóa	SANCELER NS *11	1,5	1,5
Tổng lượng (phần theo khối lượng)			158,5	156,5
Hàm lượng cao su (A) (% theo khối lượng)			63,1	63,9
Các kết quả đánh giá	Hiệu suất ướt	Chỉ số lực ma sát tĩnh tối đa	125	100
		Chỉ số lực ma sát động trung bình	150	100

** : Hàm lượng lignin trong nguyên liệu chứa lignin B1 (1 phần theo khối lượng) là 0,93 phần theo khối lượng.

Các Ví dụ 2 đến 14 và các Ví dụ so sánh 2 đến 13

Chế phẩm cao su thu được theo cách giống như trong Ví dụ 1, trừ trong Ví

dự 1, các chế phẩm công thức pha trộn của lignin (B) và hợp chất amin (C) đã được thay đổi như được thể hiện trong Bảng 2 trong khi không thay đổi loại và lượng của thành phần cao su (A) (hỗn hợp SBR và BR), các chất phụ gia, v.v..

Trong Bảng 2, chỉ số lực ma sát của mỗi chế phẩm cao su đã được tính trong khi xác định lực ma sát của Ví dụ so sánh 1 là 100.

Chi tiết về mỗi thành phần được thể hiện trong Bảng 2 như sau.

Lignin (B)

B1: Lignin B1 trong nguyên liệu chứa lignin B1 thu được trong Ví dụ điều chế 1

Hàm lượng lignin B1 trong nguyên liệu chứa lignin B1 (1 phần theo khối lượng) là 0,93 phần theo khối lượng.

B2: Do Sigma Aldrich Corporation sản xuất, natri lignosulfonat "471038-100G", hiệu suất aldehyt: 11% theo khối lượng, trọng lượng phân tử trung bình khối: 52000,

Hàm lượng lignin trong nguyên liệu chứa lignin B2: 85% theo khối lượng, hàm lượng lưu huỳnh: 6,0% theo khối lượng

Hàm lượng lignin B2 trong nguyên liệu chứa lignin B2 (1 phần theo khối lượng) là 0,85 phần theo khối lượng.

B3: Do Nacalai Tesque, Inc. sản xuất, lignin "20453-02", hiệu suất aldehyt: 8,7% theo khối lượng, trọng lượng phân tử trung bình khối: 11000

Hàm lượng lignin trong nguyên liệu chứa lignin B3: 60% theo khối lượng, hàm lượng lưu huỳnh: 3,5% theo khối lượng

Hàm lượng lignin B3 trong nguyên liệu chứa lignin B3 (1 phần theo khối

lượng) là 0,60 phần theo khối lượng.

Hợp chất amin (C), v.v..

C1: N,N-Dimetyldodexylamin

C2: N,N-Dimethylhexadexylamin

C3: N,N-Dimetyloctadexylamin

C4: Octadexyldietanolamin

C5: N,N-Dimetyl-3-octadexyloxypropylamin

C6: Dioctadexylmetylamin

C7: 3-Dimetylaminopropyloctadecanamit

C8: Stearylamin

C9: Metylstearylamin

C10: Trimetyloctadexylamoni clorua

C11: Diazabixycloundexen

C12: N,N,N',N'-Tetramethylhexametylendiarni

Bảng 2

		Thành phần pha trộn của chế phẩm cao su										Lực bám (hiệu suất ướt)	
		Thành phần cao su (A)		Lignin (B)		Hợp chất amin (C), v.v..		Tỷ lệ khối lượng (C/B)	Chi số lực ma sát tính tối đa	Chi số lực ma sát động trung bình			
		Loại	phần theo khối lượng	Loại	phần theo khối lượng *1	Loại	phần theo khối lượng						
Ví dụ so sánh	1	SBR + BR	100	-		-	-	-	100	100	100		
	2	SBR + BR	100	B1	0,93		-	-	110	110	110		
	3	SBR + BR	100	B1	7,44		-	-	113	93	93		
Ví dụ	1	SBR + BR	100	B1	0,93	C1	1	1,08	125	150	150		
	2	SBR + BR	100	B1	0,93	C2	1	1,08	133	166	166		
	3	SBR + BR	100	B1	0,93	C3	1	1,08	129	195	195		
	4	SBR + BR	100	B1	0,93	C4	1	1,08	108	126	126		
	5	SBR + BR	100	B1	0,93	C5	1	1,08	114	133	133		
	6	SBR + BR	100	B1	2,33	C5	2,5	1,07	122	159	159		
	7	SBR + BR	100	B1	2,33	C6	2,5	1,07	118	128	128		
	8	SBR + BR	100	B1	2,33	C7	2,5	1,07	125	154	154		
Ví dụ so sánh	4	SBR + BR	100	B1	0,93	C8	1	1,08	97	103	103		
	5	SBR + BR	100	B1	0,93	C9	1	1,08	103	102	102		
	6	SBR + BR	100	B1	0,93	C10	1	1,08	92	99	99		
	7	SBR + BR	100	B1	0,93	C11	1	1,08	80	81	81		
	8	SBR + BR	100	B1	0,93	C12	1	1,08	83	100	100		
	9	SBR + BR	100	B1	0,47	C3	0,5	1,06	114	154	154		
	10	SBR + BR	100	B1	2,33	C3	2,5	1,07	124	206	206		
	11	SBR + BR	100	B1	3,72	C3	1	0,27	127	179	179		
Ví dụ	12	SBR + BR	100	B1	0,93	C3	4	4,30	106	185	185		
	13	SBR + BR	100	B2	0,85	C3	1	1,18	129	142	142		
	14	SBR + BR	100	B3	0,60	C3	1	1,67	120	141	141		
	9	SBR + BR	100	B2	0,85	-	-	-	92	100	100		
	10	SBR + BR	100	B3	0,60	-	-	-	93	96	96		
	11	SBR + BR	100	-	-	C3	0,5	-	97	103	103		
	12	SBR + BR	100	-	-	C3	1	-	105	111	111		
	13	SBR + BR	100	-	-	C3	8	-	67	101	101		

*1: Lượng lignin B1 đến B3 trong nguyên liệu chứa lignin B1 đến B3

Ví dụ 15

Chế phẩm cao su thu được theo cách giống như trong Ví dụ 1, trừ chế phẩm pha trộn của Ví dụ 3 không được thay đổi, và N,N-dimetyloctadexylamin được trung hòa trước đó bằng axit stearic ("Lunac S-70V", do Kao Corporation sản xuất) và sau đó được pha trộn làm muối của axit stearic N,N-octadexylamin. Hiệu suất ướt của chế phẩm cao su thu được bằng hiệu suất ướt trong Ví dụ 3.

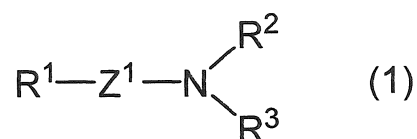
Từ Bảng 2 và Ví dụ 15, cần lưu ý rằng các chế phẩm cao su của các Ví dụ từ 1 đến 15 của sáng chế có lực ma sát tĩnh tối đa và lực ma sát động trung bình lớn tại thời điểm làm ướt và lực bám vượt trội, so với các chế phẩm cao su của Ví dụ so sánh 1 đến 13.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Chế phẩm cao su theo sáng chế vượt trội đặc biệt về lực bám trên mặt đường ướt, và do đó, nó đặc biệt hữu ích cho ứng dụng sử dụng chế phẩm cao su nêu trên, như đế giày, giày, và lốp xe.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp cải thiện lực ma sát của thành phần cao su, trong đó phương pháp này bao gồm bước pha trộn thành phần cao su (A), lignin (B), và hợp chất amin (C) được đại diện bởi công thức chung (1) sau:



trong đó,

R^1 đại diện cho nhóm hydrocacbon hoặc nhóm axyl mỗi nhóm có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon; Z^1 đại diện cho liên kết đơn, $\text{—OR}^4\text{—}$, hoặc $\text{—NHR}^5\text{—}$; R^2 đại diện cho nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon hoặc $\text{—(R}^6\text{O)}_m\text{H}$; R^3 đại diện cho nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon hoặc $\text{—(R}^7\text{O)}_n\text{H}$, trong trường hợp khi Z^1 là liên kết đơn thì R^1 là nhóm hydrocacbon; và

mỗi R^4 và R^5 độc lập đại diện cho nhóm alkandiyl có từ 2 đến 6 nguyên tử cacbon; mỗi R^6 và R^7 độc lập đại diện cho nhóm alkandiyl có từ 2 đến 4 nguyên tử cacbon; mỗi loại trong số m và n đại diện cho số mol bổ sung trung bình và là số lớn hơn 0; và $(m + n)$ đại diện cho số từ 1 đến 30,

hàm lượng lignin (B) là từ 0,3 phần theo khối lượng đến 20 phần theo khối lượng, so với 100 phần theo khối lượng thành phần cao su (A), và

hàm lượng hợp chất amin (C) là từ 0,3 phần theo khối lượng đến 10 phần theo khối lượng, so với 100 phần theo khối lượng thành phần cao su (A).

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hàm lượng lignin (B) là từ 0,3 phần theo khối lượng đến 10 phần theo khối lượng, so với 100 phần theo khối lượng thành phần cao su (A).

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó tỷ lệ khối lượng [(C)/(B)] của hợp chất amin (C) so với lignin (B) là từ 0,1 đến 10.
4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó số nguyên tử cacbon của R^1 là từ 10 đến 22.
5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó R^1 là nhóm alkyl hoặc nhóm alkanoyl.
6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó R^2 và R^3 mỗi loại độc lập là nhóm methyl hoặc nhóm 2-hydroxyethyl.
7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó Z^1 là liên kết đơn hoặc $-OR^4-$, và R^1 là nhóm hydrocacbon.
8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó hợp chất amin (C) là ít nhất một hợp chất được chọn từ N,N-dimetyldodexylamin, N,N-dimetyltetradexylamin, N,N-dimethylhexadexylamin, N,N-dimetyloctadexylamin, N,N-dimetyl-3-octadexyloxypropylamin, và octadexyldietanolamin.
9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó trọng lượng phân tử trung bình khối của lignin (B) là từ 500 đến 100000.
10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó hiệu suất aldehyt của lignin (B) theo phương pháp oxy hóa nitrobenzen kiềm là 1% theo khối lượng hoặc lớn hơn.
11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước pha trộn ít nhất một chất được chọn từ chất độn vô cơ (D), tác nhân liên kết silan (E), và tác nhân chống lão hóa (F).