



(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)



1-0024073

(51)⁷ C08K 5/34; C08K 9/12; C08K 9/04

(13) B

(21) 1-2013-00619

(22) 02/09/2011

(86) PCT/US2011/050298 02/09/2011

(87) WO2012/031183 08/03/2012

(30) 61/380,032 03/09/2010 US

(45) 25/06/2020 387

(43) 25/06/2013 303A

(73) CABOT CORPORATION (US)

Two Seaport Lane Suite 1300 Boston, MA 02210-2019, United States of America

(72) BELMONT James A. (US); TIRUMALA Vijay R. (IN).

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

(54) CHẤT ĐỘN CẢI BIẾN, CHẾ PHẨM ĐÀN HỒI CHỨA CHẤT ĐỘN NÀY VÀ PHƯƠNG PHÁP CẢI THIỆN MỘT HOẶC NHIỀU ĐẶC TÍNH CỦA CHẾ PHẨM ĐÀN HỒI

(57) Sáng chế đề cập đến chất độn cải biến có các nhóm hóa học được hấp phụ và/hoặc được gắn trên chất độn cải biến, như triazol và/hoặc pyrazol. Các chất độn cải biến khác cũng được đề cập. Sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm đàn hồi chứa chất độn cải biến và sản phẩm chứa chế phẩm đàn hồi này. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến phương pháp cải thiện độ bền mài mòn, phương pháp làm giảm hiện tượng trễ và phương pháp làm tăng độ bền mài mòn trong chế phẩm đàn hồi này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chất độn, chế phẩm đàn hồi hoặc chế phẩm đàn hồi, phương pháp sản xuất chúng, và phương pháp cải thiện một hoặc nhiều đặc tính trong chế phẩm đàn hồi. Đặc biệt hơn, sáng chế đề cập đến chất độn cải biến và việc các chất độn này được sử dụng trong chế phẩm đàn hồi.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Muội than và các chất độn khác thường được dùng làm chất tạo màu, chất độn, và/hoặc chất gia cường trong hỗn hợp và điều chế các chế phẩm được sử dụng trong các ứng dụng cao su, chất dẻo, giấy hoặc dệt. Các tính chất của muội than hoặc các chất độn khác là yếu tố quan trọng quyết định các đặc tính khác nhau của các chế phẩm này.

Nhiều giải pháp nhằm cải biến bề mặt hóa học của muội than đã được đưa ra trong vài thập kỷ gần đây. Các quy trình hữu ích để gắn nhóm hữu cơ lên muội than và việc sử dụng sản phẩm thu được đã được đề xuất, ví dụ, trong các US 5559169; 5900029; 5851280; 6042643; 6494946; 6740151; và 7294185. Ví dụ, US 5559169 đề cập đến sản phẩm muội than đã được gắn nhóm hữu cơ có công thức --Ar--S_n--Ar'-- hoặc --Ar--S_n--Ar''-- (trong đó Ar và Ar' là các nhóm arylen, Ar'' là nhóm aryl và n nằm trong khoảng từ 1 đến 8) có thể được sử dụng trong các monome etylen-propylen-đien (EPDM), copolyme đã hydro hóa không hoàn toàn của acrylonitril và butadien (HNBR), hoặc chế phẩm cao su butyl.

Các ứng dụng quan trọng của chế phẩm đàn hồi là liên quan đến việc sản xuất lốp xe và các thành phần bổ sung thường được thêm vào để tạo các đặc tính chất cụ thể cho thành phẩm hoặc các thành phần của nó. Ví dụ, US 6014998 mô tả việc sử dụng benzotriazol hoặc tolyltriazol để cải thiện tốc độ lưu hóa, hiệu suất lưu hóa, độ cứng, mô đun tĩnh và động, mà không ảnh hưởng xấu đến độ trễ trong chế phẩm cao su được gia cường bằng silic cho thành phần lốp xe. Các chế phẩm này chứa khoảng từ 2 đến khoảng 35 phần triazol (tốt hơn là khoảng từ 2 đến khoảng 6 phần triazol) cho 100 phần cao su. Trong một số trường hợp, bột đồng và muội than có tính dẫn điện cũng được bổ sung vào

và các chế phẩm này được trộn theo phương pháp thông thường trong một hoặc nhiều bước.

US 6758891 mô tả việc xử lý muội than, bột graphit, xơ graphit, xơ cacbon, sợi cacbon, ống nano cacbon, vải cacbon, sản phẩm cacbon dạng sợi thủy tinh và than hoạt tính bằng cách cho phản ứng với các tác nhân cải biến triazen. Cacbon thu được có thể được dùng trong cao su, chất dẻo, mực in, mực, mực in phun, sơn, mực và chất tạo màu, bitum, bê tông, vật liệu xây dựng khác, và giấy.

Như nêu trên, chất độn có thể mang lại các hiệu quả gia cường cho nhiều loại vật liệu, bao gồm các chế phẩm đàn hồi. Bên cạnh sự có mặt của chất độn thông thường, vẫn mong muốn nếu có các chất độn có khả năng cải thiện một hoặc nhiều tính chất đàn hồi, đặc biệt là hiện tượng trễ và/hoặc độ bền mài mòn. Tuy nhiên, với một số chế phẩm đàn hồi đã biết có chứa nhiều chất độn, thì một chất độn thường chỉ có thể cải thiện một tính chất, nhưng lại có ảnh hưởng bất lợi đến các tính chất còn lại. Ví dụ, trong khi hiện tượng trễ có thể được cải thiện, thì độ bền mài mòn có thể bị giảm hoặc không được cải thiện. Do vậy, vẫn có nhu cầu về chất độn mà có thể tăng cường cho một trong hai đặc tính này mà không gây bất kỳ ảnh hưởng đáng kể nào đến tính chất còn lại. Tốt hơn là một chất độn có thể mang lại sự cải thiện đối với cả hai tính chất này, tức là cả hiện tượng trễ lẫn độ bền mài mòn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất nhóm chất độn mới tăng cường cho một hoặc nhiều đặc tính có lợi.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất chất độn khi có mặt trong chế phẩm đàn hồi có thể có khả năng cải thiện hiện tượng trễ.

Theo một khía cạnh bổ sung, sáng chế đề xuất chất độn khi có mặt trong chế phẩm đàn hồi có thể có khả năng cải thiện độ bền mài mòn.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp để đạt được sự cân bằng trong chế phẩm đàn hồi giữa các tính chất liên quan tới hiện tượng trễ và độ bền mài mòn.

Các dấu hiệu bổ sung và các ưu điểm của sáng chế sẽ được mô tả chi tiết trong phần mô tả dưới đây, và được làm sáng tỏ phần nào trong phần mô tả, hoặc có thể nhận

biết được bằng cách thực hiện sáng chế. Các mục đích và các ưu điểm khác của sáng chế sẽ nhận biết được và đạt được bởi các thành phần và các tổ hợp được xác định một cách cụ thể trong phần mô tả và yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Để đạt được các ưu điểm này và các ưu điểm khác, và theo các mục đích của sáng chế, như được đưa ra và mô tả cụ thể trong bản mô tả này, sáng chế đề cập đến chất độn cải biến, như muối than cải biến, oxit kim loại đã cải biến, chất độn cải biến gồm pha cacbon và pha chứa silic, và các chất tương tự. Chất độn cải biến này có thể là chất độn mà đã được hấp phụ trên nó ít nhất một triazol, hoặc ít nhất một pyrazol, hoặc sự kết hợp bất kỳ của chúng. Các công thức cụ thể hơn và các ví dụ về chúng được đưa ra.

Chất độn cải biến này tùy ý có thể được gắn vào nó ít nhất một nhóm hoá học, như nhóm hữu cơ, ví dụ, nhóm hữu cơ chứa ít nhất một nhóm alkyl và/hoặc nhóm thơm. Nhóm alkyl và/hoặc nhóm thơm này có thể được gắn thẳng vào chất độn. Nhóm hoá học này có thể là giống như hoặc tương tự hoặc khác với nhóm được hấp phụ lên trên chất độn. Nhóm hoá học được gắn vào có thể là hoặc có chứa ít nhất một triazol, hoặc ít nhất một pyrazol, hoặc ít nhất một imidazol, hoặc sự kết hợp bất kỳ của chúng.

Sáng chế cũng đề cập đến chất độn cải biến, như muối than cải biến hoặc oxit kim loại đã cải biến hoặc các chất tương tự, mà đã được gắn trên chất độn này ít nhất một triazol.

Sáng chế còn đề cập đến chế phẩm đàn hồi chứa một hoặc nhiều chất độn bất kỳ trong số các chất độn cải biến theo sáng chế và ít nhất một thể đàn hồi, và các phương pháp để tạo ra chúng.

Sáng chế còn đề cập đến các sản phẩm làm bằng hoặc có một hoặc nhiều chất độn cải biến theo sáng chế và/hoặc một hoặc nhiều chế phẩm đàn hồi hoặc hỗn hợp polyme theo sáng chế, như lốp xe hoặc các bộ phận của nó, và các sản phẩm thể đàn hồi và/hoặc polyme khác.

Sáng chế còn đề cập đến phương pháp cải thiện hiện tượng trễ và/hoặc độ bền mài mòn trong chế phẩm đàn hồi, như lốp xe hoặc các bộ phận của nó, bằng cách đưa vào chế phẩm đàn hồi này một hoặc nhiều chất độn cải biến theo sáng chế.

Cần phải hiểu rằng cả phần mô tả nêu trên lẫn phần mô tả chi tiết ở dưới chỉ nhằm mục đích minh họa và đưa ra làm ví dụ và không được dự liệu để giải thích thêm sáng

chế được yêu cầu bảo hộ.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề cập đến chất độn cải biến, chế phẩm đàn hồi chứa chất độn cải biến, các sản phẩm làm bằng hoặc chứa chất độn cải biến hoặc chế phẩm đàn hồi hoặc polyme khác, phương pháp để tạo ra chúng, và phương pháp cải thiện tính chất của thể đàn hồi bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, hiện tượng trễ và/hoặc độ bền mài mòn.

Một cách chi tiết hơn, theo một khía cạnh, sáng chế đề cập đến chất độn cải biến là hoặc chứa chất độn mà đã được hấp phụ trên nó: (a) ít nhất một triazol, như 1,2,4-triazol; (b) ít nhất một pyrazol; hoặc sự kết hợp bất kỳ của chúng. Tốt hơn, nếu, chất độn cải biến này cải thiện độ bền mài mòn khi có mặt trong chế phẩm đàn hồi khi được so sánh với chất độn tương tự không được cải biến (tức là so sánh với chất độn không được xử lý hoặc không được cải biến). Chế phẩm đàn hồi được sử dụng để khẳng định thông số thử nghiệm này có thể là một trong những chế phẩm đàn hồi được sử dụng trong các ví dụ thực hiện sáng chế.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề cập cụ thể đến chất độn cải biến là hoặc chứa chất độn mà đã được hấp phụ trên nó:

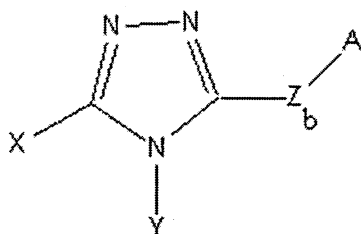
a) ít nhất một triazol, như ít nhất một 1,2,4-triazol, có phần tử thay thế chứa lưu huỳnh hoặc chứa polysulfua, với sự có mặt của hoặc không có mặt của nhóm thiom khác bất kỳ; hoặc

b) ít nhất một pyrazol có phần tử thay thế chứa lưu huỳnh với sự có mặt của hoặc không có mặt của nhóm thiom khác bất kỳ, hoặc sự kết hợp bất kỳ của chúng. Ngoài ra, tốt hơn là, chất độn cải biến này cải thiện độ bền mài mòn khi có mặt trong chế phẩm đàn hồi khi được so sánh với chất độn không được cải biến. Ngoài ra, để khẳng định đặc tính thử nghiệm này, một trong số các chế phẩm đàn hồi được sử dụng trong các ví dụ thực hiện sáng chế có thể được sử dụng.

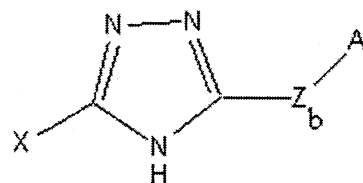
Nhằm các mục đích của sáng chế, thuật ngữ “hấp phụ” (a) và/hoặc (b) biểu thị nhóm hóa học được hấp phụ không được liên kết hóa học lên trên bề mặt của chất độn và có thể loại bỏ được ra khỏi bề mặt bằng cách chiết bằng dung môi, như quá trình chiết Soxhlet. Ví dụ, nhóm hóa học đã được hấp phụ lên trên chất độn có thể được loại bỏ bởi quá trình chiết Soxhlet có thể xảy ra trong 16-18 giờ trong metanol hoặc etanol, trong đó

quá trình chiết này loại bỏ toàn bộ, hoặc gần như hoặc về cơ bản là tất cả các nhóm hoá học. Việc chiết này có thể được lặp lại một hoặc nhiều lần. Có khả năng là phần tồn dư của nhóm đã hấp phụ có thể nằm lại trên bề mặt của chất độn. Nhằm các mục đích của sáng chế, việc chiết bằng dung môi, như được mô tả ở đây, có thể loại bỏ ít nhất 80% khối lượng của nhóm hóa học được hấp phụ và, nói chung, ít nhất là 90% hoặc ít nhất là 95% khối lượng của nhóm hóa học được hấp phụ. Việc xác định này có thể được thực hiện bằng phép phân tích nguyên tố của các mẫu đã được chiết và chưa được chiết.

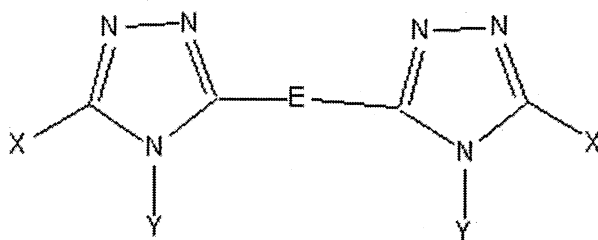
Nhằm các mục đích của sáng chế, triazol này bao gồm nhóm hoá học có nhóm chứa triazol. Triazol này có thể là 1,2,4-triazol hoặc 1,2,3-triazol. Triazol này có thể là thiol hoặc polytriazol chứa polysulfua. 1,2,4-triazol hoặc các nhóm chứa 1,2,4-triazol là được ưu tiên làm các nhóm được hấp phụ. Các ví dụ về triazol bao gồm triazol có công thức (hoặc các chất hỗ biến của nó):



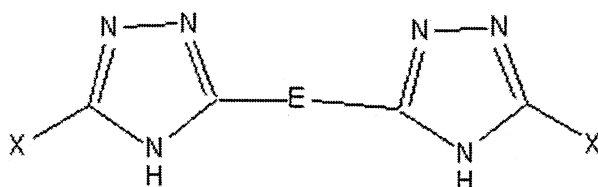
hoặc



hoặc triazol (hoặc các chất hỗ biến của nó) có công thức:



hoặc



trong đó Z_b là nhóm alkylen (ví dụ, C_1 - C_4 alkylen), trong đó b bằng 0 hoặc 1;

X là giống nhau hoặc khác nhau được chọn trong số H, NH_2 , SH, $NHNH_2$, CHO, COOR, COOH, $CONR_2$, CN, CH_3 , OH, NDD', hoặc CF_3 ;

Y là H, hoặc NH_2 ;

A là nhóm chức và có thể là hoặc bao gồm S_kR , SSO_3H , $\text{SO}_2\text{NRR}'$, SO_2SR , SNRR' , SNQ , SO_2NQ , CO_2NQ , S-(1,4-piperazindiyli)-SR, 2-(1,3-đithianyl), hoặc 2-(1,3-đithiolanyl); hoặc gốc hydrocarbon mạch thẳng, mạch nhánh, thơm hoặc vòng được thế bằng một hoặc nhiều nhóm chức;

trong đó R và R' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ hydro; alkyl, alkenyl, alkynyl đã được thế hoặc chưa được thế có 1 đến 12 nguyên tử cacbon mạch thẳng hoặc mạch nhánh; aryl đã được thế hoặc chưa được thế; heteroaryl đã được thế hoặc chưa được thế; đã được thế hoặc chưa được thế alkylaryl; arylalkyl, arylen, heteroarylen hoặc alkylarylen đã được thế hoặc chưa được thế;

k là một số nguyên nằm trong khoảng từ 1 tới 8; và

Q là $(\text{CH}_2)_w$, $(\text{CH}_2)_x \text{O}(\text{CH}_2)_z$, $(\text{CH}_2)_x \text{NR}(\text{CH}_2)_z$, hoặc $(\text{CH}_2)_x \text{S}(\text{CH}_2)_z$, trong đó X nằm trong khoảng từ 1 đến 6, z nằm trong khoảng từ 1 đến 6, và w nằm trong khoảng từ 2 đến 6. S_kR có thể là S_kH . Đối với S_kR , khi R không phải là H, thì k nằm trong khoảng từ 2 đến 8, và khi R là H, thì k nằm trong khoảng từ 1 đến 8;

E là nhóm chứa polysulfua, như S_w (trong đó w nằm trong khoảng từ 2 đến 8), SSO , SSO_2 , SOSO_2 , SO_2SO_2 ; và

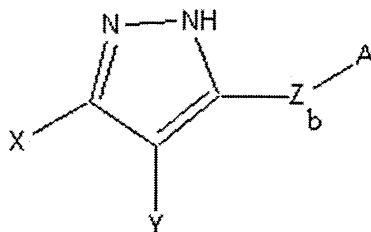
triazol này có thể tùy ý được thế tại vị trí N bằng phần tử thay thế NDD', trong đó:

D và D' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ H hoặc $\text{C}_1\text{-C}_4$ alkyl.

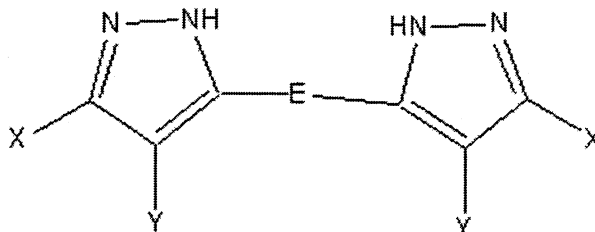
Các ví dụ cụ thể hơn về triazol bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol, 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl-disulfua; 1,2,4-triazol-3-thiol; 1,2,4-triazol-3-yl-disulfua; 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl-trisulfua; 4-amino-3-hydrazino-1,2,4-triazol-5-thiol, và các chất tương tự.

Nhằm các mục đích của sáng chế, pyrazol bao gồm hợp chất có nhóm chứa pyrazol. Pyrazol này có thể là thiol hoặc polypyrazol chứa polysulfua. Các ví dụ về pyrazol có thể bao gồm pyrazol có công thức (hoặc các chất hỗn hợp của nó):

24073



hoặc pyrazol có công thức (hoặc các chất hỗ biến của nó):



trong đó Z_b là nhóm alkylen (ví dụ, C_1 - C_4 nhóm alkylen), trong đó b bằng 0 hoặc 1;

X và Y độc lập là H, NH_2 , SH, $NHNH_2$, CHO, COOR, COOH, $CONR_2$, CN, CH_3 , OH, NDD', hoặc CF_3 , hoặc Y có thể là R, trong đó mỗi X và Y là giống nhau hoặc khác nhau;

A là nhóm chức và có thể là hoặc bao gồm S_kR , SSO_3H , SO_2NRR' , SO_2SR , $SNRR'$, SNQ , SO_2NQ , CO_2NQ , S-(1,4-piperazindyl)-SR, 2-(1,3-dithianyl), hoặc 2-(1,3-dithiolanyl); hoặc gốc hydrocarbon mạch thẳng, mạch nhánh, thơm hoặc vòng được thế bằng một hoặc nhiều nhóm chức;

trong đó R và R' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ hydro; alkyl, alkenyl, alkynyl đã được thế hoặc chưa được thế có 1 đến 12 nguyên tử cacbon mạch thẳng hoặc mạch nhánh; aryl đã được thế hoặc chưa được thế; heteroaryl đã được thế hoặc chưa được thế; đã được thế hoặc chưa được thế alkylaryl; arylalkyl, arylen, heteroarylen hoặc alkylarylen đã được thế hoặc chưa được thế; k là một số nguyên nằm trong khoảng từ 1 tới 8; và Q là $(CH_2)_w$, $(CH_2)_x O(CH_2)_z$, $(CH_2)_x NR(CH_2)_z$, hoặc $(CH_2)_x S(CH_2)_z$, trong đó X nằm trong khoảng từ 1 tới 6, z nằm trong khoảng từ 1 tới 6, và w nằm trong khoảng từ 2 tới 6. S_kR có thể là S_kH . Đối với S_kR , khi R không phải là H, thì k nằm trong khoảng từ 2 tới 8, và khi R là H, thì k nằm trong khoảng từ 1 tới 8. E là nhóm chứa polysulfua, như S_w (trong đó w nằm trong khoảng từ 2 tới 8), SSO, SSO_2 , $SOSO_2$, hoặc SO_2SO_2 , và

D và D' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ H hoặc C_1 - C_4 alkyl.

Các ví dụ cụ thể hơn về pyrazol bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, pyrazol-3-thiol, pyrazol-3-yl disulfua, và/hoặc 3-metyl-pyrazol-5-thiol.

Đối với công thức bất kỳ được nêu trong phân mô tả này, liên quan tới phần tử thay thế A, các ví dụ tiêu biểu hơn bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, SH; SSAr, trong đó Ar là triazol hoặc pyrazol, hoặc SSAr trong đó Ar là một dị vòng khác.

Như nêu trên, các nhóm hóa học hấp phụ lên trên chất độn hoặc bề mặt của chất độn để tạo ra chất độn cải biến loại này có thể chỉ duy nhất một loại nhóm hoá học, hoặc gồm hai hoặc nhiều loại nhóm hoá học. Một hoặc nhiều loại khác nhau của triazol có thể có mặt và/hoặc một hoặc nhiều loại khác nhau của pyrazol có thể có mặt, hoặc các sự kết hợp bất kỳ, như một hoặc nhiều triazol, cùng với một hoặc nhiều pyrazol, và tương tự. Ngoài ra, như một phương án tùy chọn, các nhóm hoá học khác khác với triazol và/hoặc pyrazol cũng có thể có mặt mặt bổ sung trong chất độn dưới dạng một nhóm hóa học được hấp phụ.

Nhóm hóa học được hấp phụ có thể có trên toàn bộ hoặc gần như toàn bộ diện tích bề mặt của bề mặt lộ ra của chất độn để tạo ra chất độn cải biến hoặc có thể là với lượng ít hơn. Ví dụ, nhóm hóa học được hấp phụ có thể chiếm ít nhất là 5% diện tích bề mặt của bề mặt chất độn, ít nhất 10%, ít nhất 20%, ít nhất 30%, ít nhất 40%, ít nhất 50%, ít nhất 60%, ít nhất 70%, ít nhất là 80%, ít nhất 90%, ít nhất 95%, ít nhất 97%, ít nhất 99%, hoặc khoảng 100%, hoặc 100% diện tích bề mặt trên bề mặt của chất độn.

Lượng (các) nhóm hóa học được hấp phụ có thể chiếm lượng bất kỳ trong chất độn. Ví dụ, tổng hàm lượng của nhóm hóa học được hấp phụ có thể là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10micromol của các nhóm dị vòng/m² diện tích bề mặt của chất độn, khi đo được bằng phương pháp hấp phụ nitơ (phương pháp BET), bao gồm khoảng từ 1 đến khoảng 8micromol/m², khoảng từ 2 đến khoảng 6 micromol/m², hoặc khoảng từ 3 đến khoảng 5micromol/m².

Chất độn tiếp nhận (các) nhóm hóa học được hấp phụ và/hoặc nhóm hoá học được liên kết, như được mô tả ở đây, có thể là một chất độn thông thường bất kỳ. Chất độn này là chất độn dạng hạt. Ví dụ, chất độn này có thể là một hoặc nhiều loại muối than, một hoặc nhiều loại oxit kim loại hoặc các chất độn chứa kim loại (ví dụ, oxit hoặc chất độn gồm hoặc chứa silic, magie, canxi, titan, vanadi, coban, niken, ziricon, thiếc, antimon, crom, neodim, chì, bari, xesi, và/hoặc molybden), hoặc một hoặc nhiều loại của chất độn

chứa cacbon khác, như khối kết tụ nhiều pha có ít nhất một pha cacbon và ít nhất một pha chứa kim loại hoặc pha chứa silic (còn được gọi là muội than đã được xử lý bằng silic). Chất độn này có thể là muội than đã bao silic, muội than đã oxy hóa, muội than đã sulfonat hóa, hoặc chất độn mà nó đã được gắn vào nó một hoặc nhiều nhóm hoá học, như các nhóm hữu cơ. Trong số các muội than, muội than có thể là muội than loại ASTM (American Society for Testing and Materials) bất kỳ, như muội than loại ASTM-100 tới ASTM-1000. Chất độn này có thể là một hoặc nhiều loại chất độn loại gia cường, chất độn loại dùng cho lốp xe, hoặc chất độn loại dùng cho cao su, như muội than loại dùng cho lốp xe hoặc muội than loại dùng cho cao su. Các ví dụ khác về chất độn này bao gồm canxi cacbonat, đất sét, bột đá, silicat, và các chất tương tự.

Chất độn này có thể là bất kỳ chất độn nào chứa cacbon, như sợi, ống nano, lá graphit, và các chất tương tự.

Chất độn hoặc tác nhân gia cường, như muội than, có thể là muội than và/hoặc silic oxit thương phẩm có bán sẵn bất kỳ, như các loại được cung cấp bởi hãng Cabot Corporation, Degussa hoặc Evonik Corporation, và tương tự. Không có một giới hạn cụ thể nào đối với loại muội than, silic oxit, hoặc chất độn khác có thể được sử dụng để tạo ra (các) chất độn cải biến theo sáng chế. Do đó, các chất độn, như muội than và/hoặc silic oxit có thể có các tính chất vật lý, phân tích, và/hoặc hình thái học bất kỳ. Các ví dụ về các muội than thích hợp bao gồm các loại muội than được kê ở đây, cũng như các muội than lò không có tính dẫn hoặc có tính dẫn, các muội than Black Pearls® của Cabot, các muội than Vulcan® của Cabot, các muội than Sterling® của Cabot, các muội than Regal® của Cabot, các muội than Spheron® của Cabot, các muội than Monarch® của Cabot, các muội than Elftex® của Cabot, các muội than Emperor® của Cabot, các muội than IRX™ của Cabot, các muội than Mogul® của Cabot, các muội than CRX™ của Cabot, các muội than CSX™ của Cabot, các muội than Ecoblack™ của Cabot, các muội than CK-3 của Degussa, các muội than Corax® của Degussa, các muội than Durex® của Degussa, các muội than Ecorax của Degussa, các muội than Printex® của Degussa, các muội than Purex® của Degussa. Các ví dụ khác bao gồm các muội đèn, muội than đã được gắn (các) nhóm hoá học, như nhóm hữu cơ, các muội than đã được xử lý bằng silic, các muội than đã xử lý bằng kim loại, các muội than đã phủ silic, các muội than đã xử lý hoá học (ví dụ, xử lý bằng chất hoạt động bề mặt), và loại bất kỳ nào của muội than hoặc

silic oxit.

Muội than này có thể có một hoặc nhiều tính chất dưới đây. Diện tích bề mặt CTAB (Phương pháp thử nghiệm Cetyltrimethylammonium Bromide)) có thể nằm trong khoảng từ $10\text{m}^2/\text{g}$ đến $400\text{m}^2/\text{g}$, như từ $20\text{m}^2/\text{g}$ đến $250\text{m}^2/\text{g}$ hoặc từ $50\text{m}^2/\text{g}$ đến $150\text{m}^2/\text{g}$. Chỉ số iod có thể là nằm trong khoảng từ $10\text{m}^2/\text{g}$ đến $1000\text{m}^2/\text{g}$, từ $20\text{m}^2/\text{g}$ đến $400\text{m}^2/\text{g}$, hoặc từ 20 đến $300\text{m}^2/\text{g}$ hoặc $50\text{m}^2/\text{g}$ và $150\text{m}^2/\text{g}$. DBPA có thể là nằm trong khoảng từ $20\text{mL}/100\text{g}$ đến $300\text{mL}/100\text{g}$, như từ $30\text{mL}/100\text{g}$ đến $200\text{mL}/100\text{g}$ hoặc từ $50\text{mL}/100\text{g}$ đến $150\text{mL}/100\text{g}$. Nhiều nguyên liệu muội than thích hợp là có bán sẵn. Các ví dụ tiêu biểu về các muội than thương mại bao gồm, các muội than có bán trên thị trường dưới nhãn hiệu hàng hóa Regal®, Sterling® và Vulcan® của hãng Cabot Corporation (như Regal® 330, Regal® 300, Regal® 90, Regal® 85, Regal® 80, Sterling® SO, Sterling® SO-1, Sterling® V, Sterling® VH, Sterling® NS-1, Vulcan® 10H, Vulcan® 9, Vulcan® 7H, Vulcan® 6, Vulcan® 6LM, Vulcan® 3, Vulcan® M, Vulcan® 3H, Vulcan® P, Vulcan® K, Vulcan® J và Vulcan® XC72). Các muội than có bán trên thị trường từ các nhà cung cấp khác cũng có thể được sử dụng. Sản phẩm muội than nguyên liệu có thể là sản phẩm hai pha, gồm pha cacbon và pha thứ hai là pha oxit kim loại hoặc cacbua chẳng hạn.

Chất độn, như muội than, có thể có hàm lượng PAH (polyaromatic hydrocarbon) thấp. Muội than có thể được tạo ra để sao cho muội than này có hàm lượng PAH thấp hoặc muội than có bán sẵn có thể được xử lý một cách thích hợp để loại bỏ các PAH để tạo ra các muội than có hàm lượng PAH thấp. Muội than theo sáng chế có thể có hàm lượng PAH thấp theo tiêu chuẩn kỹ thuật ASTM cho muội than bất kỳ, ví dụ, đối với mức độ hấp thu iod, DBPA (Dibutylphthalate Absorption), DBPA được nghiền, CTAB, diện tích bề mặt nitơ, STSA, và/hoặc độ bền nhuộm màu, và tương tự. Muội than có thể là muội than theo tiêu chuẩn ASTM cho muội than, như các muội than loại N110, N121, N220, N231, N234, N299, N326, N330, N339, N347, N351, N358, N375, N539, N550, N650, N660, N683, N762, N765, N774, N787, và/hoặc N990, chúng là các loại tiêu chuẩn kỹ thuật ASTM mô tả các tính chất cho muội than loại N cụ thể. Muội than có thể có STSA nằm trong khoảng từ $20\text{m}^2/\text{g}$ đến $150\text{m}^2/\text{g}$ hoặc cao hơn. Muội than có thể là muội than loại ASTM bất kỳ có hàm lượng PAH thấp, như muội than nằm trong khoảng tiêu chuẩn từ N110 ASTM đến N990 ASTM và tốt hơn nữa là muội than nằm trong

khoảng tiêu chuẩn từ 110 đến N500 ASTM. Loại muội than thương mại bất kỳ có thể được tạo ra để có hàm lượng PAH thấp và/hoặc có thể được xử lý sau đó để có hàm lượng PAH thấp trên cơ sở của sáng chế.

Nhằm các mục đích của sáng chế, hàm lượng PAH thấp bao gồm hoặc được xác định bởi PAH 22 thấp. Như đã nêu trên, PAH 22 là một số đo cho các PAH như được thể hiện trong Fig.1 của Công bố đơn yêu cầu cấp patent Mỹ No. 2008/159947. Nhằm các mục đích của sáng chế, hàm lượng PAH thấp có thể được xác định bởi PAH 22 thấp. Các ví dụ về các hàm lượng thích hợp bao gồm 500ppm hoặc nhỏ hơn, 400ppm hoặc nhỏ hơn, 300ppm hoặc nhỏ hơn, 200ppm hoặc nhỏ hơn, 150ppm hoặc nhỏ hơn, 125ppm hoặc nhỏ hơn, 100ppm hoặc nhỏ hơn, 75ppm hoặc nhỏ hơn, 50ppm hoặc nhỏ hơn, 25ppm hoặc nhỏ hơn, tính theo lượng PAH 22 có mặt trong muội than. Các khoảng thích hợp bao gồm các khoảng từ 1ppm đến 500ppm, từ 5ppm đến 500ppm, từ 15ppm đến 500ppm, từ 5ppm đến 50ppm, từ 5ppm đến 100ppm, từ 1ppm đến 100ppm, hoặc từ 1ppm đến 30ppm, tính theo tổng lượng PAH 22 có mặt trong muội than. Đối với khoảng hàm lượng bất kỳ trong số các khoảng đã nêu trên, thì giới hạn dưới có thể là 0,1ppm, 1ppm, 2ppm, 5ppm, 10ppm, hoặc 15ppm. Các khoảng này có thể chính xác hoặc gần đúng (ví dụ, “khoảng 1ppm” và tương tự). Các khoảng nồng độ ppm có thể áp dụng cho toàn bộ hoặc số PAH bất kỳ (ví dụ, toàn bộ PAH hoặc một hoặc nhiều PAH). Nhằm các mục đích của sáng chế, PAH22 là một số đo của PAH được nhận diện trong Fig.1 của US 2008/159947 trừ Benzo(j)floranthrene. Ngoài ra, PAH8 cho các mục đích của sáng chế là một số đo cho Benzo(a)anthracene, Benzo(a)pyrene, Benzo(e)pyrene, Benzo(b)floranthrene, Benzo(j)floranthrene, Benzo(k)floranthrene, Chrysene, và Dibenzo(a,h) anthracene. BaP là một tham chiếu cho Benzo(a)pyrene.

Muội than theo sáng chế có thể có hàm lượng PAH nằm trong khoảng từ 0,15 đến 2microgam/m², như từ 0,2 đến 1,5microgam/m², hoặc từ 0,3 đến 1,25microgam/m², hoặc từ 0,4 đến 1,0microgam/m², và tương tự.

Nói chung, muội than có thể là muội lò, bồ hóng máng, muội đèn, muội than nhiệt, muội axetylen, muội plasma, sản phẩm cacbon chứa dạng chứa silic và/hoặc dạng chứa kim loại, và tương tự. Muội than có thể là muội than được tôi nhanh hoặc được tôi lâu.

Nhằm các mục đích của sáng chế, muội than được tôi nhanh có thể được sử dụng

và có thể được xem là muội than được tạo ra bởi quy trình trong đó muội than, sau khi sự tạo ra từ quá trình nhiệt, được tiến hành làm nguội nhanh để dừng các phản ứng tạo muội than. Việc tối nhanh là một thông số của quy trình sản xuất muội than lò đảm bảo cho trị số CB Toluene Discoloration (được thử nghiệm theo tiêu chuẩn ASTM D1618) bằng 95%, hoặc thấp hơn. Các ví dụ về muội than được tối nhanh bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, muội than Vulcan® 7H, muội than Vulcan® J, muội than Vulcan® 10H, muội than Vulcan® 10, muội than Vulcan® K, muội than Vulcan® M, và muội than N-121. Muội than được tối nhanh có thể là muội than lò. Muội than được tối nhanh có thể là muội than thuộc loại có tiêu chuẩn kỹ thuật nằm trong khoảng từ N110 đến N787 ASTM. Muội than được tối nhanh có thể có thông số bất kỳ trong số các thông số được mô tả ở trên đối với hàm lượng PAH, STSA, tỷ lệ I_2No (mg/g)/STSA (m^2/g), DBP, và tương tự.

Muội than có thể là muội than đã oxy hóa, như đã được oxy hóa trước bằng cách sử dụng chất oxy hóa. Các chất oxy hoá bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, không khí, oxy, ozon, NO_2 (bao gồm các hỗn hợp của NO_2 và không khí), các peroxit như hydro 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 chất oxy hoá axit như axit nitric, và các chất oxy hóa chứa kim loại nhóm chuyển tiếp, như muối permanganat, osmi tetroxit, crom oxit, hoặc xeric amoni nitrat. Các hỗn hợp của các chất oxy hóa có thể được sử dụng, đặc biệt là các hỗn hợp của chất oxy hóa dạng khí như oxy và ozon. Ngoài ra, các muội than được điều chế nhờ sử dụng các phương pháp cải biến bề mặt khác để đưa các nhóm ion hoặc có thể ion hóa được lên trên bề mặt tạo màu, như các quá trình clo hóa và sulfonat hóa, cũng có thể được áp dụng. Các quy trình mà có thể sử dụng được để tạo ra muội than đã oxy hóa trước là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và một vài loại muội than đã oxy hóa là có bán sẵn.

Các chi tiết liên quan đến các muội than đã được xử lý bằng silic và các phương pháp sản xuất chúng đã được mô tả, ví dụ, trong các US 5830930; 5877238; 6028137; và 6323273 B1.

Cũng thích hợp làm các nguyên liệu ban đầu là các muội than được phủ silic oxit. Các muội than này đã được mô tả, ví dụ, trong US 6197274 B1.

Muội than đã được xử lý bằng silic có thể được oxy hóa bằng các chất oxy hoá như, ví dụ, axit nitric và ozon và/hoặc có thể được kết hợp với chất kết hợp, như đã được mô tả, ví dụ, trong US 6323273 B1.

Đối với oxit kim loại, oxit kim loại này có thể là oxit nhôm, chất độn chứa nhôm, oxit kẽm, chất độn chứa kẽm, silic oxit hoặc chất độn chứa silic oxit, như silic oxit hun khói hoặc silic oxit kết tủa. Silic oxit có thể là silic oxit phân tán như khi được sử dụng trong các thể đàn hồi. Các ví dụ tiêu biểu hơn bao gồm silic oxit Z1165, các silic oxit Zeosil® HDS của Rhodia (Rhone-Poulenc), Ultrasil® 5000 GR và 7000 GR của Evonik Industries (Degussa), và Hi-Sil 223, Agilon 400 và Ciptane™ của PPG. Oxit kim loại, như silic oxit, có thể có CTAB nằm trong khoảng từ $100\text{m}^2/\text{g}$ đến $240\text{m}^2/\text{g}$, và/hoặc BET nằm trong khoảng từ 100 đến $240\text{m}^2/\text{g}$; và/hoặc tổng thể tích lỗ rỗng ít nhất là $2,5\text{cm}^3/\text{g}$ và/hoặc mức độ hấp phụ dầu DOP nằm trong khoảng từ $150\text{mL}/100\text{g}$ đến $400\text{mL}/100\text{g}$.

Nhằm các mục đích của sáng chế, chất độn chứa silic oxit bao gồm chất độn bất kỳ chứa hàm lượng silic oxit ít nhất là 0,1% khối lượng, tính theo phần trăm khối lượng của chất độn. Chất độn chứa silic oxit này có thể chứa silic oxit với hàm lượng phần trăm khối lượng ít nhất là 0,3% khối lượng, ít nhất 0,5% khối lượng, ít nhất 1% khối lượng, ít nhất 5% khối lượng, ít nhất 7,5% khối lượng, ít nhất 10% khối lượng, ít nhất 15% khối lượng, ít nhất 17,5% khối lượng, ít nhất 20% khối lượng, ít nhất 25% khối lượng, ít nhất 30% khối lượng, ít nhất 35% khối lượng, ít nhất 40% khối lượng, ít nhất 50% khối lượng, ít nhất 60% khối lượng, ít nhất 70% khối lượng, ít nhất 80% khối lượng, ít nhất 90% khối lượng, hoặc nằm trong khoảng từ 0,1% khối lượng đến 100% khối lượng, từ 2% khối lượng đến 100% khối lượng, từ 5% khối lượng đến 99% khối lượng, từ 10% khối lượng đến 90% khối lượng, từ 15% khối lượng đến 90% khối lượng, từ 15% khối lượng đến 50% khối lượng, từ 15% khối lượng đến 35% khối lượng, hoặc nhỏ hơn hoặc bằng 50% khối lượng và các trị số phần trăm khối lượng bất kỳ khác, tất cả các trị số phần trăm khối lượng này được tính theo tổng khối lượng của chất độn chứa silic oxit. Chất độn chứa silic oxit có thể là hoặc bao gồm silic oxit kết tủa, silic oxit hun khói, muội than được phủ silic oxit, và/hoặc muội than đã được xử lý bằng silic. Bất kỳ trong số các chất độn chứa silic oxit có thể được tạo chức hoá học, như để có các nhóm hóa học đã được gắn, như các nhóm hữu cơ đã được gắn. Sự kết hợp bất kỳ của các chất độn chứa silic oxit có thể được sử dụng. Ngoài ra, (các) chất độn chứa silic oxit có thể được

sử dụng kết hợp với, như một phương án tùy chọn, chất độn không chứa silic oxit bất kỳ, như (các) muối than.

Trong muối than đã được xử lý bằng silic, các dạng chứa silic, như oxit hoặc cacbua của silic, được phân bố qua ít nhất một phần của kết tập muối than như một phân bên trong của muối than. Các muối than thông thường tồn tại dưới dạng các kết tập, với mỗi kết tập gồm một pha duy nhất, là cacbon. Pha này có thể tồn tại dưới dạng vi tinh thể graphit và/hoặc cacbon vô định hình, và thường là hỗn hợp của cả hai dạng này. Các kết tập muối than có thể được cải biến bằng cách kết lắng các dạng chứa silic, như silic oxit, trên ít nhất một phần của bề mặt của các kết tập muối than. Kết quả có thể được mô tả như các muối than được phủ silic.

Các chất liệu được mô tả ở đây dưới dạng các muối than đã được xử lý bằng silic là không gồm các kết tập muối than đã được phủ hoặc được cải biến, mà thực tế là thể hiện một dạng khác của kết tập có hai pha. Một pha là cacbon vẫn trình bày dưới dạng vi tinh thể graphit và/hoặc cacbon vô định hình, trong khi pha thứ hai là silic oxit (và có thể là các dạng chứa silic khác). Do đó, pha chứa silic của muối than đã được xử lý bằng silic là một phần bên trong của kết tập; nó được phân bố trong toàn bộ ít nhất một phần của kết tập. Nhiều muối than đã được xử lý bằng silic là có bán sẵn từ hãng Cabot Corporation dưới nhãn hiệu hàng hóa Ecoblack™ CRX2125 và CRX4210. Cần phải hiểu rằng các kết tập nhiều pha là tương đối khác so với các muối than được phủ silic oxit đã được đề cập ở trên, nó gồm các kết tập muối than một pha duy nhất, đã được tạo hình trước có các dạng chứa silic được kết lắng trên bề mặt của chúng. Các muối than như vậy có thể được xử lý bề mặt để tạo nhóm chức silic oxit trên bề mặt của kết tập muối than như đã được mô tả trong, ví dụ, US 6929783.

Muối than đã được xử lý bằng silic có thể có các vùng chứa silic chủ yếu là ở bề mặt kết tập của muối than, nhưng vẫn có một phần của muối than và/hoặc muối than đã được xử lý bằng silic có thể có các vùng chứa silic được phân bố trong toàn bộ kết tập muối than. Muối than đã được xử lý bằng silic có thể được oxy hóa. Muối than đã được xử lý bằng silic có thể chứa silic với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến 50% khối lượng, tính theo khối lượng của muối than đã được xử lý bằng silic. Các hàm lượng này có thể nằm trong khoảng từ 0,5% khối lượng đến 25% khối lượng hoặc nằm trong khoảng từ 2% khối lượng đến 15% khối lượng silic, tất cả các hàm lượng này được tính

theo khối lượng của muối than đã được xử lý bằng silic.

Liên quan tới quy trình để tạo ra chất độn cải biến có (các) nhóm hóa học được hấp phụ, kỹ thuật hấp phụ thông thường bất kỳ có thể được sử dụng. Ví dụ, nhóm hoá học được dự định để đưa vào chất độn hoặc trên bề mặt của chất độn để tạo ra chất độn theo phương án này cho chất độn cải biến có thể được hòa tan trong dung môi thích hợp và được phủ lên bề mặt của chất độn, trong đó dung môi có thể được loại bỏ sau đó, như bằng kỹ thuật bốc hơi. Theo một phương án khác, hoá chất để hấp phụ lên trên bề mặt của chất độn để tạo ra chất độn cải biến có thể được làm nóng chảy. Cách thức bất kỳ để tiếp xúc chất độn với hóa chất để hấp phụ lên trên bề mặt của chất độn có thể được sử dụng, như kỹ thuật phủ quay, và tương tự. Dung dịch hóa chất để hấp phụ trên chất độn có thể được trộn cùng với nhau trong máy tạo viên quay và dung môi có thể được làm bốc hơi sau đó.

Như một phương án tùy chọn, chất độn cải biến có nhóm hóa học được hấp phụ, như đã nêu, tùy ý cũng có thể bao gồm việc gắn một hoặc nhiều nhóm hoá học.

Nhằm các mục đích của sáng chế, việc một hoặc nhiều nhóm hóa học được hiểu là nhóm hoá học này không được hấp phụ lên trên bề mặt của chất độn và không thể loại bỏ được hoặc về cơ bản chỉ loại bỏ được bằng cách chiết đã mô tả ở trên liên quan tới việc loại bỏ một hóa chất đã hấp phụ. Sự gắn của ít nhất một nhóm hoá học nói chung là sự liên kết hóa học, như bởi một liên kết cộng hóa trị.

Nhóm hoá học có thể có ít nhất một nhóm hữu cơ. Nhóm hữu cơ này có thể bao gồm hoặc là nhóm alkyl và/hoặc nhóm thơm. Các ví dụ tiêu biểu hơn bao gồm nhóm C_{1-20} alkyl hoặc nhóm thơm có 6 tới 18 nguyên tử cacbon, như nhóm C_1 - C_{12} alkyl hoặc nhóm thơm có 6 tới 12 nguyên tử cacbon. Các ví dụ về các nhóm được gắn có thể bao gồm alkyl hoặc nhóm thơm có một hoặc nhiều nhóm chức mà chúng có thể là giống như phân tử thay thế A được mô tả ở đây. Nhóm alkyl và/hoặc nhóm thơm có thể được gắn thẳng vào chất độn.

Phương pháp để gắn một hoặc nhiều nhóm hóa học lên trên chất độn để tạo ra loại chất độn cải biến này có thể bao gồm cơ chế gắn đã biết bất kỳ để gắn các nhóm hóa học vào các hạt chất độn, bao gồm các phản ứng diazo.

Chất độn cải biến có các nhóm hóa học đã được gắn vào nó có thể được tạo ra

bằng cách sử dụng và làm thích ứng các phương pháp đã được mô tả trong US 5554739; US 5707432; US 5837045; US 5851280; US 5885335; US 5895522; US 5900029; US 5922118; US 6042643; US 6398858; US 7175946; US 6471763; US 6780389; US 7217405; US 5859120; và US 6290767; US 2003-0129529 A1; US 2002-0020318; US 2002-0011185 A1; và US 2006-0084751 A1, và WO 99/23174. Các tài liệu trích dẫn này mô tả, một phần, việc sử dụng kỹ thuật hóa học diazo để gắn các nhóm chức vào chất tạo màu. Được đưa ra làm ví dụ, các quy trình này đã được làm thích ứng và được sử dụng để tạo ra các chất độn cải biến theo sáng chế (có các nhóm hóa học đã được gắn).

Một biến thể amino của triazol, pyrazol, và/hoặc imidazol có thể được sử dụng (các ví dụ được đưa ra trong phần ví dụ thực hiện sáng chế), và sau đó sử dụng phản ứng diazo, ví dụ, đã được mô tả trong các patent nêu trên, có thể được gắn lên chất độn để tạo ra biến thể này của chất độn cải biến có nhóm hóa học đã được gắn vào nó, như nhóm hữu cơ, và như được gắn ít nhất một nhóm triazol, nhóm pyrazol và/hoặc nhóm imidazol. Nhóm triazol, pyrazol, và/hoặc imidazol được gắn này được minh họa tiếp ở dưới cho một biến thể khác của chất độn cải biến, và cũng có thể áp dụng được.

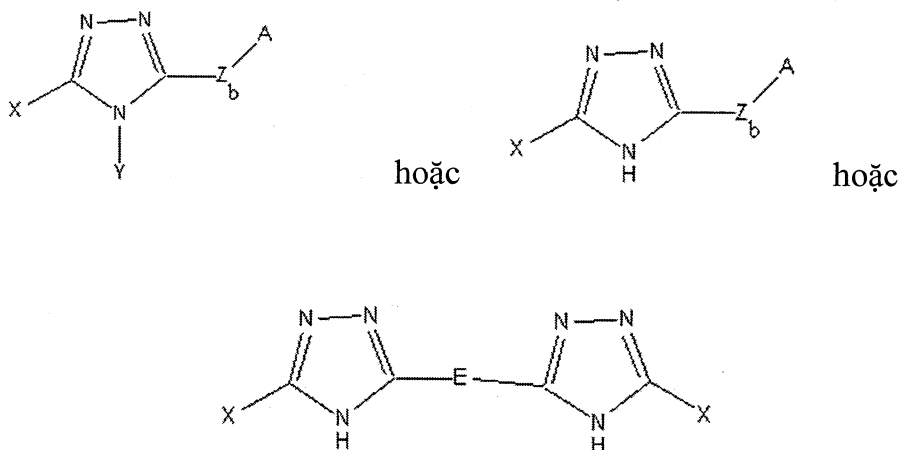
Chất độn cải biến (có các nhóm hoá học đã được gắn vào nó) có thể được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp bất kỳ đã biết đối với các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này đối với việc gắn các nhóm hoá học. Ví dụ, các chất độn cải biến có thể được tạo ra bằng cách sử dụng các phương pháp đã được mô tả trong các patent/tài liệu công bố đã nêu trên. Các phương pháp khác để tạo ra các chất độn cải biến bao gồm phản ứng của chất độn có các nhóm chức có thể có với chất phản ứng chứa nhóm hữu cơ, như được mô tả trong, ví dụ, US 6723783. Các chất độn có nhóm chức như vậy có thể được điều chế bằng cách sử dụng các phương pháp đã được mô tả trong các ấn phẩm trích dẫn đã nêu trên. Ngoài ra, các chất độn cải biến chứa các nhóm chức đã được gắn cũng có thể được điều chế bằng các phương pháp đã được mô tả trong US 6831194 và US 6660075, US 2003-0101901 và 2001-0036994, CA 2351162, EP 1394221, và WO04/63289, cũng như trong ấn phẩm: N. Tsubokawa, Polym. Sci., 17, 417, 1992.

Lượng các nhóm được gắn có thể thay đổi, tùy thuộc vào việc sử dụng được dự định của chất độn cải biến và loại nhóm được gắn. Ví dụ, tổng lượng nhóm hữu cơ

được gắn có thể nằm trong khoảng từ 0,01 đến 6,0micromol/m² diện tích bề mặt của chất độn, khi đo được bằng phương pháp hấp phụ nitơ (phương pháp BET), bao gồm nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5,0micromol/m², nằm trong khoảng từ 0,2 đến 3,0micromol/m², hoặc nằm trong khoảng từ 0,3 đến 2,0micromol/m².

Các ví dụ về các nhóm triazol, pyrazol, và/hoặc imidazol là giống như đối với các các nhóm hóa học đã được hấp phụ được mô tả ở trên, chỉ khác là các nhóm này được gắn, ví dụ, bằng cách liên kết hoá học với chất độn. Các ví dụ về các nhóm hóa học được gắn được đưa ra ở dưới.

Nhằm các mục đích của sáng chế, triazol này là bao gồm nhóm hoá học có nhóm chứa triazol. Triazol này có thể là 1,2,4-triazol hoặc 1,2,3-triazol. Triazol này có thể là thiol hoặc polytriazol chứa polysulfua. 1,2,4-triazol hoặc các nhóm chứa 1,2,4-triazol được ưu tiên làm các nhóm hóa học triazol được hấp phụ và/hoặc được gắn xét trên quan điểm các tính chất đạt được, đặc biệt là trong các hợp thể đàn hồi. Liên quan tới triazol được gắn, các ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở dưới đây:



hoặc các chất hỗ biến của nó,

trong đó các phần tử thay thế là giống như đã nêu ở trên, chỉ khác là X (hoặc một trong số các X) là hoặc bao gồm một liên kết với chất độn để trở nên được gắn.

Trong các công thức triazol,

Z_b là nhóm alkylen (ví dụ, C₁-C₄alkylen), trong đó b bằng 0 hoặc 1;

ít nhất một X bao gồm một liên kết với chất độn, và X còn lại bất kỳ bao gồm một liên kết với chất độn hoặc nhóm chức, như các phần tử thay thế khác nhau A và/hoặc R được mô tả trong phần mô tả;

A là một nhóm chức được chọn từ S_kR , SSO_3H , SO_2NRR' , SO_2SR , $SNRR'$, SNQ , SO_2NQ , CO_2NQ , S -(1,4-piperazindiyl)-SR, 2-(1,3-dithianyl), hoặc 2-(1,3-dithiolanyl); hoặc gốc hydrocarbon mạch thẳng, mạch nhánh, thơm hoặc vòng được thế bằng một hoặc nhiều nhóm chức;

trong đó R và R' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ hydro; alkyl, alkenyl, alkynyl đã được thế hoặc chưa được thế có 1 tới 12 nguyên tử cacbon mạch thẳng hoặc mạch nhánh; aryl đã được thế hoặc chưa được thế; heteroaryl đã được thế hoặc chưa được thế; đã được thế hoặc chưa được thế alkylaryl; arylalkyl, arylen, heteroarylen hoặc alkylarylen đã được thế hoặc chưa được thế;

k là một số nguyên nằm trong khoảng từ 1 tới 8 khi R là H và nếu không thì k nằm trong khoảng từ 2 tới 8;

Q là $(CH_2)_w$, $(CH_2)_x O(CH_2)_z$, $(CH_2)_x NR(CH_2)_z$, hoặc $(CH_2)_x S(CH_2)_z$, trong đó X nằm trong khoảng từ 1 tới 6, z nằm trong khoảng từ 1 tới 6, và w nằm trong khoảng từ 2 tới 6;

E là gốc chứa polysulfua; và

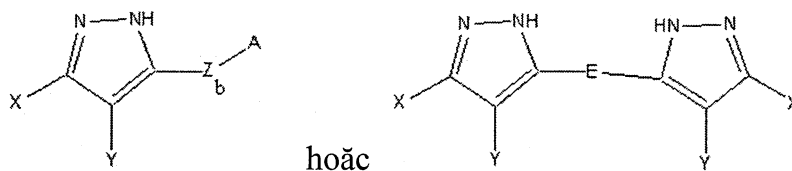
triazol này có thể tùy ý được thế ở vị trí N bằng phần tử thay thế NDD', trong đó

D và D' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ H hoặc C_1 - C_4 alkyl; và

Y là H, alkyl, aryl, hoặc NH_2 .

Trong các ví dụ cụ thể, nhóm được gắn vào chất độn có thể là hoặc bao gồm nhóm mercapto-triazolyl, ví dụ, nhóm 5-mercapto-1,2,4-triazol-3-yl, và/hoặc nhóm triazol disulfua, và/hoặc nhóm 1,2,4-triazol-3-yl. Nhóm được gắn vào chất độn có thể là hoặc bao gồm nhóm 2-mercapto-1,3,4-thiadiazol-5-yl và/hoặc nhóm thiadiazol disulfua. Các nhóm oxadiazol đã được thế hoặc chưa được thế cũng như các azol đã được thế hoặc chưa được thế khác, ví dụ, các nhóm diazol, có thể được gắn, ví dụ, trực tiếp vào chất độn.

Nhằm các mục đích của sáng chế, pyrazol được gắn là hoặc bao gồm hoá chất có nhóm chứa pyrazol. Pyrazol này có thể là thiol hoặc polypyrazol chứa polysulfua. Liên quan tới pyrazol, các ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các nhóm dưới đây:



hoặc các chất hồ biến của nó,

trong đó các phần tử thay thế là giống như đã nêu ở trên, chỉ khác là X (hoặc một trong số các X) là hoặc bao gồm một liên kết với chất độn để trở nên được gắn.

Trong các công thức pyrazol,

Z_b là nhóm alkylen (ví dụ, C_1 - C_4 alkylen), trong đó b bằng 0 hoặc 1;

ít nhất một X hoặc Y bao gồm một liên kết với chất độn và X hoặc Y còn lại bất kỳ, giống nhau hoặc khác nhau, bao gồm một liên kết hoặc nhóm chức, như các phần tử thay thế khác nhau A và/hoặc R được mô tả trong phần mô tả;

A là một nhóm chức là S_kR , SSO_3H , SO_2NRR' , SO_2SR , $SNRR'$, SNQ , SO_2NQ , CO_2NQ , S-(1,4-piperazindiy)-SR, 2-(1,3-dithianyl), hoặc 2-(1,3-dithiolanyl); hoặc gốc hydrocarbon mạch thẳng, mạch nhánh, thơm hoặc vòng được thế bằng một hoặc nhiều nhóm chức;

trong đó R và R' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ hydro; alkyl, alkenyl, alkynyl đã được thế hoặc chưa được thế có 1 tới 12 nguyên tử cacbon mạch thẳng hoặc mạch nhánh; aryl đã được thế hoặc chưa được thế; heteroaryl đã được thế hoặc chưa được thế; đã được thế hoặc chưa được thế alkylaryl; arylalkyl, arylen, heteroarylen hoặc alkylarylen đã được thế hoặc chưa được thế;

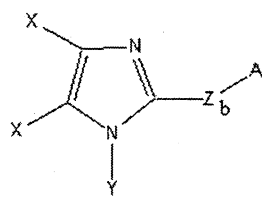
k là một số nguyên nằm trong khoảng từ 1 tới 8 khi R là H và nếu không thì k nằm trong khoảng từ 2 tới 8;

Q là $(CH_2)_w$, $(CH_2)_x O(CH_2)_z$, $(CH_2)_x NR(CH_2)_z$, hoặc $(CH_2)_x S(CH_2)_z$, trong đó X nằm trong khoảng từ 1 tới 6, z nằm trong khoảng từ 1 tới 6, và w nằm trong khoảng từ 2 tới 6; và

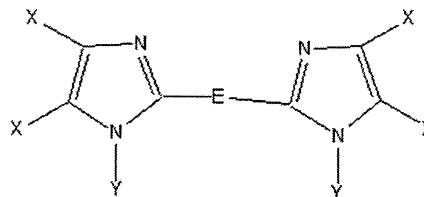
E là nhóm chứa polysulfua.

Nhằm các mục đích của sáng chế, imidazol được gắn là hoặc bao gồm hoá chất có nhóm chứa imidazol. Imidazol này có thể là thiol hoặc polyimidazol chứa polysulfua. Liên quan tới imidazol, các ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các nhóm dưới

đây:



hoặc



hoặc các chất hỗ biến của nó,

trong đó các phần tử thay thế là giống như đã nêu ở trên, chỉ khác là X (hoặc một trong số các X) là hoặc bao gồm một liên kết với chất độn để trở nên được gắn.

Trong các công thức imidazol,

Z_b là nhóm alkylen (ví dụ, C_1 - C_4 alkylen), trong đó b bằng 0 hoặc 1;

mỗi X bao gồm một liên kết với chất độn, H, alkyl (các ví dụ được đưa ra trong phần mô tả có thể được áp dụng), aryl (các ví dụ được đưa ra trong phần mô tả có thể được áp dụng), hoặc NH_2 , với điều kiện là ít nhất một X bao gồm một liên kết;

Y là H hoặc NH_2 ;

A là một nhóm chức là S_kR , SSO_3H , SO_2NRR' , SO_2SR , $SNRR'$, SNQ , SO_2NQ , CO_2NQ , S-(1,4-piperazindiy)-SR, 2-(1,3-đithianyl), hoặc 2-(1,3-đithiolanyl); hoặc gốc hydrocarbon mạch thẳng, mạch nhánh, thơm hoặc vòng được thế bằng một hoặc nhiều nhóm chức nêu trên;

trong đó R và R' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ hydro; alkyl, alkenyl, alkynyl đã được thế hoặc chưa được thế có 1 tới 12 nguyên tử cacbon mạch thẳng hoặc mạch nhánh; aryl đã được thế hoặc chưa được thế; heteroaryl đã được thế hoặc chưa được thế; đã được thế hoặc chưa được thế alkylaryl; arylalkyl, arylen, heteroarylen hoặc alkylarylen đã được thế hoặc chưa được thế;

k là một số nguyên nằm trong khoảng từ 1 tới 8;

Q là $(CH_2)_w$, $(CH_2)_x O(CH_2)_z$, $(CH_2)_x NR(CH_2)_z$, hoặc $(CH_2)_x S(CH_2)_z$, trong đó X nằm trong khoảng từ 1 tới 6, z nằm trong khoảng từ 1 tới 6, và w nằm trong khoảng từ 2 tới 6; và

E là nhóm chứa polysulfua.

Nhóm hữu cơ được gắn có thể là hoặc bao gồm nhóm alkyl hoặc nhóm thơm có

ít nhất một nhóm chức là R, OR, COR, COOR, OCOR, muối carboxylat, halogen, CN, NR_2 , SO_3H , muối sulfonat, $\text{NR}(\text{COR})$, CONR_2 , NO_2 , PO_3H_2 , muối phosphonat, muối phosphat $\text{N}=\text{NR}$, NR_3^+X^- , PR_3^+X^- , S_kR , SSO_3H , muối SSO_3^- , $\text{SO}_2\text{NRR}'$, SO_2SR , SNRR' , SNQ , SO_2NQ , CO_2NQ , S-(1,4-piperazindiy)-SR, 2-(1,3-dithianyl) 2-(1,3-dithiolanyl), SOR, hoặc SO_2R , trong đó R và R' là giống nhau hoặc khác nhau, độc lập là hydro, hydrocarbon no hoặc không no, đã được thế hoặc chưa được thế có từ 1 tới 100 nguyên tử cacbon mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và k là một số nguyên nằm trong khoảng từ 1 tới 8, và X^- là halogenua hoặc anion có nguồn gốc từ axit vô cơ hoặc hữu cơ, Q là $(\text{CH}_2)_w$, $(\text{CH}_2)_x\text{O}(\text{CH}_2)_z$, $(\text{CH}_2)_x\text{NR}(\text{CH}_2)_z$, hoặc $(\text{CH}_2)_x\text{S}(\text{CH}_2)_z$, trong đó w là một số nguyên nằm trong khoảng từ 2 tới 6 và x và z độc lập là các số nguyên nằm trong khoảng từ 2 tới 6.

Nhóm hữu cơ được gắn có thể là hoặc bao gồm một nhóm thiom có công thức AyAr- , trong đó Ar là gốc thiom và A là R, OR, COR, COOR, OCOR, muối carboxylat, halogen, CN, NR_2 , SO_3H , muối sulfonat, $\text{NR}(\text{COR})$, CONR_2 , NO_2 , PO_3H_2 , muối phosphonat, muối phosphat $\text{N}=\text{NR}$, NR_3^+X^- , PR_3^+X^- , S_kR , SSO_3H , muối SSO_3^- , $\text{SO}_2\text{NRR}'$, SO_2SR , SNRR' , SNQ , SO_2NQ , CO_2NQ , S-(1,4-piperazindiy)-SR, 2-(1,3-dithianyl) 2-(1,3-dithiolanyl), SOR, hoặc SO_2R , trong đó R và R' giống nhau hoặc khác nhau, độc lập là hydro, hydrocarbon no hoặc không no, đã được thế hoặc chưa được thế có từ 1 tới 100 nguyên tử cacbon mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và k là một số nguyên nằm trong khoảng từ 1 tới 8, và X^- là halogenua hoặc anion có nguồn gốc từ axit vô cơ hoặc hữu cơ, Q là $(\text{CH}_2)_w$, $(\text{CH}_2)_x\text{O}(\text{CH}_2)_z$, $(\text{CH}_2)_x\text{NR}(\text{CH}_2)_z$, hoặc $(\text{CH}_2)_x\text{S}(\text{CH}_2)_z$, trong đó w là một số nguyên nằm trong khoảng từ 2 tới 6 và x và z độc lập là các số nguyên nằm trong khoảng từ 2 tới 6, và y là một số nguyên nằm trong khoảng từ 1 tới giá trị tổng số của các gốc -CH trong gốc thiom.

Ar có thể là hoặc bao gồm nhóm triazol, Ar có thể là hoặc bao gồm nhóm pyrazol, hoặc Ar có thể là hoặc bao gồm nhóm imidazol.

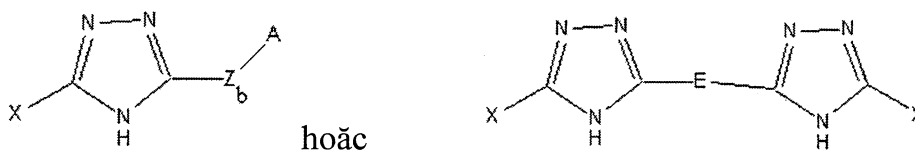
Nhóm hữu cơ được gắn có thể là hoặc bao gồm ít nhất một nhóm aminometylphenyl và/hoặc carboxyphenyl.

Nhóm hữu cơ được gắn có thể là hoặc bao gồm $\text{X-C}_6\text{H}_4\text{-S-S-C}_6\text{H}_4\text{-X}$, trong đó ít nhất một X là một liên kết với chất độn và X còn lại là một liên kết với chất độn hoặc nhóm chức, như phần tử thay thế A được mô tả ở đây.

Nhóm hữu cơ được gắn có thể là hoặc bao gồm ít nhất một polysulfua hoặc sulfua thơm.

Như một phương án tùy chọn, một hoặc nhiều nhóm hóa học bổ sung nhưng là nhóm hóa học khác có thể được gắn lên trên chất độn, như một hoặc nhiều nhóm hóa học bổ sung khác với triazol được gắn, pyrazol được gắn, và/hoặc imidazol được gắn. Nhóm hoá học được gắn này có thể là nhóm bất kỳ trong số các nhóm hóa học được gắn được mô tả ở trên và/hoặc trong các patent nêu trên, như nhóm alkyl được gắn và/hoặc nhóm thơm được gắn, ví dụ, amino methyl phenyl, carboxy phenyl, hoặc phenyl disulfua phenyl ($C_6H_5-S-S-C_6H_4$).

Nhằm các mục đích của sáng chế, một biến thể khác của các chất độn cải biến theo sáng chế là chất độn cải biến mà trong đó nó gồm chất độn có ít nhất một triazol được gắn, như ít nhất một 1,2,4-triazol, như ít nhất một 1,2,4-triazol có phần tử thay thế chứa lưu huỳnh, ví dụ, với sự có mặt hoặc không có mặt của nhóm thơm khác bất kỳ. Chất độn cải biến có nhóm hoá học được gắn, như ít nhất một triazol, có thể cải thiện hiện tượng trễ khi có mặt trong chế phẩm đàn hồi khi so sánh với chất độn tương tự không được cải biến. Ngoài ra, các chế phẩm đàn hồi nêu trong các ví dụ có thể được sử dụng để khẳng định đặc tính thử nghiệm này. Một chất độn cải biến khác theo sáng chế là hoặc chứa chất độn mà đã được gắn trên nó triazol công thức:



hoặc các chất hỗ biến của nó, trong đó

Z_b là nhóm alkylen (ví dụ, C_1 - C_4 alkylen), trong đó b bằng 0 hoặc 1;

ít nhất một X bao gồm một liên kết với chất độn và X còn lại bất kỳ bao gồm một liên kết với chất độn hoặc nhóm chức, như thế khác nhau phần tử thay thế A hoặc R được mô tả ở đây;

A là một nhóm chức là S_kR , SSO_3H , SO_2NRR' , SO_2SR , $SNRR'$, SNQ , SO_2NQ , CO_2NQ , S-(1,4-piperazindiyl)-SR, 2-(1,3-đithianyl), hoặc 2-(1,3-đithiolanyl); hoặc gốc hydrocarbon mạch thẳng, mạch nhánh, thơm hoặc vòng được thế bằng một hoặc nhiều nhóm chức;

trong đó R và R' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ hydro; alkyl, alkenyl, alkynyl đã được thế hoặc chưa được thế có 1 tới 12 nguyên tử cacbon mạch thẳng hoặc mạch nhánh; aryl đã được thế hoặc chưa được thế; heteroaryl đã được thế hoặc chưa được thế; đã được thế hoặc chưa được thế alkylaryl; arylalkyl, arylene, heteroarylene hoặc alkylarylene đã được thế hoặc chưa được thế;

k là một số nguyên nằm trong khoảng từ 1 tới 8;

Q là $(CH_2)_w$, $(CH_2)_x O(CH_2)_z$, $(CH_2)_x NR(CH_2)_z$, hoặc $(CH_2)_x S(CH_2)_z$, trong đó X nằm trong khoảng từ 1 tới 6, z nằm trong khoảng từ 1 tới 6, và w nằm trong khoảng từ 2 tới 6;

E là gốc chứa polysulfua; và

triazol này có thể tùy ý được thế ở vị trí N bằng phần tử thay thế NDD', trong đó

D và D' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ H hoặc C₁-C₄ alkyl.

Biến thể chất độn cải biến này có thể có hoặc không có nhóm hóa học được hấp phụ bất kỳ.

Trong toàn bộ phần mô tả này, liên quan tới các nhóm hóa học được gắn lên trên chất độn, nhóm hoá học này được gắn qua ít nhất một liên kết từ nhóm hoá học với chất độn. Trong phần mô tả này, phần tử thay thế X có thể là hoặc bao gồm một liên kết. Điều cần hiểu là phần tử thay thế X có thể bao gồm một liên kết, cũng như các phần tử thay thế hoặc các nguyên tố khác, ví dụ, nhằm mục đích tạo ra liên kết với chất độn. Ví dụ, X có thể là hoặc gồm một liên kết. Theo một phương án khác, X có thể bao gồm một liên kết. Ví dụ, X có thể là một liên kết chứa một nhóm phần tử liên kết. Nhóm phần tử liên kết này có thể là nhóm phần tử liên kết silan hoặc được dẫn xuất từ chất kết hợp silan. Nhóm phần tử liên kết này có thể là hoặc bao gồm nhóm chứa Si, nhóm chứa Ti, nhóm chứa Cr, và/hoặc nhóm chứa Zr, hoặc các nhóm phần tử liên kết thích hợp khác xúc tiến sự gắn của nhóm hoá học lên trên một chất độn, như chất độn dạng oxit kim loại, ví dụ, silic oxit. Các ví dụ về các phần tử liên kết như vậy đã được làm thích ứng nhằm các mục đích của sáng chế, bao gồm các phần tử liên kết đã nêu trong US 3947436; US 5159009; và US 5116886.

Theo sáng chế, đối với các biến thể khác (các nhóm được hấp phụ và/hoặc được

gắn) của chất độn cải biến theo sáng chế, việc tạo ra chất độn cải biến có thể thực hiện và sẽ được thực hiện trước khi chất độn được đưa vào cùng với các thành phần khác, như các thành phần để tạo ra chế phẩm đàn hồi, như ít nhất một thể đàn hồi. Nói một cách khác, (các) nhóm hoá học được sử dụng theo sáng chế được hấp phụ trước và/hoặc được gắn trước vào (các) chất độn trước khi trộn hoặc hóa hợp hoặc là tiếp xúc ít nhất một thể đàn hồi hoặc ít nhất một polyme và/hoặc các thành phần của chế phẩm. Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng các tính chất khác nhau đạt được bởi sáng chế, tức là hiện tượng trễ và/hoặc độ bền mài mòn có thể bị suy giảm hoặc không đạt được một cách đầy đủ khi sự cải biến chất độn được thực hiện với sự có mặt của các thành phần khác (ví dụ, ở tại chỗ), như việc thử hóa hợp cùng với ít nhất một thể đàn hồi và/hoặc ít nhất một polyme.

Nhằm các mục đích của sáng chế, sự kết hợp bất kỳ của các chất độn cải biến theo sáng chế có thể được sử dụng. Ví dụ, như được mô tả ở đây, các biến thể khác nhau của chất độn cải biến đã được mô tả. Ví dụ, một biến thể của chất độn cải biến theo sáng chế là chất độn có các nhóm được hấp phụ và, tùy ý, cùng với các nhóm hoá học được gắn. Một biến thể khác theo sáng chế bao gồm chất độn có các nhóm hóa học được gắn mà không có nhóm được hấp phụ bất kỳ. Do vậy, như một phương án tùy chọn, chế phẩm, như chế phẩm đàn hồi, có thể bao gồm tổ hợp của các chất độn cải biến khác nhau theo sáng chế, ví dụ, một phần chất độn cải biến có một hoặc nhiều nhóm hóa học được hấp phụ có thể được sử dụng kết hợp với một hoặc nhiều chất độn cải biến khác có các nhóm hoá học được gắn. Do vậy, sự kết hợp bất kỳ của các chất độn cải biến trong các chế phẩm, như các chế phẩm đàn hồi hoặc polyme, có thể được sử dụng.

Nhằm các mục đích của sáng chế, khi chất độn cải biến có nhóm hóa học được hấp phụ và nhóm hóa học được gắn, thì việc đưa vào nhóm hóa học được hấp phụ lên trên chất độn có thể thực hiện trước khi, trong khi, và/hoặc sau khi gắn nhóm hoá học, hoặc theo trình tự bất kỳ khi nhiều hơn một nhóm được hấp phụ và/hoặc nhiều hơn một nhóm được gắn có mặt trong chất độn.

Sáng chế còn đề cập đến chế phẩm đàn hồi hoặc các hợp thể đàn hồi, ngoài ra cũng có thể kể đến các hỗn hợp hoặc composít cao su. Chế phẩm đàn hồi này chứa ít nhất một thể đàn hồi và ít nhất một chất độn cải biến theo sáng chế và, tùy ý, một hoặc

nhiều thành phần thường được sử dụng trong các chế phẩm đàn hồi. Nhiều hơn một loại chất độn cải biến có thể được sử dụng.

Các thể đàn hồi được lấy làm ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, cao su, polyme (ví dụ, homopolyme, copolyme và/hoặc terpolyme) của 1,3-butadien, styren, izopren, isobutylen, 2,3-di-alkyl-1,3-butadien, trong đó alkyl có thể là metyl, etyl, propyl, v.v, acrylonitril, etylen, propylen và tương tự. Thể đàn hồi này có thể có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g), khi đo được bằng phương pháp đo nhiệt lượng quét vi sai (DSC), là nằm trong khoảng từ -120°C đến 0°C . Các ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, dung dịch SBR, cao su styren-butadien (SBR), cao su tự nhiên và các dẫn xuất của nó như cao su được clo hóa, polybutadien, polyizopren, poly(styren-co-butadien) và các dẫn xuất được độn dầu của bất kỳ trong số chúng. Các hỗn hợp trộn của bất kỳ trong số các thể đàn hồi nêu trên cũng có thể được áp dụng. Các cao su tổng hợp thích hợp cụ thể bao gồm: các copolyme gồm khoảng từ 10 tới 70 phần trăm khối lượng styren và khoảng từ 90 tới 30 phần trăm khối lượng butadien như copolyme gồm 19 phần styren và 81 phần butadien, copolyme gồm 30 phần styren và 70 phần butadien, copolyme gồm 43 phần styren và 57 phần butadien và copolyme gồm 50 phần styren và 50 phần butadien; các polyme và các copolyme của các dien liên hợp như polybutadien, polyizopren, polyclopren, và tương tự, và các copolyme của các dien liên hợp như vậy với monome chứa nhóm etylen có thể trùng hợp được với nó như styren, metyl styren, clostyren, acrylonitril, 2-vinyl-pyridin, 5-metyl-2-vinylpyridin, 5-etyl-2-vinylpyridin, 2-metyl-5-vinylpyridin, allyl-được thế acrylat, vinyl keton, metyl isopropenyl keton, metyl vinyl hoặc là, các axit anphametylen carboxylic và các este và các amit của chúng như axit acrylic và axit amit dialkylacrylic. Cũng thích hợp để sử dụng theo sáng chế là các copolyme của etylen và các anpha olefin cao khác như propylen, 1-buten và 1-penten. Như được nêu ở dưới, chế phẩm cao su ngoài thể đàn hồi và chất độn và chất kết hợp, còn có thể chứa các chất bổ trợ gia công khác, các chất độn dầu, các chất chống thoái biến, và/hoặc các chất phụ gia khác.

Như một phương án tùy chọn, latec được cấp liên tục và chất độn, như bột nhão muội than, có thể được đưa vào và được khuấy trong thùng đông tụ. Quá trình này còn được gọi là kỹ thuật "trộn ướt". Latec và bột nhão chất độn có thể được trộn và đông tụ

trong thùng đông tụ thành các hạt nhỏ, được gọi là "vụn ướt". Các quy trình và kỹ thuật khác nhau đã được mô tả trong US 4029633; 3048559; 6048923; 6929783; 6908961; 4271213; 5753742; và 6521691 có thể sử dụng được cho việc kết hợp này của chất độn với thể đàn hồi và làm đông tụ latec. Loại này của chế phẩm đàn hồi có thể được sử dụng cùng với các chất độn cải biến theo sáng chế bằng cách sử dụng các kỹ thuật, chế phẩm khác nhau, và các đầu thông số khác đã được mô tả trong các patent và các quy trình này, chỉ khác là chất độn cải biến theo sáng chế được sử dụng.

Latec cao su tự nhiên được lấy làm ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, mù latec, phần cô latec (được sản xuất, ví dụ, bằng cách bốc hơi, ly tâm hoặc làm lắng), váng bột latec (ví dụ, dịch nổi trên bề mặt còn lại sau khi sản xuất phần cô latec bằng cách ly tâm) và hỗn hợp trộn của hai hoặc nhiều latec bất kỳ theo tỷ lệ bất kỳ. Latec này có thể sẽ thích hợp cho quy trình trộn hỗn hợp gốc ướt được chọn và mục đích dự định hoặc ứng dụng của sản phẩm cao su cuối. Latec này được tạo ra một cách thông thường trong dung dịch mang trong nước. Việc lựa chọn latec thích hợp hoặc hỗn hợp trộn của các latec sẽ nằm trong khả năng của các chuyên gia trong lĩnh vực trên cơ sở xem xét các lợi ích được đưa ra theo sáng chế và các tiêu chí chọn lựa nói chung đã biết rõ trong ngành công nghiệp này.

Các chế phẩm đàn hồi có thể được tạo ra với chất độn muối than ở mức ít nhất khoảng 40phr (phần khối lượng cho 100 phần khối lượng hệ cao su), ít nhất khoảng 50phr, ít nhất khoảng 55phr, ít nhất khoảng 60phr, ít nhất khoảng 65phr, hoặc ít nhất khoảng 70phr, ví dụ, nằm trong khoảng từ 40 đến 70phr, từ 50 đến 75phr, từ 55 đến 80phr, từ 60 đến 85phr, từ 65 đến 90phr, từ 70 đến 90phr, từ 40 đến 60phr, từ 50 đến 65phr, từ 55 đến 80phr, từ 60 đến 90phr, từ 65 đến 80phr, hoặc từ 70 đến 80phr.

Một hoặc nhiều chất kết hợp có thể được dùng theo sáng chế. Chất kết hợp có thể là hoặc bao gồm một hoặc nhiều chất kết hợp silan, một hoặc nhiều chất kết hợp ziriconat, một hoặc nhiều chất kết hợp titanat, một hoặc nhiều chất kết hợp nitro, hoặc sự kết hợp bất kỳ của chúng. Chất kết hợp có thể là hoặc bao gồm bis(3-trietoxysilylpropyl)tetrasulfan (ví dụ, Si 69 của hãng Evonik Industries, Struktol SCA98 của hãng Struktol Company), bis(3-trietoxysilylpropyl)disulfan (ví dụ, Si 75 và Si 266 của hãng Evonik Industries, Struktol SCA985 của hãng Struktol Company), 3-thioxyanatopropyl-trietoxy silan (ví dụ, Si 264 của hãng Evonik Industries), gama-

mercaptopropyl-trimethoxy silan (ví dụ, VP Si 163 của hãng Evonik Industries, Struktol SCA989 của hãng Struktol Company), gamma-mercaptopropyl-triethoxy silan (ví dụ, VP Si 263 của hãng Evonik Industries), ziriconi dineoalkanolatodi(3-mercaptopropionato-O, N,N'-bis(2-methyl-2-nitropropyl)-1,6-diaminohexan, chất kết hợp silan NXT (silan có chức thiocarboxylat: 3-octanoylthio-1-propyltriethoxysilan) của hãng Momentive Performance Materials, Wilton, CT, và/hoặc các chất kết hợp tương tự về mặt hóa học hoặc có một hoặc nhiều nhóm hóa học tương tự. Ví dụ cụ thể bổ sung về chất kết hợp, theo tên thương mại, bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, VP Si 363 của hãng Evonik Industries. Chất kết hợp có thể có mặt với hàm lượng bất kỳ trong hợp thể đàn hồi. Ví dụ, chất kết hợp có thể có mặt trong chế phẩm đàn hồi với lượng ít nhất là 0,2 phần cho 100 phần chất độn, như silic oxit (phần khối lượng), nằm trong khoảng từ 0,2 đến 60 phần trên 100 phần chất độn, như silic oxit, nằm trong khoảng từ 1 đến 30 phần trên 100 phần chất độn, như silic oxit, nằm trong khoảng từ 2 đến 15 phần trên 100 phần chất độn, như silic oxit, hoặc nằm trong khoảng từ 5 đến 10 phần trên 100 phần chất độn, như silic oxit.

Một hoặc nhiều chất chống oxy hóa có thể được dùng trong quy trình bất kỳ trong số các quy trình theo sáng chế. Chất chống oxy hóa (một ví dụ chất ức chế sự thoái biến) có thể là chất chống oxy hóa loại amin, chất chống oxy hóa loại phenol, chất chống oxy hóa loại imidazol, muối kim loại của carbamat, (các) para-phenylen diamin và/hoặc (các) dihydrotrimethylquinolin, chất chống oxy hóa quinin đã polyme hóa, và/hoặc sáp và/hoặc các chất chống oxy hóa khác thường được sử dụng trong các chế phẩm đàn hồi. Các ví dụ cụ thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, N-(1,3-dimethylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylenđiamin (6-PPD, ví dụ, ANTIGENE 6C, có bán sẵn của hãng Sumitomo Chemical Co., Ltd. và NOCLAC 6C, có bán sẵn của hãng Ouchi Shinko Chemical Industrial Co., Ltd.), "Ozonon" 6C của hãng Seiko Chemical Co., Ltd., 1,2-dihydro-2,2,4-trimethyl quinolin đã được polyme hóa, Agerite Resin D, có bán sẵn của hãng R. T. Vanderbilt, butylhydroxytoluen (BHT), và butylhydroxyanisol (BHA), và tương tự. Các chất chống oxy hóa tiêu biểu khác có thể là, ví dụ, diphenyl-p-phenylenđiamin và các chất khác như, ví dụ, đã được mô tả trong ấn phẩm: The Vanderbilt Rubber Handbook (1978), các trang 344-346. Chất chống oxy hóa và chất chống lão hóa ozon là các chất ức chế quá trình thoái biến chung. Các chất ức chế thoái biến được đưa ra làm ví dụ bao gồm các nhóm tạo chức hóa học, như amin,

phenol, imidazol, sáp, muối kim loại của imidazol, và các kết hợp của chúng. Tập hợp các chất ức chế thoái biến cụ thể được minh họa bao gồm N-isopropyl-N'-phenyl-p-phenylendi-amin, N-(1-methylheptyl)-N'-phenyl-p-phenylendi-amin, 6-etoxy-2,2,4-trimetyl-1,2-di-hydroquinolin, N,N'-diphenyl-p-phenylendi-amin, diphenylamin đã octylat hóa, 4,4'-bis(a,a'-dimethylbenzyl)diphenylamin, 4,4'-dicumyl-diphenylamin, 2,5-di-tert-butyl-hydroquinon, 2,2'-metylen-bis(4-metyl-6-tert-butylphenol), 2,2'-metylenbis(4-metyl-6-metylxyclohexylphenol), 4,4'-thio-bis(3-metyl-6-tert-butylphenol), 4,4'-butyliden-bis(3-metyl-6-tert-butylphenol), tris(nonylated phenyl)phosphit, tris-(2,4-di-t-butylphenyl)phosphit, 2-mercaptobenzimidazol, và kẽm 2-mercaptobenzimidazol. Một ví dụ gồm ít nhất một amin và một imidazol. Tùy ý, quinolin đã polyme hóa có thể được sử dụng. Các hàm lượng tương đối của các chất chống oxy hóa có thể bao gồm từ 0,5 đến 3 phần amin, từ 0,5 đến 2,5 phần imidazol, và từ 0,5 đến 1,5 phần quinolin đã polyme hóa tùy ý. Một amin ức chế quá trình thoái biến có thể là 4,4'-bis(alpha-dimethylbenzyl)diphenylamin, imidazol có thể là kẽm 2-mercaptotoluimidazol và quinolin đã polyme hóa có thể là 1,2-di-hydro-2,2,4-trimetylquinolin đã polyme hóa. Nói chung, các chất ức chế thoái biến (ví dụ, (các) chất chống oxy hóa thường có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng hệ polyme hoặc cao su (phr). Các hàm lượng thông thường của các chất chống oxy hóa có thể chứa, ví dụ, từ 1 đến khoảng 5phr.

Chế phẩm cao su này có thể được dùng làm lớp xe hoặc các bộ phận của lớp xe và có thể sử dụng chất độn ưa nước. Chất độn ưa nước này có thể có nhóm hữu cơ được gắn vào chất độn này và nhóm hữu cơ là hoặc bao gồm nhóm azol đã được thế hoặc chưa được thế. Nhóm này có thể là triazol, ví dụ, mercapto-triazol và/hoặc triazol disulfua. Nhóm này có thể là thiadiazol, ví dụ, thiadiazol đã được thế bằng thiol.

Chất độn cải biến có thể được kết hợp với các thành phần hóa hợp thông thường của lớp xe và chất phụ gia, như cao su, chất hỗ trợ gia công, chất tăng tốc, chất tạo liên kết ngang và lưu hóa, chất chống oxy hóa, chất chống ozon hóa, chất độn, nhựa, v.v., để tạo ra chế phẩm làm lớp xe. Các chất hỗ trợ gia công bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, chất dẻo hóa, chất làm tăng độ dính, chất độn, chất điều hòa hoá học, tác nhân làm đồng nhất, tác nhân giải keo như mercaptan, dầu tổng hợp, dầu mỏ và dầu thực vật, nhựa, nhựa thông, và tương tự. Các chất tăng tốc bao gồm các amin,

guanidin, thioure, thiuram, sulfenamid, thiocarbamat, xantat, benzothiazol và tương tự. Các chất tạo liên kết ngang và lưu hóa bao gồm các peroxit, lưu huỳnh, chất cho lưu huỳnh, chất tăng tốc, oxit kẽm, và axit béo. Các chất độn bao gồm đất sét, bentonit, titan đioxit, bột đá, canxi sulfat, silic oxit, silicat và các hỗn hợp của chúng.

Bất kỳ quy trình trộn thông thường nào cũng có thể được sử dụng để trộn chất độn cải biến theo sáng chế với các hợp phần khác của chế phẩm đàn hồi. Các quy trình thông thường thường được sử dụng cho việc hóa hợp cao su đã được mô tả trong ấn phẩm: Maurice Morton, RUBBER TECHNOLOGY 3rd Edition, Van Norstrand Reinhold Company, New York 1987, và 2nd Edition, Van Nordstrand Reinhold Company, New York 1973. Hỗn hợp của các hợp phần bao gồm sản phẩm muối than cải biến theo sáng chế và thể đàn hồi được ưu tiên trộn cơ nhiệt với nhau ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120°C đến 180°C.

Ví dụ, các chế phẩm đàn hồi theo sáng chế có thể được tạo ra bằng các kỹ thuật thích hợp bằng cách, ví dụ, trộn trong một bước duy nhất hoặc trong nhiều bước trong một máy trộn trong, như các máy trộn Banbury, Intermesh, máy ép đùn, trong máy nghiền hoặc bằng cách sử dụng thiết bị thích hợp khác, để tạo ra hỗn hợp trộn đã làm đồng nhất. Các phương pháp sử dụng thiết bị đặc biệt là như đã được mô tả trong US 5559169, công bố ngày 24/9/1996.

Việc lưu hóa có thể được tiến hành bằng kỹ thuật đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ, các chất độn cải biến theo sáng chế có thể được dùng trong các chế phẩm cao su được lưu hóa bằng lưu huỳnh, lưu hóa bằng peroxit, v.v..

(Các) chất độn cải biến theo sáng chế có thể cải thiện một hoặc nhiều tính chất của thể đàn hồi, như hiện tượng trễ và/hoặc độ bền mài mòn. Sự cải thiện về hiện tượng trễ có thể xác định được bằng cách xác định đặc tính tan/delta.

Hệ số mài mòn được tính bằng cách lấy tốc độ mài mòn của hỗn hợp đối chứng nội tại chia cho tốc độ mài mòn của chế phẩm cao su được tạo ra với chất độn cải biến theo sáng chế. Nhằm đơn giản, các trị số hệ số mài mòn tương đối được dùng trong các ví dụ ở dưới. Hệ số mài mòn tương đối được xác định theo công thức: tỷ số giữa hệ số mài mòn của chế phẩm cao su có chất độn cải biến theo sáng chế và hệ số mài mòn của chế phẩm cao su có chất độn chất độn không được xử lý. Trong các ví dụ trong đó các chất độn cải biến theo sáng chế được áp dụng kết hợp với các biện pháp

xử lý khác, hệ số mài mòn tương đối được xác định theo công thức: tỷ số giữa hệ số mài mòn của chế phẩm cao su có chất độn cải biến theo sáng chế được sử dụng kết hợp với việc xử lý thứ cấp và hệ số mài mòn của chế phẩm cao su có chất độn được xử lý bằng việc xử lý thứ cấp tương tự. Nói chung, được mong muốn nếu sử dụng các chất độn tạo ra các mặt gai của lớp xe có độ bền mài mòn thỏa đáng và/hoặc sức chống lăn thấp để tạo ra các mặt gai của lớp xe. Thông thường, các tính chất bào mòn mặt gai của lớp xe liên quan tới độ bền mài mòn này. Độ bền mài mòn càng lớn, thì số dặm (1 dặm = 1605m) mà lớp vẫn chưa bị bào mòn càng lớn. Dữ liệu mài mòn trên chế phẩm cao su có thể xác định được bằng cách sử dụng bộ mài mòn trên cơ sở máy đo loại Lambourn (ví dụ, xem US 4995197). Các tốc độ mài mòn (xentimet khối/xentimet dài) thường được đo ở độ trượt 14% hoặc 21%, độ trượt này tính theo vận tốc tương đối giữa bánh quay mẫu và đá mài.

Điều cũng đã được phát hiện ra là chất độn cải biến theo sáng chế có thể cải thiện hiện tượng trễ, ví dụ, được thể hiện bởi trị số tổn hao tan δ (delta) cực đại tương đối thấp khi so sánh với chất độn không được xử lý. Các trị số tổn hao tan δ (delta) cực đại tương đối thấp có thể được mong muốn do chúng phản ánh sức chống lăn thấp và sự tích nhiệt thấp trong phần mặt gai của lớp xe. Sức chống lăn thấp cải thiện hiệu quả kinh tế về nhiên liệu của ô tô và là sự đóng góp được mong muốn của chế phẩm đàn hồi cho việc sử dụng trong phần mặt gai của lớp xe.

Trị số tổn hao tan δ được đo bằng thiết bị Rheometrics Dynamic Spectrometer Model ARES-2K ở tần số không đổi 10Hz, nhiệt độ không đổi, và ở chế độ cắt biến dạng. Các lần quét biến dạng được chạy từ 0,1% tới 60% biên độ biến dạng kép. Các phép đo được thực hiện tại mười điểm trên thang mười và trị số tổn hao tan δ cực đại được lặp lại. Trị số tổn hao tan δ cực đại tương đối được xác định theo công thức: tỷ số giữa trị số tổn hao tan δ cực đại của chế phẩm cao su có chất độn cải biến theo sáng chế và trị số tổn hao tan δ cực đại của chế phẩm cao su có chất độn không được xử lý. Trong các ví dụ trong đó các chất độn cải biến theo sáng chế được áp dụng kết hợp với các biện pháp xử lý khác, trị số tổn hao tan δ cực đại tương đối được xác định theo công thức: tỷ số giữa trị số tổn hao tan δ cực đại của chế phẩm cao su có chất độn cải biến theo sáng chế được sử dụng kết hợp với xử lý thứ cấp và trị số tổn hao tan δ cực đại của chế phẩm cao su có chất độn được xử lý bằng xử lý thứ cấp tương tự.

Theo sáng chế, chất độn cải biến, có thể là chất độn có nhóm hóa học được hấp phụ như được mô tả ở đây, có khả năng cải thiện độ bền mài mòn trong chế phẩm đàn hồi và nó được so sánh với các chế phẩm đàn hồi chứa cùng chất độn, nhưng không được cải biến. Nói cách khác, hai chế phẩm đàn hồi có thể được tạo ra, một hỗn hợp chứa chất độn cải biến theo sáng chế, nó là chất độn A được cải biến để có một nhóm hóa học được hấp phụ và nó có thể được so sánh với cùng chất độn A, nhưng không được cải biến bằng nhóm hóa học được hấp phụ bất kỳ (ví dụ, chất độn A không được cải biến). Khi việc so sánh này được thực hiện, chất độn cải biến theo sáng chế, khi có mặt trong chế phẩm đàn hồi, có thể cải thiện độ bền mài mòn. Ví dụ, độ bền mài mòn có thể được tăng lên ít nhất 5%, ít nhất 10%, ít nhất 30%, ít nhất 50%, ít nhất 60%, ít nhất 70%, ít nhất 75%, ít nhất 85%, ít nhất 100%, ít nhất 125%, ít nhất 150%, ít nhất 200%, như nằm trong khoảng từ 5% đến 200% khi được so sánh với chất độn không được cải biến.

Theo sáng chế, chất độn cải biến, nó có thể là chất độn có nhóm hóa học được gắn như được mô tả ở đây, có khả năng cải thiện hiện tượng trễ trong chế phẩm đàn hồi và nó được so sánh với chế phẩm đàn hồi chứa cùng chất độn, nhưng không được cải biến. Nói một cách khác, hai chế phẩm đàn hồi có thể được tạo ra, một chế phẩm chứa chất độn cải biến theo sáng chế, nó là chất độn B được cải biến để có nhóm hóa học được gắn và nó có thể được so sánh với cùng chất độn B, nhưng không được cải biến bằng nhóm hóa học được gắn bất kỳ (ví dụ, chất độn B không được cải biến). Khi việc so sánh này được thực hiện, chất độn cải biến theo sáng chế, khi có mặt trong chế phẩm đàn hồi, có thể cải thiện hiện tượng trễ. Ví dụ, hiện tượng trễ có thể giảm xuống ít nhất 1%, ít nhất 5%, ít nhất 10%, ít nhất 15%, ít nhất 20%, ít nhất 25%, ít nhất 30%, ít nhất 35%, ít nhất 40%, ít nhất 45%, hoặc ít nhất 50%, như nằm trong khoảng từ 1% đến 50%, khi so sánh với chất độn không được cải biến.

Các lợi ích đã đề cập ở trên liên quan tới độ bền mài mòn và hiện tượng trễ có thể đạt được một cách đồng thời theo sáng chế hoặc có thể kiểm soát được một cách riêng rẽ. Đặc biệt hơn, hiện tượng trễ có thể được cải thiện (được giảm) và độ bền mài mòn được tăng lên nhờ việc sử dụng chất độn cải biến có nhóm hóa học được hấp phụ như được mô tả ở đây và nhóm hóa học được gắn như được mô tả ở đây. Các ví dụ về loại cải thiện đạt được liên quan tới hiện tượng trễ và độ bền mài mòn (tức là mức độ

phần trăm cải thiện được đã nêu trên) có thể đạt được ở dạng kết hợp, và sự kết hợp bất kỳ ở các mức độ phần trăm khác nhau đối với hiện tượng trễ và độ bền mài mòn đã được đề cập ở trên có thể đạt được.

Các chất độn cải biến theo sáng chế có thể được sử dụng trong các ứng dụng giống như các chất độn thông thường, như mực in, lớp phủ, chất liệu màu, chất dẻo, dây cáp, và tương tự.

Sáng chế sẽ được làm rõ hơn bởi các ví dụ dưới đây, chúng được dự liệu nhằm minh họa cho sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Tạo ra sản phẩm muối than

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muối than theo sáng chế. Muối than có chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. Dung dịch gồm 2,60g NaNO₂ trong 21,7g nước được bổ sung trong khoảng thời gian khoảng 5 phút vào hỗn hợp có khuấy gồm 150g muối than, 1301g nước, 5,00g 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol và 5,14g axit metansulfonic 70% ở 70°C. Việc trộn được tiếp tục trong 50 phút ở 70°C. Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được điều chỉnh tới độ pH bằng 8,1 bằng dung dịch NaOH. Sản phẩm được thu gom bằng cách lọc, được rửa bằng 2,5L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C. Sản phẩm này có 1,53% khối lượng S. Một mẫu sản phẩm muối than đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol có 0,89% khối lượng S, so với 0,65% khối lượng S đối với muối than không được xử lý. Mẫu này có các triazol đã được gắn và được hấp phụ như vậy.

Ví dụ 2

Tạo ra sản phẩm muối than

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muối than theo sáng chế. Muối than có chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. Dung dịch gồm 2,61g NaNO₂ trong 23,1g nước được bổ sung trong khoảng thời gian 10 phút vào hỗn hợp có khuấy gồm 150g muối than, 1301g nước, 4,31g 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol và 5,14g axit metansulfonic 70% ở 70°C. Việc trộn được tiếp tục trong 1 giờ ở 70°C. Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được điều chỉnh tới độ pH bằng

7,5 bằng dung dịch NaOH. Sản phẩm được thu gom bằng cách lọc, được rửa bằng 2,5L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C. Sản phẩm này có 1,41% khối lượng S. Một mẫu sản phẩm muối than đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol có 0,89% khối lượng S, so với 0,65% khối lượng S đối với muối than không được xử lý. Mẫu này có các triazol đã được gắn và được hấp phụ như vậy.

Ví dụ 3

Tạo ra sản phẩm muối than đối chứng

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muối than được cải biến bằng cách sử dụng các muối diazo của APDS. Máy tạo viên kiểu từng mẻ có buồng trộn có đường kính 8" (20,32cm) và chiều dài 8" (20,32cm) được gia nhiệt lên 60°C và được nạp 300g muối than có chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g. 4-aminophenyl disulfua (19,0g) và 209g nước được bổ sung. Sau khi trộn nhanh, 29,0g axit sulfuric 27,9% được bổ sung. Sau khi trộn nhanh, 52g dung dịch 20% của NaNO₂ trong nước được bổ sung thành vài phần, cùng với việc trộn nhanh vừa phải trên 5 phút. Nước (50g) được bổ sung, và việc trộn được tiếp tục trong 30 phút ở 60°C, và sản phẩm được lấy ra khỏi máy tạo viên, được tạo huyền phù trong 4L nước và được lọc. Sản phẩm được rửa bằng etanol và sau đó được tạo huyền phù lại trong 4L nước. Độ pH được điều chỉnh tới 8 bằng dung dịch NaOH, và hỗn hợp này được lọc và rửa cho đến khi phần dịch lọc có độ dẫn bằng 225µS/cm. Sản phẩm này được làm khô trong không khí ở 70°C. Một mẫu sản phẩm muối than đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol có 1,61% khối lượng S, so với 0,60% khối lượng S đối với muối than không được xử lý.

Ví dụ 4

Tạo ra sản phẩm muối than đối chứng

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muối than được cải biến bằng cách sử dụng các muối diazo của ATP. Máy tạo viên kiểu từng mẻ có buồng trộn có đường kính 8" (20,32cm) và chiều dài 8" (20,32cm) được gia nhiệt lên 60°C và được nạp 300g muối than có chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g. 4-aminothiophenol (9,67g) và 240g nước được bổ sung. Sau khi trộn nhanh, 14,5g axit sulfuric 27,9% được bổ sung. Sau khi trộn nhanh, 26g dung dịch 20% của NaNO₂ trong nước được bổ

sung thành vài phần, cùng với việc trộn nhanh vừa phải trên 5 phút. Nước (50g) được bổ sung, và việc trộn được tiếp tục trong 30 phút ở 60°C, và sản phẩm được lấy ra khỏi máy tạo viên, được tạo huyền phù trong 4L nước và được lọc. Sản phẩm được tạo huyền phù lại trong 4L nước. Độ pH được điều chỉnh tới 9 bằng dung dịch NaOH, và hỗn hợp này được lọc và rửa cho đến khi phần dịch lọc có độ dẫn bằng dưới 250 μ S/cm. Sản phẩm này được làm khô trong không khí ở 70°C. Một mẫu sản phẩm muối than đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol có 1,09% khối lượng S, so với 0,60% khối lượng S đối với muối than không được xử lý.

Ví dụ 5

Tạo ra sản phẩm muối than

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muối than theo sáng chế. Dung dịch gồm 1,29g NaNO₂ trong 11,9g nước được bổ sung trong khoảng thời gian 5 phút vào hỗn hợp có khuấy gồm 150g Mẫu trung gian X, 1301g nước, 2,17g 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol và 2,58g axit metansulfonic 70% ở 70°C. Việc trộn được tiếp tục trong 75 phút ở 70°C. Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được điều chỉnh tới độ pH bằng 7,5 bằng dung dịch NaOH. Sản phẩm được thu gom bằng cách lọc, được rửa bằng 2,5L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C. Sản phẩm này có 1,07% khối lượng S. Một mẫu sản phẩm muối than đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol có 0,80% khối lượng S, so với 0,65% khối lượng S đối với muối than không được xử lý. Mẫu này có các triazol đã được gắn và được hấp phụ như vậy.

Ví dụ 6

Tạo ra sản phẩm muối than

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muối than theo sáng chế. Huyền phù chứa 1300g nước, 150g muối than và 100g dung dịch natri hypoclorit Clorox được trộn và được đun nóng lên 90°C. Muối than có chỉ số iot bằng 119 và DBPA là 125mL/100g. Việc trộn được tiếp tục trong 70 phút, và huyền phù này được làm nguội xuống 70°C. Độ pH được điều chỉnh tới 4,9 bằng 0,166g H₂SO₄ đậm đặc. 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol (4,32g) và 5,15g axit metansulfonic 70% được bổ sung. Dung dịch gồm 2,60g NaNO₂ trong 21,6g nước được bổ sung trong khoảng thời gian

10 phút. Việc trộn được tiếp tục trong 65 phút ở 70°C. Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được điều chỉnh tới độ pH bằng 7,6 bằng dung dịch NaOH. Sản phẩm được thu gom bằng cách lọc, được rửa bằng 2L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C. Sản phẩm này có 1,38% khối lượng S. Một mẫu sản phẩm muối than đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol có 0,87% khối lượng S, so với 0,65% khối lượng S đối với muối than không được xử lý. Mẫu này có các triazol đã được gắn và được hấp phụ như vậy.

Ví dụ 7

Tạo ra sản phẩm muối than

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muối than theo sáng chế. Muối than có chỉ số iod là 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. Dung dịch gồm 1,30g NaNO₂ trong 12,0g nước được bổ sung trong khoảng thời gian 6 phút vào hỗn hợp có khuấy gồm 150g muối than, 1300g nước, 2,16g 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol và 2,58g axit metansulfonic 70% ở 70°C. Việc trộn được tiếp tục trong 1 giờ ở 70°C. Axit sulfanilic (6,49g) được bổ sung, và sau đó, dung dịch gồm 2,59g NaNO₂ trong 22,3g nước được bổ sung trên 5 phút. Việc trộn được tiếp tục trong 1 giờ ở 70°C. Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được điều chỉnh tới độ pH bằng 7,5 bằng dung dịch NaOH trong nước. Sản phẩm được thu gom và được rửa bằng metanol bằng cách sử dụng bộ lọc nén áp Milipore có màng lọc cỡ 0,45micromét. Thê phân tán thu được được làm khô ở 70°C. Một mẫu sản phẩm muối than đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol có 1,37% khối lượng S và 0,58% khối lượng N, so với 0,65% khối lượng S và 0,34% khối lượng N đối với muối than không được xử lý.

Ví dụ 8

Tạo ra sản phẩm muối than

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muối than theo sáng chế. Muối than có chỉ số iod là 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. Dung dịch gồm 2,62g NaNO₂ trong 21,8g nước được bổ sung trong khoảng thời gian 15 phút vào hỗn hợp có khuấy gồm 150g muối than, 1301g nước, 4,31g 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol và 5,15g axit metansulfonic 70% ở 70°C. Việc trộn được tiếp tục trong 65 phút ở 70°C. Axit

sulfanilic (6,49g) được bổ sung, và sau đó, dung dịch gồm 2,59g NaNO_2 trong 23,1g nước được bổ sung trong khoảng 10 phút. Việc trộn được tiếp tục trong 1 giờ ở 70°C . Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được điều chỉnh tới độ pH bằng 7,5 bằng dung dịch NaOH trong nước. Sản phẩm được thu gom, được rửa bằng 50/50 nước/metanol và sau đó được rửa bằng metanol bằng cách sử dụng bộ lọc nén áp Milipore có màng lọc cỡ 0,45micromét. Thử phân tán thu được được làm khô ở 70°C . Một mẫu sản phẩm muối than đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol có 1,31% khối lượng S và 0,64% khối lượng N, so với 0,65% khối lượng S và 0,34% khối lượng N đối với muối than không được xử lý.

Ví dụ 9

Tạo ra sản phẩm muối than

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muối than theo sáng chế. Muối than có chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. Dung dịch gồm 2,60g NaNO_2 trong 22,4g nước được bổ sung trong khoảng thời gian 10 phút vào hỗn hợp có khuấy gồm 150g muối than, 1301g nước, 4,31g 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol và 5,16g axit metansulfonic 70% ở 70°C . Việc trộn được tiếp tục trong 1 giờ ở 70°C . Axit sulfanilic (3,24g) được bổ sung, và sau đó, dung dịch của 1,32g NaNO_2 trong 11,7g nước được bổ sung trên 4 phút. Việc trộn được tiếp tục trong 1 giờ ở 70°C . Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và trung hòa bằng dung dịch NaOH trong nước. Sản phẩm được thu gom và được rửa bằng metanol bằng cách sử dụng bộ lọc nén áp Milipore có màng lọc cỡ 0,45micromét. Thử phân tán thu được được làm khô trong chân không ở 70°C . Một mẫu sản phẩm muối than đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol có 1,24% khối lượng S và 0,62% khối lượng N, so với 0,65% khối lượng S và 0,34% khối lượng N đối với muối than không được xử lý.

Ví dụ 10

Tạo ra sản phẩm muối than đã được xử lý bằng silic

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muối than đã được xử lý bằng silic theo sáng chế. Muối than đã được xử lý bằng silic có chỉ số iot bằng 113, STSA bằng 128 m²/g, DBPA bằng 107mL/100g, và hàm lượng silic là 2,64% khối lượng được sử dụng. Dung dịch gồm 2,60g NaNO_2 trong 22,4g nước được bổ sung trong khoảng thời

gian 10 phút vào hỗn hợp có khuấy gồm 150g muối than đã được xử lý bằng silic, 1305g nước, 4,32g 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol, và 5,16g axit metansulfonic 70% ở 70°C. Việc trộn được tiếp tục trong 65 phút ở 70°C. Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được điều chỉnh tới độ pH bằng 7,5 bằng dung dịch NaOH. Sản phẩm được thu gom bằng cách lọc, được rửa bằng 2L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C. Sản phẩm này có 1,04% khối lượng S. Một mẫu sản phẩm muối than đã được xử lý bằng silic đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol có 0,54% khối lượng S, so với 0,35% khối lượng S đối với muối than không được xử lý. Mẫu này có các triazol đã được gắn và được hấp phụ như vậy.

Ví dụ 11

Tạo ra sản phẩm muối than đã được xử lý bằng silic

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muối than đã được xử lý bằng silic theo sáng chế. Huyền phù chứa 1300g nước, 150g muối than đã được xử lý bằng silic và 100g dung dịch natri hypoclorit Clorox được trộn và được đun nóng lên 90°C. Muối than đã được xử lý bằng silic có chỉ số iot bằng 113, STSA bằng 128 m²/g, DBPA bằng 107mL/100g, và hàm lượng silic là 2,64% khối lượng được sử dụng. Việc trộn được tiếp tục trong 65 phút, và huyền phù này được làm nguội xuống 70°C. Độ pH được điều chỉnh tới 5,1 bằng 0,042g H₂SO₄ đậm đặc. 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol (4,32g), và 5,17g axit metansulfonic 70% được bổ sung. Dung dịch gồm 2,62g NaNO₂ trong 22,1g nước được bổ sung trong khoảng thời gian 10 phút. Việc trộn được tiếp tục trong 1 giờ ở 70°C. Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được điều chỉnh tới độ pH bằng 7,6 bằng dung dịch NaOH. Sản phẩm được thu gom bằng cách lọc, được rửa bằng 2,5L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C. Sản phẩm này có 1,00% khối lượng S. Một mẫu sản phẩm muối than đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol có 0,54% khối lượng S, so với 0,35% khối lượng S đối với muối than không được xử lý. Mẫu này có các triazol đã được gắn và được hấp phụ như vậy.

Ví dụ 12

Tạo ra sản phẩm muối than

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muối than theo sáng chế. Muối than có chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. Dung dịch gồm 2,60g

NaNO_2 trong 22,5g nước được bổ sung trong khoảng thời gian 10 phút vào hỗn hợp có khuấy gồm 150g muối than, 1300g nước, 4,33g 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol và 5,14g axit metansulfonic 70% ở 70°C. Việc trộn được tiếp tục trong 1 giờ ở 70°C. Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được điều chỉnh tới độ pH bằng 7,5 bằng dung dịch NaOH. Sản phẩm được thu gom bằng cách lọc và được rửa bằng 2,5L nước. Sản phẩm này được kết hợp cùng với hai mẻ bổ sung được tạo ra gần như theo cùng cách. Một phần của hỗn hợp này được làm khô trong chân không ở 70°C và được sử dụng cho Ví dụ 26. Sản phẩm này có 1,49% khối lượng S. Một mẫu sản phẩm muối than đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol có 0,88% khối lượng S, so với 0,65% khối lượng S đối với muối than không được xử lý. Mẫu này có các triazol đã được gắn và được hấp phụ như vậy.

Ví dụ 13

Tạo ra sản phẩm muối than

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muối than theo sáng chế. Muối than có chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. Dung dịch gồm 3,91g NaNO_2 trong 35,0g nước được bổ sung trong khoảng thời gian 5 phút vào hỗn hợp có khuấy gồm 150g muối than, 1299g nước, 4,31g 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol và 7,71g axit metansulfonic 70% ở 70°C. Việc trộn được tiếp tục trong 1 giờ ở 70°C. Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được điều chỉnh tới độ pH bằng 7,5 bằng dung dịch NaOH. Sản phẩm được thu gom bằng cách lọc, được rửa bằng 2,5L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C. Sản phẩm này có 1,45% khối lượng S. Một mẫu sản phẩm muối than đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol có 1,03% khối lượng S, so với 0,65% khối lượng S đối với muối than không được xử lý. Mẫu này có các triazol đã được gắn và được hấp phụ như vậy.

Ví dụ 14

Tạo ra sản phẩm muối than

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muối than theo sáng chế. Muối than có chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. Dung dịch gồm 5,21g NaNO_2 trong 46,8g nước được bổ sung trong khoảng thời gian 10 phút vào hỗn hợp có khuấy gồm 150g muối than, 1300g nước, 4,32g 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol và 10,3g axit metansulfonic 70% ở 70°C. Việc trộn được tiếp tục trong 1 giờ ở 70°C. Hỗn hợp

này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được điều chỉnh tới độ pH bằng 7,6 bằng dung dịch NaOH. Sản phẩm được thu gom bằng cách lọc, được rửa bằng 2,5L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C. Sản phẩm này có 1,38% khối lượng S. Một mẫu sản phẩm muối than đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol có 1,30% khối lượng S, so với 0,65% khối lượng S đối với muối than không được xử lý. Mẫu này có các triazol đã được gắn và được hấp phụ như vậy.

Ví dụ đối chứng A

Vật liệu là muối than có chỉ số iot bằng 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng trong các Ví dụ 1-9.

Mẫu trung gian X

Máy trộn Process All 4HV (4L) được nạp 600g muối than có chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g. Vật liệu được trộn trong 10 phút và được đun nóng lên 55-75°C. Dung dịch hydro peroxit trong nước (30%, 675g) được bổ sung trên 20 phút. Việc trộn được tiếp tục trong 30 phút nữa ở 75°C. Sản phẩm được làm khô qua đêm trong không khí ở 130C.

Ví dụ đối chứng B

Phần 150g của Mẫu trung gian X được trộn với 1300g nước. Độ pH được điều chỉnh tới 7,7 bằng dung dịch NaOH trong nước, được lọc và được làm khô trong chân không ở 70°C.

Ví dụ đối chứng C

Huyền phù chứa 1302g nước, 150g muối than và 100g dung dịch natri hypoclorit Clorox được trộn và được đun nóng lên 90°C. Muối than có chỉ số iot bằng 119 và DBPA là 125mL/100g. Việc trộn được tiếp tục trong 1 giờ, và huyền phù này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng. Độ pH được điều chỉnh tới 7,5 bằng dung dịch nước NaOH. Sản phẩm được thu gom bằng cách lọc, được rửa bằng 2,5L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C.

Ví dụ đối chứng D

Dung dịch của 2,62g NaNO_2 trong 22,3g nước được bổ sung trong khoảng thời

gian 10 phút vào hỗn hợp có khuấy gồm 150g muối than, 1300g nước và 6,49g axit sulfanilic ở 70°C. Muối than có chỉ số iod là 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. Việc trộn được tiếp tục trong 1 giờ ở 70°C. Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được điều chỉnh tới độ pH bằng 7,4 bằng dung dịch NaOH trong nước. Sản phẩm này được tiến hành thẩm lọc cho đến khi độ dẫn của dòng ra bằng 350 μ S/cm. Thể phân tán thu được được làm khô trong chân không ở 70°C. Một mẫu sản phẩm muối than đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol có 1,00% khối lượng S, so với 0,65% khối lượng S của muối than không được xử lý.

Ví dụ đối chứng E

Nguyên liệu là muối than đã được xử lý bằng silic có chỉ số iod bằng 113, STSA bằng 128 m²/g, DBPA bằng 107mL/100g, và hàm lượng silic là 2,64% khối lượng.

Ví dụ đối chứng F

Huyền phù chứa 1300g nước, 150g muối than đã được xử lý bằng silic và 100g dung dịch natri hypoclorit Clorox được trộn và được đun nóng lên 90°C. Muối than đã được xử lý bằng silic có chỉ số iod bằng 113, STSA bằng 128m²/g, DBPA bằng 107mL/100g, và hàm lượng silic là 2,64% khối lượng được sử dụng. Việc trộn được tiếp tục trong 1 giờ, và huyền phù này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng. Độ pH được điều chỉnh tới 7,5 bằng dung dịch nước NaOH. Sản phẩm được thu gom bằng cách lọc, được rửa bằng 2L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C.

Ví dụ đối chứng G

Huyền phù chứa 901g metanol, 150g muối than, và 4,32g 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol được trộn trong 10 phút. Muối than có chỉ số iod là 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. Dung môi được loại bỏ bằng thiết bị bốc hơi kiểu quay và sản phẩm được làm khô trong chân không ở 70°C.

Các đặc tính tính năng của các chế phẩm đàn hồi

Các hỗn hợp của các chế phẩm đàn hồi được tạo ra bằng cách sử dụng muối than hoặc sản phẩm muối than được tạo ra theo các ví dụ nêu trên được thể hiện trong các Bảng A và B ở dưới. Trong tất cả các ví dụ, trừ khi có quy định khác được chỉ ra cụ thể, các trị số đều thể hiện theo phần khối lượng.

Các chế phẩm đàn hồi được sử dụng ở đây được tạo ra bằng cách trộn polyme

DuradeneTM 739 với các muội than hoặc các sản phẩm muội than. Polyme DuradeneTM 739 (Firestone Polymers, Akron OH) là copolyme styren-butadien được trùng hợp trong dung dịch có 20% styren và 60% vinyl butadien. Các thành phần được sử dụng trong chế phẩm đàn hồi được trộn theo quá trình trộn hai giai đoạn trong máy trộn Brabender Plasti-corder EPL-V, giai đầu tiên ở tốc độ rôto 60 vòng/phút và nhiệt độ khởi đầu 80°C, tiếp đó bổ sung các chất lưu hóa (lưu huỳnh ASTM QA được mua từ hãng Valasske Mezirici, Czech Republic; Santocure CBS và Perkacit MBT được mua từ hãng Solutia, Incorporated St. Louis, Missouri) ở giai đoạn thứ hai với tốc độ rôto 50 vòng/phút và nhiệt độ khởi đầu 50°C. Các hợp phần trong giai đoạn thứ nhất được trộn trong tổng thời gian 5 phút trước khi đi qua máy nghiền hờ ba lần. Hợp chất đã được nghiền từ giai đoạn trộn thứ nhất được giữ ở nhiệt độ trong phòng trong ít nhất 2 giờ trước khi trộn giai đoạn thứ hai. Sau đó, các chất lưu hóa được trộn trong giai đoạn thứ hai trong 2 phút.

Bảng A

Ví dụ	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28
Duradene 739	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Ví dụ sản phẩm cacbon 1	50													
Ví dụ sản phẩm cacbon 2		50												
Ví dụ sản phẩm cacbon 3			50											
Ví dụ sản phẩm cacbon 4				50										
Ví dụ sản phẩm cacbon 5					50									
Ví dụ sản phẩm cacbon 6						50								
Ví dụ sản phẩm cacbon 7							50							
Ví dụ sản phẩm cacbon 8								50						
Ví dụ sản phẩm cacbon 9									50					
Ví dụ sản phẩm cacbon 10										50				
Ví dụ sản phẩm cacbon 11											50			

Ví dụ sản phẩm cacbon 12	50													
Ví dụ sản phẩm cacbon 13	50													
Ví dụ sản phẩm cacbon 14	50													
Kẽm oxit (ASTM) QA	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
Axit stearic (ASTM) QA	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Santoflex 6PPD	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Lưu huỳnh (ASTM) QA	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7
Santocure CBS	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
Perkacit MBT	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Tổng cộng	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15
	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9

Bảng B

Ví dụ	29	30	31	32	33	34	35	36
Duradene 739	100	100	100	100	100	100	100	100
Ví dụ cacbon so sánh A	50							50
Ví dụ cacbon so sánh B		50						
Ví dụ cacbon so sánh C			50					
Ví dụ cacbon so sánh D				50				
Ví dụ cacbon so sánh E					51			
Ví dụ cacbon so sánh F						51		
Ví dụ cacbon so sánh G							50	
3-amino, 12,4-triazol, 5-thiol								1,45
Bis(trietoxysilylpropyl)polysulfua					2	2		
Kẽm oxit (ASTM) QA	3	3	3	3	3	3	3	3
Axit stearic (ASTM) QA	2	2	2	2	2	2	2	2
Santoflex 6PPD	1	1	1	1	1	1	1	1
Lưu huỳnh (ASTM) QA	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75
Santocure CBS	1,25	1,25	1,25	1,25	1,25	1,25	1,25	1,25
Perkacit MBT	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Tổng cộng	159	159	159	159	159	159	159	159

Được thể hiện trong Bảng I là các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% và 21% slip đối với các chế phẩm đàn

hồi gồm các sản phẩm muối than (các Ví dụ 15 và 16 theo sáng chế) so với muối than không được xử lý (Ví dụ 29).

Bảng I

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
29	100	100	100
15	78	188	140
16	92	218	160

Cả hai mẫu chứa muối than cải biến (các Ví dụ 15 và 16) đều biểu hiện các trị số góc tổn hao tương đối được cải thiện (thấp) và các hệ số mài mòn tương đối cao. Như đã bàn luận ở trên, các trị số góc tổn hao tương đối thấp là có thể được mong muốn, do chúng phản ánh sự tích nhiệt thấp trong chế phẩm đàn hồi khi bị biến dạng tuần hoàn. Hệ số mài mòn tương đối cao cũng có thể được mong muốn và phản ánh độ bền mài mòn được cải thiện.

Trái ngược với các kết quả thu được khi sử dụng các muối diazo của ATT, dữ liệu trong Bảng II liên quan tới tính năng của các chế phẩm đàn hồi sử dụng sản phẩm muối than được cải biến bằng cách sử dụng các muối diazo đã nêu trên, các tác nhân chứa phenyl: 4,4-aminophenyldisulfua (APDS), hoặc 4-aminothiophenol (ATP). Bảng II cũng thể hiện dữ liệu tính năng đối với cacbon không được xử lý.

Bảng II

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
29	100	100	100
17	78	65	86
18	85	70	87

Việc kiểm tra các dữ liệu được thể hiện trong Bảng I và trong bảng II chứng tỏ sự cải thiện đáng kể về độ bền mài mòn đối với sản phẩm muối than có nguồn gốc từ muối diazo của ATT khi được so sánh với tính năng của các vật liệu có nguồn gốc từ các tác nhân xử lý đã biết trước đây, trong khi vẫn duy trì các cải thiện tương tự về góc

tổn hao. Điều này được tin là do việc gắn và hấp phụ của các nhóm triazol vào chất độn.

Vài thử nghiệm được tiến hành để nghiên cứu tính năng của các chế phẩm đàn hồi chứa sản phẩm muối than được tạo ra bằng cách sử dụng ATT kết hợp với các xử lý khác.

Bảng III, ví dụ, thể hiện dữ liệu so sánh cho muối than đã được oxy hóa trước bằng hydro peroxit có hoặc không sự cải biến bằng ATT.

Bảng III

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
30	100	100	100
19	84	116	131

Bảng IV thể hiện dữ liệu so sánh cho muối than đã được oxy hóa trước bằng natri hypochlorua, có hoặc không có sự cải biến bằng ATT.

Bảng IV

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
31	100	100	100
20	72	76	71

Các kết quả cho các chế phẩm đàn hồi được điều chế nhờ bằng cách sử dụng muối than được xử lý bằng muối diazo của axit sulfanilic, có hoặc không có ATT được thể hiện trong Bảng V.

Bảng V

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
32	100	100	100
21	90	98	100
22	86	106	107
23	79	128	127

Dữ liệu cho các chế phẩm đàn hồi sử dụng nguyên liệu là chất độn chứa silic hai pha (tức là, muội than đã được xử lý bằng silic) hoặc chất độn chứa silic đã được oxy hóa trước, được thể hiện lần lượt trong các Bảng VI-A và VI-B.

Bảng VI-A

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
33	100	100	100
24	88	103	109

Bảng VI-A

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
34	100	100	100
25	78	228	193

Trong tất cả các trường hợp, các sản phẩm cacbon làm từ muối diazo của ATT có các trị số góc tổn hao thấp hơn so với các mẫu đối chứng. Trong một số trường hợp, sự cải thiện về tính chống mòn từ vừa phải tới tốt cũng đã được chỉ ra.

Các thử nghiệm cũng được thực hiện để so sánh các chế phẩm đàn hồi sử dụng sản phẩm muội than có nhóm triazol được gắn được tạo ra bằng cách sử dụng các muối diazo của ATT với chế phẩm đàn hồi trong đó ATT mặc dù không được gắn nhưng lại được trộn vật lý với muội than trong quá trình hóa hợp với cao su, như được mô tả trong patent Mỹ số 6,014,998. Bảng VII thể hiện dữ liệu tính năng thu được bằng cách sử dụng các sản phẩm muội than được tạo ra theo các Ví dụ 12, 13 và 14 cũng như các muội than từ các Ví dụ đối chứng A và G.

Việc kiểm tra các kết quả được thể hiện trong Bảng VII cho thấy điều rõ ràng là việc gắn vào bề mặt muội than theo các phương án được mô tả ở đây (ví dụ, các Ví dụ 26, 27 và 28) cải thiện một cách đặc biệt sự phân bố các tính năng được mong muốn. Hơn thế nữa, các ví dụ này cho thấy rằng mức độ gắn là một thông số quan trọng mà nó có thể được thay đổi để đạt được tính năng tối ưu trong hợp thể đàn hồi. Các hợp chất được điều chế từ muội than có ATT được hấp phụ vật lý (Ví dụ 35) thể hiện sự

cải thiện về độ bền mài mòn. Các kết quả từ muối than không được xử lý bằng việc bổ sung ATT trong quá trình hóa hợp (Ví dụ 36) là kém hơn so với các kết quả từ các sản phẩm muối than theo sáng chế.

Bảng VII

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
29	100	100	100
26	94	168	145
27	65	185	160
28	72	185	157
35	98	114	109
36	99	90	94

Ví dụ 37

Điều chế 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl disulfua

Axit axetic băng (2,60g) được bổ sung vào 4,89g của dung dịch hydro peroxit 15% trong nước. Dung dịch thu được được bổ sung trên 20 phút vào dung dịch được điều chế từ 5,01g 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol, 65,2g nước và 4,33g NaOH 40%. Hỗn hợp phản ứng này được giữ trong khoảng 18°C-22°C bằng cách sử dụng bể đá trong quá trình bổ sung. Sau khi khuấy trong 75 phút, sản phẩm được lọc, được rửa bằng nước và sau đó được làm khô trong chân không ở 70°C.

Ví dụ 38

Điều chế muối 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl disulfua sulfat

H₂SO₄ đậm đặc được bổ sung vào hỗn hợp có khuấy gồm 180,0g 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol và 2958g nước. Dung dịch hydro peroxit 30% (87,8g) được bổ sung và việc khuấy được tiếp tục qua đêm. Dải thử nghiệm peroxit đã cho thấy rằng toàn bộ peroxit đã được tiêu thụ. Sản phẩm là dung dịch của 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl disulfua hydro sulfat.

Ví dụ 39

Điều chế 1,2,4-triazol-3-yl disulfua

Axit axetic băng (7,89g) được bổ sung vào 18,7g dung dịch hydro peroxit 15% trong nước. Dung dịch thu được được bổ sung chậm vào dung dịch được điều chế từ 16,5g 1,2,4-triazol-3-thiol, 160g nước và 16,3g NaOH 40%. Nhiệt độ phản ứng được làm giảm nhẹ bằng việc sử dụng bể đá trong khi bổ sung. Sau khi khuấy qua đêm ở nhiệt độ trong phòng, sản phẩm được lọc, được rửa bằng nước và sau đó được làm khô trong chân không ở 70°C.

Các ví dụ từ 40 tới 45

Tạo ra các chất độn cải biến

Các ví dụ này minh họa việc tạo ra chất độn cải biến bằng nhóm được hấp phụ theo sáng chế. Muội than có chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. Hợp chất được liệt kê được hòa tan trong khoảng 1L dung môi và được trộn với 150g muội than trong khoảng 15 phút. Dung môi sau đó được loại bỏ bằng thiết bị bốc hơi kiểu quay và được làm khô trong chân không ở 70°C. Các phần của một số mẫu được tiến hành quá trình chiết Soxhlet qua đêm bằng metanol, và được phân tích đối với lưu huỳnh để xác nhận quá trình hấp phụ. Việc phân tích S thu được cho thấy rằng các hợp chất được hấp phụ gần như được loại bỏ hoàn toàn, nhờ vậy xác nhận quá trình hấp phụ và không có sự gán.

Ví dụ	Hợp chất	Lượng, g	Dung môi
40	3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol	4,33	Metanol
41	3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol	4,31	Metanol
42	3-amino-1,2,4-triazol-5-yl đisulfua	4,32	Metanol
43	3-amino-1,2,4-triazol-5-yl đisulfua	4,33	Metanol
44	1,2,4-triazol-3-thiol	3,78	Metanol
45	1,2,4-triazol-3-yl đisulfua	3,76	Metanol

Ví dụ 46

Tạo ra chất độn cải biến

Hỗn hợp gồm 5,00g 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl đisulfua, 0,70g lưu huỳnh và 5,34g N-metyl pyrrolidon được gia nhiệt tới 100°C cùng với khuấy. Một phần chất liệu được đập vỡ bằng dao bay khi mẫu được gia nhiệt. Toàn bộ lưu huỳnh đã phản ứng sau khi gia nhiệt ở 100°C trong 1 giờ. Mẫu được làm nguội và chất liệu rắn thu được

được rửa bằng 5g nước và được làm khô. Phép phân tích HPLC/MS cho thấy rằng sản phẩm, 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl trisulfua, còn chứa 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl disulfua và 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol. Sản phẩm (8,67g và 52% chất liệu không dễ bay hơi) được hòa tan trong dimethylformamit nóng và được trộn cùng với 137g muối than có chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g. Sau khi khuấy trong khoảng 15 phút, hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được lọc. Các chất rắn được rửa ba lần bằng 1L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C. Các nhóm được hấp phụ được xác nhận là có trên chất độn.

Ví dụ 47

Tạo ra chất độn cải biến

4-amino-3-hydrazino-1,2,4-triazol-5-thiol (5,48g) được hòa tan trong dung dịch gồm 1L nước và 3,0g NaOH. Muối than (150g) có chỉ số iot bằng 119 và DBPA là 125mL/100g được bổ sung, và hỗn hợp này được khuấy. Độ pH được giảm xuống 7,2 sau khi bổ sung 7,2g axit sulfuric đặc. Hỗn hợp này được lọc, được rửa bằng khoảng 3,5L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C. Các nhóm được hấp phụ được xác nhận là có trên chất độn.

Ví dụ 48

Tạo ra chất độn cải biến

Ví dụ này minh họa việc tạo ra chất độn cải biến theo sáng chế, có hàm lượng PAH 22 bằng 25ppm so với hàm lượng PAH 22 bằng 710ppm của muối than tham chiếu. Muối than có chỉ số iot bằng 137 và DBPA là 120mL/100g. Hỗn hợp gồm 150g muối than, 4,32g 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl disulfua và 1L metanol được khuấy trong 15 phút. Metanol được loại bỏ trong thiết bị bốc hơi kiểu quay, và sản phẩm được làm khô trong chân không ở 70°C. Các nhóm được hấp phụ được xác nhận là có trên chất độn.

Ví dụ 49

Tạo ra chất độn cải biến

Máy trộn Ross loại 20L được nạp 11,26 kg nước và 3,00kg muối than và 1543g dung dịch 0,243mmol/g của muối 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl disulfua sulfat. Muối than có chỉ số iot bằng 119 và DBPA là 125mL/100g. Sau khi gia nhiệt lên 70°C, 259g

dung dịch 20% của NaNO_2 trong nước được bổ sung trên 10 phút. Hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ 70°C trong 1 giờ, và được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng. Dung dịch nước 40% NaOH (37,6g) được bổ sung và hỗn hợp này được khuấy trong 5 phút nữa. Hỗn hợp này được lọc, và sản phẩm được rửa bằng nước cho đến khi độ dẫn bằng khoảng $5000\mu\text{S}/\text{cm}$. Sản phẩm được làm khô ở 100°C . Sản phẩm này có 1,35% khối lượng S. Một mẫu của sản phẩm muối than cải biến đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol qua đêm có 1,04% khối lượng S, so với 0,75% khối lượng S của muối than không được xử lý. Mẫu này có các triazol đã được gắn và được hấp phụ như vậy.

Ví dụ 50

Tạo ra chất độn cải biến

Sản phẩm muối than cải biến này được tạo ra về cơ bản là giống như phương pháp ở Ví dụ 49.

Ví dụ 51

Tạo ra chất độn cải biến

Ví dụ này minh họa việc tạo ra chất độn cải biến theo sáng chế. Máy tạo viên kiểu từng mẻ có buồng trộn có đường kính 8" (20,32cm) và chiều dài 8" (20,32cm) được gia nhiệt tới 50°C và được nạp 224g muối than lỏng tự có chỉ số iot bằng 149 và DBPA là 125mL/100g. Nước (17g) và 132g dung dịch 0,235mmol/g của muối 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl đisulfua sulfat được bổ sung và hỗn hợp này được trộn ở 500 vòng/phút trong 1 phút. Dung dịch 4,21% khối lượng của NaNO_2 (107g) được phun và việc xử lý được tiếp tục trong 5 phút nữa. Sản phẩm được làm khô trong lò ở 100°C . Một mẫu của sản phẩm muối than cải biến đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol qua đêm có 0,79% khối lượng S, so với 0,47% khối lượng S của muối than không được xử lý. Mẫu này có các triazol đã được gắn và được hấp phụ.

Ví dụ 52

Tạo ra chất độn cải biến

Ví dụ này minh họa việc tạo ra chất độn cải biến theo sáng chế. Muối than có chỉ số iot là 70 và DBPA là 118mL/100g được sử dụng. Dung dịch gồm 1,56g NaNO_2 trong 13,2g nước được bổ sung trong khoảng thời gian khoảng 5 phút vào hỗn hợp có

khuấy gồm 150g muối than, 1300g nước và 47,5g dung dịch 0,241mmol/g của muối 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl đisulfua sulfat ở 70°C. Việc trộn được tiếp tục trong 65 phút ở 70°C. Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được điều chỉnh tới độ pH bằng 7,4 bằng 1,28g dung dịch nước 40% NaOH. Sản phẩm được thu gom bằng cách lọc, được rửa bằng 2L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C. Sản phẩm muối than (120,0g) được tạo huyền phù trong 663g metanol, và 3,4g 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl đisulfua được bổ sung. Sau khi khuấy trong 15 phút, metanol được loại bỏ trong thiết bị bốc hơi kiểu quay, và sản phẩm được làm khô trong chân không ở 70°C. Một mẫu của sản phẩm muối than cải biến đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol qua đêm có 1,41% khối lượng S, so với 1,31% khối lượng S của muối than không được xử lý. Mẫu này có các triazol đã được gắn và được hấp phụ như vậy.

Ví dụ 53

Tạo ra chất độn cải biến

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muối than cải biến theo sáng chế. Nó có hàm lượng PAH 22 bằng 25ppm được so sánh với hàm lượng PAH 22 bằng 710ppm của muối than tham chiếu. Muối than có chỉ số iot bằng 137 và COAN bằng 120mL/100g. Dung dịch gồm 2,60g NaNO₂ trong 24,7g nước được bổ sung trong khoảng thời gian 6 phút vào hỗn hợp có khuấy gồm 150g muối than, 1300g nước, 4,31g 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl đisulfua và 5,14g axit metansulfonic 70% ở 70°C. Việc trộn được tiếp tục trong 66 phút ở 70°C. Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng. Sản phẩm được thu gom bằng cách lọc, được rửa bằng 2,5L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C. Một mẫu của sản phẩm muối than cải biến đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol qua đêm có 0,77% khối lượng S, so với 0,48% khối lượng S của muối than không được xử lý. Mẫu này có các triazol đã được gắn và được hấp phụ.

Ví dụ 54

Tạo ra sản phẩm muối than

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muối than cải biến theo sáng chế. Huyền phù chứa 1302g nước, 150g muối than và 100g dung dịch natri hypoclorit

Clorox được trộn và được đun nóng lên 90°C. Muội than có chỉ số iod bằng 119 và DBPA là 125mL/100g. Việc trộn được tiếp tục trong 60 phút, và huyền phù này được làm nguội xuống 70°C. Sản phẩm được thu gom bằng cách lọc, được rửa bằng 2,5L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C. 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl disulfua (3,44g) được hòa tan trong khoảng 0,8L dung môi và được trộn với 120g muội than trong khoảng 15 phút. Dung môi sau đó được loại bỏ bằng thiết bị bốc hơi kiểu quay và được làm khô trong chân không ở 70°C. Các phần của mẫu được tiến hành quá trình chiết Soxhlet qua đêm bằng metanol, và được phân tích đối với lưu huỳnh. Phép phân tích S thu được cho thấy rằng hợp chất này được loại bỏ gần như hoàn toàn, và do vậy triazol được hấp phụ trên chất độn.

Ví dụ 55

Tạo ra sản phẩm muội than cải biến đã xử lý bằng silic

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muội than cải biến đã xử lý bằng silic theo sáng chế. Muội than đã được xử lý bằng silic có chỉ số iod bằng 64, STSA bằng 120m²/g, DBPA bằng 157mL/100g, và hàm lượng silic là 10% khối lượng được sử dụng. Muội than đã được xử lý bằng silic (150g) được khuấy trong 15 phút cùng với dung dịch gồm 4,31g 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl disulfua trong khoảng 1L metanol. Dung môi được loại bỏ trong thiết bị bốc hơi kiểu quay, và sản phẩm được làm khô trong chân không ở 70°C. Các nhóm được hấp phụ trên chất độn được xác nhận.

Ví dụ 56

Tạo ra sản phẩm silic oxit đã cải biến

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm silic oxit đã cải biến theo sáng chế. Silic oxit Zeosil 1165 (sản phẩm của Rhodia) được khuấy trong 15 phút cùng với dung dịch gồm 7,93g 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl disulfua trong khoảng 1L metanol. Dung môi được loại bỏ trong thiết bị bốc hơi kiểu quay, và sản phẩm được làm khô trong chân không ở 70°C. Các nhóm được hấp phụ được xác nhận là có trên chất độn.

Các ví dụ từ 57 tới 66

Tạo ra các chất độn cải biến

Trong các ví dụ này, muội than có chỉ số iod bằng 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. Dung dịch 10% khối lượng của NaNO₂ trong nước được bổ sung trong

khoảng thời gian khoảng 5 phút vào hỗn hợp có khuấy gồm 300g muối than, 2600g nước, hợp chất được chỉ định và axit metansulfonic 70% ở 70°C. Việc trộn được tiếp tục trong khoảng 1 giờ ở 70°C. Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng. Như được chỉ định trong bảng ở dưới, một số sản phẩm được tinh chế bằng cách lọc, tiếp đó rửa bằng nước (A) hoặc rửa bằng nước tiếp theo bằng etanol và sau đó bằng nước (B). Một số sản phẩm được tinh chế bằng cách quay ly tâm cùng với hai hoặc ba lần trao đổi với nước (C) hoặc nước tiếp theo là etanol và sau đó là nước (D). Các sản phẩm được làm khô trong chân không ở 70°C. Các sản phẩm này có các nhóm hữu cơ được gắn.

Ví dụ	Hợp chất	Khối lượng của hợp chất, g	Khối lượng của $\text{CH}_3\text{SO}_3\text{H}$ 70%, g	Khối lượng của NaNO_2 , g	Tinh chế
57	3-amino-1,2,4-triazol	6,31	10,3	5,17	Thiết bị lọc (A)
58	3-amino-1,2,4-triazol	12,6	20,6	10,34	Máy ly tâm (C)
59	3-amino-1,2,4-triazol	18,9	139,7	15,5	Máy ly tâm (C)
60	4-4'-aminophenylđisulfua	9,31	10,3	5,18	Thiết bị lọc (B)
61	4-(trnêulometyl)anilin	12,1	10,3	5,16	Thiết bị lọc (B)
62	4-aminobenzamit	10,2	10,3	5,17	Máy ly tâm (C)
63	4-pentylanilin	12,2	10,3	5,17	Thiết bị lọc (B)
64	4-pentylanilin	24,4	20,6	10,4	Thiết bị lọc (B)
65	4-pentylanilin	36,7	30,9	15,5	Thiết bị lọc (B)
66	4-aminoaxit benzoic	10,3	20,6	5,18	Máy ly tâm (D)

Các ví dụ từ 67 tới 76

Tạo ra các chất độn cải biến

Trong các ví dụ này theo sáng chế, 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl đisulfua được hấp phụ trên các sản phẩm muối than có các nhóm được gắn từ các Ví dụ từ 57 tới 66. Trong mỗi trường hợp, sản phẩm muối than được khuấy cùng với dung dịch gồm 4,3g 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl đisulfua trong 1L etanol trong 15 phút. Etanol được loại bỏ trong thiết bị bốc hơi kiểu quay, và sản phẩm được làm khô trong chân không ở 70°C.

Ví dụ	Sản phẩm cacbon có các nhóm hữu cơ được gắn từ các Ví dụ được liệt kê
67	57
68	58
69	59
70	60
71	61
72	62
73	63
74	64
75	65
76	66

Ví dụ 77

Tạo ra chất độn cải biến

Ví dụ này minh họa việc tạo ra chất độn cải biến theo sáng chế. Muội than có chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. Dung dịch gồm 3,88g NaNO_2 trong 35,3g nước được bổ sung trong khoảng thời gian khoảng 10 phút vào hỗn hợp có khuấy gồm 150g muội than, 1300g nước, 6,86g 4-aminobenzylamin và 17,05g axit metansulfonic 70% ở 70°C. Việc trộn được tiếp tục trong 60 phút ở 70°C. Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được điều chỉnh tới độ pH bằng 8,4 bằng 5,44g dung dịch nước 40% NaOH. Sản phẩm được thu gom bằng cách lọc, được rửa bằng 2,5L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C. Sản phẩm muội than (120,1g) được tạo huyền phù trong 660g metanol, và 3,47g 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl disulfua được bổ sung. Sau khi khuấy trong 15 phút, metanol được loại bỏ trong thiết bị bốc hơi kiểu quay, và sản phẩm được làm khô trong chân không ở 70°C. Các nhóm được hấp phụ được xác nhận là có trên chất độn.

Ví dụ 78

Điều chế benzoimidazol-2-yl disulfua

Dung dịch được điều chế từ 10,0g 2-mercaptobenzoimidazol, 88g etanol và 6,68g dung dịch nước 40% NaOH được trộn với dung dịch gồm 8,54g iot trong 79g etanol. Hỗn hợp thu được được lọc, và sản phẩm đã thu gom được rửa bằng etanol và

được làm khô trong chân không ở 70°C.

Ví dụ 79

Điều chế 2-amino-1,3,4-thiadiazol-5-yl disulfua

Dung dịch được điều chế từ 10,0g 2-amino-1,3,4-thiadiazol-5-thiol, 81g etanol và 7,78g dung dịch nước 40% NaOH được trộn với dung dịch gồm 9,48g iot trong 75g etanol. Hỗn hợp thu được được lọc, và sản phẩm đã thu gom được rửa bằng etanol và được làm khô trong chân không ở 70°C.

Ví dụ 80

Điều chế 1,2,3-triazol-4-thiol

HCl đặc (12,06g) được bổ sung vào dung dịch gồm 14,98g muối 5-mercapto-1,2,3-triazol natri trong 104g etanol. Các chất rắn được loại bỏ bằng cách lọc và dung dịch thu được của 1,2,3-triazol-4-thiol được sử dụng trực tiếp.

Ví dụ 81

Điều chế (1,2,4-triazol-3-ylmetyl) disulfua

3-clometyl-1,2,4-triazol được điều chế bằng phương pháp tương tự như phương pháp được mô tả trong ấn phẩm: J. Am. Chem. Soc. 77 1540 (1955). 3-clometyl-1,2,4-triazol được cho phản ứng với 1 đương lượng của thioure trong 30 phần thể tích của etanol hồi lưu trong 15 giờ bằng phương pháp tương tự như phương pháp được mô tả trong WO2008151288. Sản phẩm phản ứng được thủy phân bằng dung dịch nước 12% NaOH trong 20 phút ở 50°C. Bổ sung 0,5 đương lượng của I₂ và NaI cho (1,2,4-triazol-3-ylmetyl) disulfua.

Ví dụ đối chứng 82

Vật liệu là muội than có chỉ số iot bằng 70 và DBPA là 118mL/100g được sử dụng trong Ví dụ 52.

Ví dụ đối chứng 83

Vật liệu là muội than có chỉ số iot bằng 149 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng trong Ví dụ 51 mà nó được tạo viên cùng với nước và được làm khô ở 100°C.

Ví dụ đối chứng 84

Nguyên liệu là muội than đã được xử lý bằng silic có chỉ số iot bằng 64, STSA

bằng 120mL/g. DBPA bằng 157mL/100g và hàm lượng silic là 10% được sử dụng trong Ví dụ 55.

Ví dụ đối chứng 85

Nguyên liệu là silic oxit Zeosil 1165 được sử dụng trong Ví dụ 56.

Ví dụ đối chứng 86

Nguyên liệu là muội than được sử dụng trong Ví dụ 53. Nó có hàm lượng PAH 22 bằng 25ppm được so sánh với hàm lượng PAH 22 bằng 710ppm của muội than tham chiếu. Muội than có chỉ số iot bằng 137 và COAN bằng 120mL/100g.

Ví dụ đối chứng 87

Hỗn hợp khô gồm 4,31g 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl đisulfua và 150g muội than có chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g được trộn trong máy trộn Waring trong 30 giây.

Các ví dụ từ 88 tới 100

Tạo ra các vật liệu

Các ví dụ này minh họa việc tạo ra các vật liệu khác nhau. Muội than có chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. Hợp chất được liệt kê được hòa tan trong khoảng 1L dung môi và được trộn với 150g muội than trong khoảng 15 phút. Dung môi sau đó được loại bỏ bằng thiết bị bốc hơi kiểu quay và được làm khô trong chân không ở 70°C.

Ví dụ	Hợp chất	Lượng, g	Dung môi
88 (đối chứng)	3-amino-5-methylthio-1,2,4-triazol	4,90	Metanol
89 (so sánh)	4,4'-aminophenyl đisulfua	4,66	Metanol
90 (đối chứng)	3-amino-1,2,4-triazol	3,15	Metanol
91 (đối chứng)	1,2,4-triazol	2,59	Metanol
92 (đối chứng)	1,2,3-triazol	2,59	Metanol

93 (đối chứng)	1,2,3-triazol-4-thiol	3,74	Etanol
94 (đối chứng)	2-mercaptobenzothiazol	6,26	CH ₂ Cl ₂
95 (đối chứng)	2-mercaptobenzoimidazol	5,62	Metanol
96 (đối chứng)	1,2,3-triazol-4-yl disulfua	3,20	Metanol
97 (đối chứng)	2,5-dimecapto-1,3,4-thiadiazol	5,62	Metanol
98 (đối chứng)	2-amino-5-mercapto-1,3,4-thiadiazol	4,99	Axeton
99 (sáng chế)	(1,2,4-triazol-3-ylmetyl) disulfua	4,28	Metanol
100 (đối chứng)	Benzotriazol	4,47	Metanol

Ví dụ 101

Tạo ra vật liệu so sánh

Ví dụ này minh họa việc tạo ra vật liệu so sánh. Muội than có chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. Benzoimidazol-2-yl disulfua (5,62g) được hòa tan trong khoảng 1L dimethylformamit nóng và được trộn với 150g muội than trong khoảng 15 phút. Hỗn hợp này được làm lạnh, và được lọc. Sản phẩm được rửa ba lần bằng nước và được làm khô trong chân không ở 70°C.

Ví dụ 102

Tạo ra vật liệu so sánh

Ví dụ này minh họa việc tạo ra vật liệu so sánh. Muội than có chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. 2-amino-1,3,4-thiadiazoly-5-yl disulfua (4,95g) được hòa tan trong khoảng 700mL dimethylsulfoxit và được trộn với 150g muội than trong khoảng 15 phút. Nước (500g) được bổ sung và hỗn hợp này được cất giữ trong tủ lạnh trong ba ngày. Hỗn hợp này được lọc, được rửa bằng 4L nước và được làm khô trong chân không ở 70°C.

Ví dụ 103

Tạo ra vật liệu so sánh

Ví dụ này minh họa việc tạo ra sản phẩm muội than đối chứng. Muội than có

chỉ số iot là 119 và DBPA là 125mL/100g được sử dụng. Dung dịch gồm 2,59g NaNO₂ trong 21,3 g nước được bổ sung trong khoảng thời gian 5 phút vào hỗn hợp có khuấy gồm 150g muối than, 1300g nước, 4,33g 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl disulfua và 5,15g axit metansulfonic 70% ở 70°C. Việc trộn được tiếp tục trong 65 phút ở 70°C. Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng. Sản phẩm được thu gom bằng cách lọc, được rửa bằng 3L nước, 2L metanol và được làm khô trong chân không ở 70°C. Sản phẩm này có 1,06% khối lượng S. Một mẫu sản phẩm muối than đã được tiến hành quá trình chiết Soxhlet bằng metanol có 0,97% khối lượng S, so với 0,75% khối lượng S của muối than không được xử lý. Do vậy, mẫu này có các triazol được gắn và chất liệu có thể chiết được tồn dư trên bề mặt.

Các đặc tính tính năng của các hợp thể đàn hồi

Các ví dụ dưới đây đề cập tới việc dùng các chất độn cải biến theo sáng chế hoặc các chất độn so sánh trong các chế phẩm đàn hồi để tạo ra các hợp thể đàn hồi. Một vài chế phẩm đàn hồi khác nhau được sử dụng, tùy thuộc vào chất độn. Trừ khi có quy định khác được chỉ ra cụ thể, phương pháp để điều chế các chế phẩm đàn hồi này là giống như ở các Ví dụ 15-36 được mô tả ở trên.

Các chế phẩm (tính theo phr, trừ khi có quy định khác được chỉ ra cụ thể)

Chế phẩm AA (Chế phẩm AA được sử dụng cho các Ví dụ 29, 40, 42, 45, 88, 82, 52, 41, 43, 54, 89, 90, 46, 102, 87, 91-96, 47, 97, 98, 44, 49, 57, 67, 58, 68, 59, 69, 60, 70, 61, 71, 62, 73, 63, 73, 64, 74, 65, 75, 66, 76, 77, 83, 51, 86, 53, 48, 100, 102, 103, và 99, trong đó muối than được sử dụng là chất độn hoặc chất độn cải biến).

Duradene 739	100
Muối than (của các ví dụ được chỉ ra)	50
Oxit kẽm	3
Axit stearic	2
Santoflex 6PPD	1
Lưu huỳnh	1,75
Santocure CBS	1,25
Perkacit MBT	0,2

Chế phẩm BB (Chế phẩm BB được sử dụng cho các ví dụ nêu trong các Bảng XIV cho ATT và ATT2 trong đó nhóm hoá học (triazol) được bổ sung trong khi hóa hợp làm mẫu so sánh).

Các mẫu này có các triazol được bổ sung trong khi hóa hợp:

Chế phẩm BB	#1	#2
Duradene 739	100	100
Muội than (của các ví dụ được chỉ ra)	50	50
3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol	1,45	
3-amino-1,2,4-triazol-5-yl disulfua		1,44
Oxit kẽm	3	3
Axit stearic	2	2
Santoflex 6PPD	1	1
Lưu huỳnh	1,75	1,75
Saltocure CBS	1,25	1,25
Perkacit MBT	0,2	0,2

Chế phẩm CC (Chế phẩm CC được sử dụng cho các Ví dụ 85, 56, 84, và 55, trong đó chất độn là muội than đã được xử lý bằng silic (theo sáng chế hoặc mẫu so sánh của nó).

Chế phẩm CC	#1	#2	#3	#4
Duradene 739	100	100	100	100
SiO ₂ (Ví dụ 85)	56			
Ví dụ 56		56		
Chất độn đã xử lý bằng silic (Ví dụ 84)			50	
Ví dụ 55				50
Bis(trietoxysilylpropyl)polysulfua	4,48	4,48	2	2
Oxit kẽm	3	3	3	3

Axit stearic	2	2	2	2
Santoflex 6PRD	1	1	1	1
Lưu huỳnh	1,5	1,5	1,5	1,5
Santocure CBS	1,7	1,7	1,4	1,4
Điphenylguanidin	1,5	1,5	0,7	0,7

Bảng VIII đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao lớn nhất tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở 14% và 21% cho các chế phẩm đàn hồi chứa các chất độn cải biến theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ là 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol hoặc 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl-disulfua được so sánh với muối than chưa được cải biến (Ví dụ 29).

Bảng VIII

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
29	100	100	100
40	93	183	143
42	94	173	145

Cả hai mẫu mẫu chứa muối than cải biến (các ví dụ) đều thể hiện các trị số góc tổn hao tương đối được cải thiện (thấp) và các trị số mài mòn tương đối cao. Như đã bàn luận ở trên, các trị số góc tổn hao tương đối thấp là có thể được mong muốn, do chúng phản ánh sự tích nhiệt thấp trong chế phẩm đàn hồi khi bị biến dạng tuần hoàn. Hệ số mài mòn tương đối cao cũng có thể được mong muốn và phản ánh độ bền mài mòn được cải thiện.

Bảng IX đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% và 21%) đối với các chế phẩm đàn hồi chứa sản phẩm muối than theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ là 1,2,4-triazol-3-yl-disulfua được so sánh với muối than chưa được cải biến (Ví dụ 29) và sản phẩm muối than đối chứng chứa hợp chất được hấp phụ không phải là 1,2,4-triazol-3-yl-disulfua.

Bảng IX

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
29	100	100	100
45	105	233	206
88 (đối chứng)	106	69	67

Mẫu chứa muối than cải biến có hợp chất được hấp phụ là 1,2,4-triazol-3-yl-disulfua theo sáng chế thể hiện các hệ số mài mòn tương đối và các trị số góc tổn hao gần như tương đương với các mẫu đối chứng. Sản phẩm muối than đối chứng chứa hợp chất được hấp phụ không phải là 1,2,4-triazol-3-yl-disulfua có các kết quả hệ số mài mòn suy giảm đáng kể.

Bảng X đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% và 21%) đối với các chế phẩm đàn hồi chứa các sản phẩm silic oxit theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ là 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl-disulfua được so sánh với silic oxit chưa được cải biến (Ví dụ 85).

Bảng X

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
85 (Silic oxit)	100	100	100
56	114	150	179

Mẫu chứa silic oxit đã cải biến có hợp chất theo sáng chế được hấp phụ có các hệ số mài mòn tương đối được cải thiện đáng kể và các trị số góc tổn hao ở mức vừa phải cao hơn tương đối so với mẫu đối chứng.

Bảng XI đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% và 21%) đối với các chế phẩm đàn hồi chứa sản phẩm muối than đã được xử lý bằng silic đã cải biến theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ là 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl-disulfua được so sánh với sản phẩm muối than đã được xử lý bằng silic chưa được cải biến (Ví dụ 84).

Bảng XI

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
84 (Muội than đã được xử lý bằng silic)	100	100	100
55	95	140	147

Mẫu chứa sản phẩm muội than đã được xử lý bằng silic đã cải biến có hợp chất theo sáng chế được hấp phụ thể hiện các hệ số mài mòn tương đối cao được cải thiện đáng kể so với mẫu đối chứng.

Bảng XII đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% và 21%) cho các hợp thể đàn chứa sản phẩm muội than cải biến theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ là 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl-disulfua và các nhóm hữu cơ được gắn được so sánh với các muội than chưa được cải biến (Ví dụ 82).

Bảng XII

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
82	100	100	100
52	86	178	155
29	158	149	133

Mẫu muội than cải biến theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ và các nhóm hữu cơ được gắn biểu hiện các hệ số mài mòn tương đối cao được cải thiện đáng kể và các cải thiện về trị số góc tổn hao so với mẫu đối chứng sử dụng cùng chất độn. Hơn thế nữa, sản phẩm muội than cải biến theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ và các nhóm hữu cơ được gắn có các hệ số mài mòn tương đối cao được cải thiện và các cải thiện về góc tổn hao đáng kể so với muội than không được xử lý (Ví dụ 29) thường được sử dụng cho các hợp chất làm lớp xe.

Bảng XIII đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% cho các chế phẩm đàn hồi chứa các sản phẩm muội

than theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ so với muối than chưa được cải biến (Ví dụ 29) và các sản phẩm muối than đối chứng chứa hợp chất được hấp phụ khác.

Bảng XIII

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
29	100	100	100
41	100	201	156
43	96	172	143
54	99	165	140
89 (đối chứng)	111	104	96
90 (đối chứng)	99	89	79

Các mẫu muối than cải biến chứa hợp chất theo sáng chế đã được hấp phụ trên nó biểu thị các hệ số mài mòn tương đối cao được cải thiện đáng kể so với mẫu đối chứng. Mẫu chứa muối than đã được oxy hóa có hợp chất theo sáng chế được hấp phụ thể hiện các hệ số mài mòn tương đối cao được cải thiện đáng kể so với mẫu đối chứng muối than chưa được cải biến. Sản phẩm muối than đối chứng chứa hợp chất được hấp phụ khác có các kết quả hệ số mài mòn suy giảm hoặc gần như không đổi.

Bảng XIV đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% và 21%) đối với các chế phẩm đàn hồi chứa muối than chưa được cải biến (Ví dụ 29) và các hợp chất trong đó 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol được bổ sung vào máy trộn mà không có sự hấp phụ trước trên muối than.

Bảng XIV

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
29	100	100	100
Bổ sung ATT2 trong khi hóa hợp (Dạng BB #2)	94	79	85
Bổ sung ATT2	98	85	94

trong khi hóa hợp (Dạng BB #1			
-------------------------------------	--	--	--

Như được thể hiện, việc bổ sung các hợp chất trực tiếp vào máy trộn mà không có sự hấp phụ trước trên muội than tạo ra các hợp chất có các giá trị hệ số mài mòn kém.

Bảng XV đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% và 21%) đối với các chế phẩm đàn hồi chứa sản phẩm muội than theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ được so sánh với sản phẩm muội than đối chứng chứa hợp chất được hấp phụ khác, muội than chưa được cải biến (Ví dụ 29), và hợp chất trong đó hợp chất này được trộn khô trước với muội than, nhưng không có sự hấp phụ trước trên muội than.

Bảng XV

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
29	100	100	100
46	83	159	122
102 (đối chứng)	107	86	64
87 (đối chứng)	97	81	69

Mẫu muội than cải biến chứa hợp chất theo sáng chế đã được hấp phụ trên nó biểu thị các hệ số mài mòn tương đối cao được cải thiện đáng kể và trị số góc tổn hao được cải thiện so với mẫu đối chứng. Sản phẩm muội than đối chứng có một hợp chất được hấp phụ khác có các kết quả hệ số mài mòn suy giảm. Việc trộn khô trước hợp chất này với muội than mà không hấp phụ tạo ra hợp chất có các giá trị hệ số mài mòn kém.

Bảng XVI đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% và 21%) đối với các chế phẩm đàn hồi chứa muội than chưa được cải biến (Ví dụ 29) và các sản phẩm muội than đối chứng chứa hợp chất được hấp phụ.

Bảng XVI

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
29	100	100	100
91 (đối chứng)	103	86	92
92 (đối chứng)	106	90	92
93 (đối chứng)	75	81	109

Các sản phẩm muối than đối chứng chứa hợp chất được hấp phụ có các kết quả hệ số mài mòn suy giảm hoặc có các kết quả tương tự với các kết quả của muối than không được xử lý.

Bảng XVII đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% và 21%) đối với các chế phẩm đàn hồi chứa các sản phẩm muối than đối chứng chứa hợp chất được hấp phụ trên nó so với muối than chưa được cải biến (Ví dụ 29).

Bảng XVII

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
29	100	100	100
94 (đối chứng)	79	91	96
95 (đối chứng)	100	67	71
96 (đối chứng)	81	73	90

Các sản phẩm muối than đối chứng chứa hợp chất được hấp phụ có các kết quả hệ số mài mòn suy giảm.

Bảng XVIII đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%) đối với các hợp thể đàn chứa sản phẩm muối than

cải biến theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ được so sánh với muối than chưa được cải biến (Ví dụ 29) và các sản phẩm muối than đối chứng chứa một hợp chất được hấp phụ khác.

Bảng XVIII

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%
29	100	100
47	97	215
97 (đối chứng)	75	57
98 (đối chứng)	89	79

Mẫu muối than cải biến chứa hợp chất theo sáng chế đã được hấp phụ trên nó biểu thị hệ số mài mòn tương đối cao được cải thiện đáng kể và trị số góc tổn hao tương tự với các mẫu đối chứng. Các sản phẩm muối than đối chứng có một hợp chất được hấp phụ khác có các kết quả hệ số mài mòn suy giảm.

Bảng XIX đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% và 21%) đối với các chế phẩm đàn hồi chứa sản phẩm muối than theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ được so sánh với muối than chưa được cải biến (Ví dụ 29).

Bảng XIX

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
29	100	100	100
44	124	157	136

Mẫu chứa muối than cải biến theo sáng chế thể hiện các hệ số mài mòn tương đối được cải thiện.

Bảng XX đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% và 21%) đối với các chế phẩm đàn hồi chứa sản phẩm muối than theo sáng chế có các nhóm hữu cơ được gắn và hợp chất được hấp

phụ được so sánh với muối than chưa được cải biến (Ví dụ 29).

Bảng XX

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
29	100	100	100
49	69	236	181

Mẫu chứa muối than cải biến theo sáng chế biểu thị tính năng góc tổn hao được cải thiện và các hệ số mài mòn tương đối được cải thiện.

Bảng XXI đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% và 21%) đối với các chế phẩm đàn hồi chứa các sản phẩm muối than cải biến theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ và các nhóm hữu cơ được gắn so với muối than chưa được cải biến và các muối than chứa các nhóm hữu cơ được gắn nhưng không chứa các hợp chất được hấp phụ.

Bảng XXI

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
29	100	100	100
57	95	79	78
67	93	139	125
58	83	69	69
68	91	127	112
59	74	59	69
69	89	83	89
60	81	83	95
70	71	178	160
61	107	72	72
71	98	184	129

Các mẫu muối than cải biến theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ và các nhóm hữu cơ được gắn (các Ví dụ 67-71) biểu hiện các hệ số mài mòn tương đối cao được cải thiện so với các muối than chỉ có các nhóm hữu cơ được gắn tương tự.

Bảng XXII đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% và 21%) đối với các chế phẩm đàn hồi chứa các sản phẩm muối than cải biến theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ và các nhóm hữu cơ được gắn được so sánh với muối than chưa được cải biến và các muối than chứa các nhóm hữu cơ được gắn, nhưng không chứa các hợp chất được hấp phụ.

Bảng XXII

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
29	100	100	100
62	116	105	76
72	109	130	89
63	104	115	77
73	91	167	105
64	93	63	60
74	100	94	73
65	104	53	49
75	89	78	56
66	101	116	76
76	84	142	101

Các mẫu muối than cải biến theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ và các nhóm hữu cơ được gắn (các Ví dụ 72-76) thể hiện các hệ số mài mòn tương đối cao được cải thiện so với các muối than chỉ có các nhóm hữu cơ được gắn tương tự.

Bảng XXIII đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% và 21%) cho các hợp thể đàn chứa sản phẩm muối than cải biến theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ và các nhóm hữu cơ được gắn so với muối than chưa được cải biến.

Bảng XXIII

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
29	100	100	100
77	67	209	178

Mẫu muối than cải biến theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ và các nhóm hữu cơ được gắn thể hiện trị số góc tổn hao thấp được cải thiện và các hệ số mài mòn tương đối cao được cải thiện khi được so sánh với muối than chưa được cải biến.

Bảng XXIV đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%) đối với các hợp thể đàn chứa sản phẩm muối than cải biến theo sáng chế có các nhóm hữu cơ được gắn và hợp chất được hấp phụ so với muối than chưa được cải biến.

Bảng XXIV

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%
83 (đối chứng)	100	100
51	91	184

Mẫu chứa muối than cải biến biểu hiện tính năng góc tổn hao được cải thiện và các hệ số mài mòn tương đối được cải thiện.

Bảng XXV đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt tương đối 14%) đối với các hợp thể đàn chứa sản phẩm muối than cải biến theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ ngoài các nhóm hữu cơ được gắn. Bảng này cũng thể hiện các kết quả tính năng của sản phẩm muối than thứ hai có hợp chất được hấp phụ. Mẫu tham chiếu muối than không được xử lý có hàm lượng PAH thấp.

Bảng XXV

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%
86	100	100
53	87	171
48	91	107

Mẫu chứa muối than cải biến chứa hợp chất được hấp phụ (Ví dụ 53) và các nhóm hữu cơ được gắn theo sáng chế biểu hiện hệ số mài mòn tương đối cao được cải thiện đáng kể và tính năng góc tổn hao được cải thiện so với muối than không được xử

lý. Mẫu chứa muối than cải biến chứa hợp chất được hấp phụ (Ví dụ 48) theo sáng chế thể hiện có hệ số mài mòn tương đối cao được cải thiện so với muối than không được xử lý.

Bảng XXVI đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% và 21%) đối với các chế phẩm đàn hồi chứa muối than chưa được cải biến (Ví dụ 29) và các sản phẩm muối than đối chứng chứa hợp chất được hấp phụ.

Bảng XXVI

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%
29	100	100
100 (đối chứng)	116	99
102 (đối chứng)	85	78

Các sản phẩm muối than đối chứng chứa hợp chất được hấp phụ có các kết quả hệ số mài mòn suy giảm hoặc các kết quả tương tự với các kết quả của muối than không được xử lý.

Bảng XXVII đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14% và 21%) đối với các chế phẩm đàn hồi chứa muối than chưa được cải biến (Ví dụ 29) và sản phẩm muối than đối chứng được điều chế bằng hợp chất hấp phụ mà sau đó hầu như được loại bỏ.

Bảng XXVII

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 21%
29	100	100	100
103	86	90	99

Mẫu chứa các sản phẩm muối than đối chứng không chứa hợp chất được hấp phụ sẽ không có tính năng mài mòn được cải thiện.

Bảng XXIX đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số

mài mòn tương đối ở độ trượt 14%) đối với các hợp thể đàn chứa sản phẩm muối than cải biến theo sáng chế chứa hợp chất được hấp phụ được so sánh với muối than chưa được cải biến (Ví dụ 29).

Bảng XXIX

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%
29	100	100
99	89	135

Mẫu muối than cải biến chứa hợp chất theo sáng chế đã được hấp phụ trên nó biểu thị hệ số mài mòn tương đối cao được cải thiện và trị số góc tổn hao được cải thiện so với mẫu đối chứng.

Đối với các ví dụ còn lại, Bảng XXXIII thể hiện cho các chế phẩm được sử dụng. Các hợp phần được sử dụng trong các chế phẩm đàn hồi được trộn theo quá trình trộn hai giai đoạn trong máy trộn BR Banbury với giai đoạn thứ nhất với tốc độ rôto 80 vòng/phút và nhiệt độ khởi đầu 50°C, tiếp đó bổ sung các chất lưu hóa (lưu huỳnh, BBTS) trong giai đoạn thứ hai với tốc độ rôto 50 vòng/phút và nhiệt độ khởi đầu 50°C. Các hợp phần trong giai đoạn thứ nhất được trộn trong tổng cộng 6 phút trước khi đi qua máy nghiền hờ sáu lần. Hợp chất đã nghiền từ giai đoạn trộn thứ nhất được giữ ở nhiệt độ trong phòng trong ít nhất 2 giờ trước khi trộn giai đoạn thứ hai. Sau đó, các chất lưu hóa được trộn trong giai đoạn thứ hai trong 2 phút. Bảng XXX đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 7% và 14%) cho các compozit cao su tự nhiên chứa muối than cải biến theo sáng chế được so sánh với muối than chưa được cải biến (Ví dụ 29) và silic oxit chưa được cải biến

.Bảng XXX

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 7%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%
104	100	100	100
105 (Silic oxit)	63	66	57
106	73	89	63

Muội than cải biến theo sáng chế có chỉ số góc tổn hao được mong muốn và thấp so với mẫu muội than và các hệ số mài mòn được mong muốn và cao so với silic oxit. Ở độ trượt 7%, muội than cải biến theo sáng chế có sự cân bằng một cách có lợi giữa muội than không được xử lý và silic oxit không được xử lý.

Bảng XXXI đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 7% và 14%) đối với các compozit cao su tự nhiên/polybutadien chứa muội than cải biến theo sáng chế được so sánh với trường hợp chứa muội than chưa được cải biến (Ví dụ 29).

Bảng XXXI

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 7%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%
107	100	100	100
108	85	103	70

Muội than cải biến theo sáng chế có chỉ số góc tổn hao được mong muốn và thấp so với mẫu muội than và các hệ số mài mòn ở độ trượt 7% tương tự với mẫu đối chứng.

Bảng XXXII đưa ra các kết quả về tính năng (góc tổn hao tương đối và các hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 7% và 14%) đối với các compozit polyizopren chứa sản phẩm muội than theo sáng chế được so sánh với trường hợp chứa muội than chưa được cải biến (Ví dụ 29).

Bảng XXXII

Ví dụ	Góc tổn hao lớn nhất tương đối	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 7%	Hệ số mài mòn tương đối ở độ trượt 14%
109	100	100	100
110	75	92	76

Muội than cải biến theo sáng chế có chỉ số góc tổn hao được mong muốn và thấp so với mẫu muội than. Các kết quả cho mẫu chứa sản phẩm muội than cải biến theo sáng chế có sự cân bằng một cách có lợi giữa chỉ số góc tổn hao và hệ số mài mòn ở độ trượt 7%.

Bảng XXXIII

Thành phần	Ví dụ 104	Ví dụ 105	Ví dụ 106	Ví dụ 109	Ví dụ 110	Ví dụ 107	Ví dụ 108
Cao su tự nhiên SMR 20*	100	100	100			50	50
Polyizopren Natsyn 2000*				100	100		
Polybutadien Buna CB24*						50	50
Z1165 SiO ₂ (từ Ví dụ 85)*	56						
Mẫu đối chứng V7H (Ví dụ 29)*		50		50		50	
Ví dụ 50*			50		50		50
Si69 (chất kết hợp)*	4,48	4,48	4,48	4,48	4,48	4,48	4,48
Calight RPO*	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
ZnO*	5	5	5	5	5	5	5
Axit stearic*	3	3	3	3	3	3	3
Chất chống oxy hóa nhựa agerit D*	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
6PPD (chất chống oxy hóa)*	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Akrowax 5031*	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Lưu huỳnh **	1,6	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
BBTS ** (chất xúc tiến)	2,0	1,4	1,8	1,4	1,8	1,4	1,8

* được bổ sung trong quá trình hóa hợp Giai đoạn hóa 1

** được bổ sung trong quá trình hóa hợp Giai đoạn hóa 2

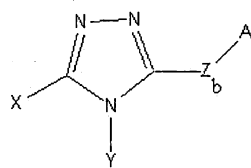
Người nộp đơn kết hợp cụ thể toàn bộ nội dung của các tài liệu tham khảo trong bản mô tả này. Ngoài ra, khi hàm lượng, nồng độ, hoặc giá trị hoặc thông số khác được thể hiện trong khoảng, khoảng được ưu tiên, hoặc danh sách các giá trị thích hợp cao hơn và các giá trị thích hợp thấp hơn, thì cần phải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

tiên và khoảng giới hạn thấp hơn bất kỳ hoặc giá trị được ưu tiên, cho dù các khoảng này được bộc lộ cụ thể. Khi khoảng các giá trị 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 bị giới hạn bởi các giá trị cụ thể được nêu khi xác định khoảng này.

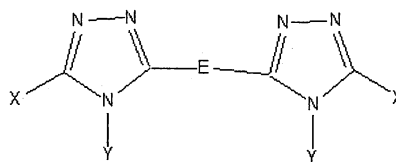
Các phương án khác theo sáng chế sẽ được người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này hiểu rõ khi xem xét bản mô tả này và phần ví dụ thực hiện sáng chế được bộc lộ trong bản mô tả này. Điều được dự liệu là bản mô tả và các ví dụ chỉ nhằm mục đích minh họa cùng với phạm vi của sáng chế được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

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chất độn cải biến bao gồm chất độn đã được hấp phụ trên đó hợp chất triazol dưới đây:



hoặc



hoặc chất hồ biến của chúng;

trong đó:

Z_b là nhóm alkylen, trong đó b bằng 0 hoặc 1;

X là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ H, NH₂, SH, NHNH₂, CHO, COOR, COOH, CONR₂, CN, CH₃, OH, NDD', hoặc CF₃;

Y là H hoặc NH₂;

A là nhóm chức được chọn từ S_kR, SSO₃H, SO₂NRR, SO₂SR, SNRR', SNQ, SO₂NQ, CO₂NQ, S-(1,4-piperazindiyl)-SR, 2-(1,3-đithianyl), hoặc 2-(1,3-đithiolanyl); hoặc gốc hydrocarbon mạch thẳng, mạch nhánh, thơm hoặc vòng được thế bằng một hoặc nhiều nhóm chức nêu trên;

trong đó R và R' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ hydro; alkyl, alkenyl, alkynyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có 1 đến 12 nguyên tử cacbon; aryl; heteroaryl; alkylaryl; arylalkyl, arylen, heteroarylen, hoặc alkylarylen;

k là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 8 khi R là H và nếu R không phải là H thì k là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 8;

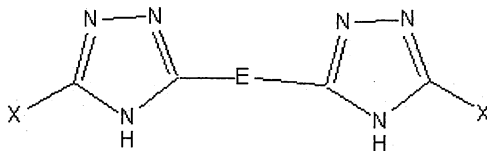
Q là (CH₂)_w, (CH₂)_x O(CH₂)_z, (CH₂)_x NR(CH₂)_z, hoặc (CH₂)_x S(CH₂)_z, trong đó x là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 6, z là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 6, và w là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 6;

E là S_w mà trong đó w là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 8, SSO, SSO₂, SOSO₂, SO₂SO₂; và

triazol này tùy ý được thế ở vị trí N bằng phần tử thay thế NDD', trong đó:

D và D' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ H hoặc C₁-C₄ alkyl.

2. Chất độn cải biến theo điểm 1, trong đó triazol có công thức:

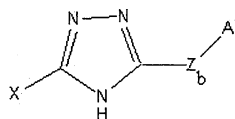


hoặc chất hỗ biến của chúng, và

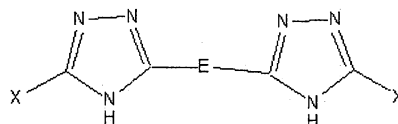
E là S_w mà trong đó w là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 8, SSO, SSO₂, SOSO₂, SO₂SO₂.

3. Chất độn cải biến theo điểm 1, trong đó triazol đã được hấp phụ trên chất độn cải biến được chọn từ 3-amino-1,2,4-triazol-5-thiol, 3-amino-1,2,4-triazol-5-yl đisulfua, 1,2,4-triazol-3-thiol, hoặc 1,2,4-triazol-3-yl đisulfua, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

4. Chất độn cải biến theo điểm 1, trong đó triazol có công thức:



hoặc



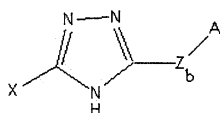
hoặc chất hỗ biến của chúng.

5. Chất độn cải biến theo điểm 1, trong đó chất độn này còn chứa ít nhất một nhóm hóa học được gắn vào chất độn này.

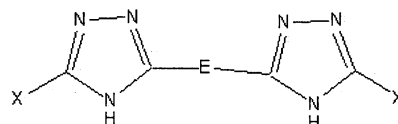
6. Chất độn cải biến theo điểm 5, trong đó nhóm hóa học này ít nhất là một nhóm hữu cơ, và nhóm hữu cơ này bao gồm:

- a) ít nhất một triazol;
 - b) ít nhất một pyrazol;
 - c) ít nhất một imidazol; hoặc
- hỗn hợp bất kỳ của chúng.

7. Chất độn cải biến theo điểm 6, trong đó triazol được gắn vào chất độn và bao gồm:



hoặc



hoặc chất hỗ biến của chúng;

trong đó:

Z_b là nhóm alkylen, trong đó b bằng 0 hoặc 1;

ít nhất X là một liên kết với chất độn này, và bất kỳ X nào còn lại là một liên kết với chất độn này hoặc nhóm chức được chọn từ H, NH_2 , SH, NHNH_2 , CHO, COOR, COOH, CONR_2 , CN, CH_3 , OH, NDD', hoặc CF_3 , hoặc là A, R hoặc R';

A là nhóm chức được chọn từ S_kR , SSO_3H , $\text{SO}_2\text{NRR}'$, SO_2SR , SNRR' , SNQ, SO_2NQ , CO_2NQ , S-(1,4-piperazindiy)-SR, 2-(1,3-đithianyl), hoặc 2-(1,3-đithiolanyl); hoặc gốc hydrocarbon mạch thẳng, mạch nhánh, thơm hoặc vòng được thế bằng một hoặc nhiều nhóm chức nêu trên;

trong đó R và R' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ hydro; alkyl, alkenyl, alkynyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có 1 đến 12 nguyên tử cacbon; aryl; heteroaryl; alkylaryl; arylalkyl, arylen, heteroarylen, hoặc alkylarylen;

k là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 8 khi R là H và nếu R không phải là H thì k là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 8;

Q là $(\text{CH}_2)_w$, $(\text{CH}_2)_x\text{O}(\text{CH}_2)_z$, $(\text{CH}_2)_x\text{NR}(\text{CH}_2)_z$, hoặc $(\text{CH}_2)_x\text{S}(\text{CH}_2)_z$, trong đó x là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 6, z là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 6, và w là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 6;

E là S_w mà trong đó w là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 8, SSO, SSO_2 , SOSO_2 , SO_2SO_2 ; và

triazol này tùy ý được thế ở vị trí N bằng phần tử thay thế NDD', trong đó:

D và D' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ H hoặc $\text{C}_1\text{-C}_4$ alkyl.

8. Chất độn cải biến theo điểm 6, trong đó triazol được gắn vào chất độn này và là nhóm 1,2,4-triazol-3-yl, hoặc nhóm 3-mercapto-1,2,4-triazol-5-yl.

9. Chất độn cải biến theo điểm 5, trong đó nhóm hóa học bao gồm nhóm alkyl hoặc nhóm thơm có ít nhất nhóm chức được chọn từ R, OR, COR, COOR, OCOR, muối carboxylat, halogen, CN, NR_2 , SO_3H , muối sulfonat, $\text{NR}(\text{COR})$, CONR_2 , NO_2 , PO_3H_2 , muối phosphonat, muối phosphat $\text{N}=\text{NR}$, NR_3^+X^- , PR_3^+X^- , S_kR , SSO_3H , muối SSO_3^- , $\text{SO}_2\text{NRR}'$, SO_2SR , SNRR' , SNQ, SO_2NQ , CO_2NQ , S-(1,4-piperazindiy)-SR, 2-(1,3-đithianyl) 2-(1,3-đithiolanyl), SOR, hoặc SO_2R , trong đó R và R' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn độc lập từ hydro, hydrocarbon no hoặc không no, đã được thế

hoặc chưa được thể có 1 đến 12 nguyên tử cacbon mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và k là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 8, và X⁻ là halogenua hoặc anion có nguồn gốc từ axit vô cơ hoặc hữu cơ, Q là (CH₂)_w, (CH₂)_xO(CH₂)_z, (CH₂)_xNR(CH₂)_z, hoặc (CH₂)_xS(CH₂)_z, trong đó w là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 6 và x và z độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 6.

10. Chất độn cải biến theo điểm 5, trong đó nhóm hóa học bao gồm nhóm thơm có công thức AyAr-, trong đó Ar là gốc thơm và A là R, OR, COR, COOR, OCOR, muối carboxylat, halogen, CN, NR₂, SO₃H, muối sulfonat, NR(COR), CONR₂, NO₂, PO₃H₂, muối phosphonat, muối phosphat N=NR, NR₃⁺X⁻, PR₃⁺X⁻, S_kR, SSO₃H, a SSO₃⁻ salt, SO₂NRR', SO₂SR, SNRR', SNQ, SO₂NQ, CO₂NQ, S-(1,4-piperazindiy)-SR, 2-(1,3-dithianyl) 2-(1,3-dithiolanyl), SOR, hoặc SO₂R, trong đó R và R' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn một cách độc lập từ hydro, hydrocarbon no hoặc không no, đã được thể hoặc chưa được thể có 1 đến 100 nguyên tử cacbon mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và k là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 8, và X⁻ là halogenua hoặc anion có nguồn gốc từ axit vô cơ hoặc hữu cơ, Q là (CH₂)_w, (CH₂)_xO(CH₂)_z, (CH₂)_xNR(CH₂)_z, hoặc (CH₂)_xS(CH₂)_z, trong đó w là một số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 6 và x và z độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 6, và y là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến giá trị tổng số của các gốc -CH trong gốc thơm.

11. Chất độn cải biến theo điểm 10, trong đó Ar bao gồm nhóm triazol, nhóm pyrazol, hoặc nhóm imidazol.

12. Chất độn cải biến theo điểm 5, trong đó nhóm hóa học bao gồm ít nhất một nhóm aminomethylphenyl.

13. Chất độn cải biến theo điểm 5, trong đó nhóm hóa học bao gồm ít nhất một sulfua hoặc polysulfua thơm.

14. Chất độn cải biến theo điểm 1, trong đó chất độn cải biến này khi có mặt trong chế phẩm đàn hồi sẽ cải thiện độ bền mài mòn so với chất độn không được cải biến với nhóm hóa học được hấp phụ hoặc gắn vào chất độn cải biến này.

15. Chất độn cải biến theo điểm 6, trong đó chất độn cải biến này khi có mặt trong chế phẩm đàn hồi sẽ cải thiện độ bền mài mòn so với chất độn không được cải biến và cải thiện (làm giảm) hiện tượng trễ so với chất độn không được cải biến.

16. Chất độn cải biến bao gồm chất độn đã được hấp phụ trên đó:

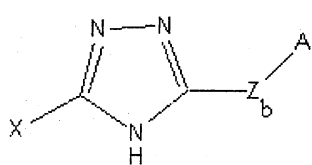
a) ít nhất một triazol;

b) ít nhất một pyrazol; hoặc

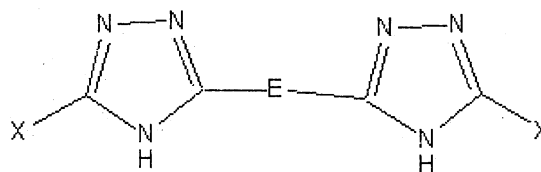
hỗn hợp bất kỳ của chúng, trong đó chất độn cải biến này khi có mặt trong chế phẩm đàn hồi sẽ cải thiện độ bền mài mòn so với chất độn không được cải biến.

17. Chất độn cải biến theo điểm 16, trong đó a) hoặc b) bao gồm phần tử thay thế chứa lưu huỳnh là S_w mà trong đó w là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 8, SSO, SSO₂, SOSO₂, SO₂SO₂.

18. Chất độn cải biến bao gồm chất độn đã được gắn trên đó hợp chất triazol dưới đây:



hoặc



hoặc chất hỗ biến của chúng, trong đó:

Z_b là nhóm alkylen, trong đó b bằng 0 hoặc 1;

ít nhất một X là một liên kết với chất độn này và X còn lại bất kỳ là một liên kết với chất độn này hoặc nhóm chức được chọn từ H, NH₂, SH, NHNH₂, CHO, COOR, COOH, CONR₂, CN, CH₃, OH, NDD', hoặc CF₃, hoặc là A, R hoặc R';

A là nhóm chức được chọn từ S_kR , SSO₃H, SO₂NRR', SO₂SR, SNRR', SNQ, SO₂NQ, CO₂NQ, S-(1,4-piperazindiy)-SR, 2-(1,3-dithianyl), hoặc 2-(1,3-dithiolanyl); hoặc gốc hydrocarbon mạch thẳng, mạch nhánh, thơm hoặc vòng được thế bằng một hoặc nhiều nhóm chức nêu trên;

trong đó R và R' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ hydro; alkyl, alkenyl, alkynyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có 1 đến 12 nguyên tử cacbon; aryl; heteroaryl; alkylaryl; arylalkyl, arylen, heteroarylen, hoặc alkylarylen;

k là một số nguyên nằm trong khoảng từ 1 tới 8;

Q là $(CH_2)_w$, $(CH_2)_x O(CH_2)_z$, $(CH_2)_x NR(CH_2)_z$, hoặc $(CH_2)_x S(CH_2)_z$, trong đó x nằm trong khoảng từ 1 đến 6, z nằm trong khoảng từ 1 đến 6, và w nằm trong khoảng từ 2 đến 6;

E là S_w mà trong đó w là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 8, SSO, SSO₂,

SOSO₂, SO₂SO₂; và

triazol này tùy ý được thế ở vị trí N bằng phần tử thay thế NDD', trong đó:

D và D' là giống nhau hoặc khác nhau được chọn từ H hoặc C₁-C₄ alkyl.

19. Chế phẩm đàn hồi chứa chất độn cải biến theo điểm 1 và ít nhất một thể đàn hồi.

20. Sản phẩm chứa chế phẩm đàn hồi theo điểm 19.

21. Sản phẩm theo điểm 20, trong đó sản phẩm này là lớp xe hoặc một bộ phận của lớp xe.

22. Phương pháp cải thiện độ bền mài mòn của chế phẩm đàn hồi bao gồm bước đưa ít nhất một chất độn cải biến theo điểm 1 vào chế phẩm đàn hồi này trước khi lưu hóa.

23. Phương pháp làm giảm hiện tượng trễ của chế phẩm đàn hồi bao gồm bước đưa ít nhất một chất độn cải biến theo điểm 5 vào chế phẩm đàn hồi này trước khi lưu hóa.

24. Phương pháp làm tăng độ bền mài mòn và làm giảm hiện tượng trễ của chế phẩm đàn hồi bao gồm bước đưa chất độn cải biến theo điểm 5 vào chế phẩm đàn hồi này trước khi lưu hóa.