



(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)



1-0024855

(51)<sup>7</sup> C08C 1/14; B29B 7/90; B60C 1/00

(13) B

(21) 1-2012-01063

(22) 16/09/2010

(86) PCT/US2010/002523 16/09/2010

(87) WO2011/034589 24/03/2011

(30) 61/276,876 17/09/2009 US; 61/280,453 04/11/2009 US

(45) 25/08/2020 389

(43) 25/09/2012 294A

(73) CABOT CORPORATION (US)

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

(72) WANG Ting (US); WANG Meng-Jiao (US); MARIADASS Bernard (MY);

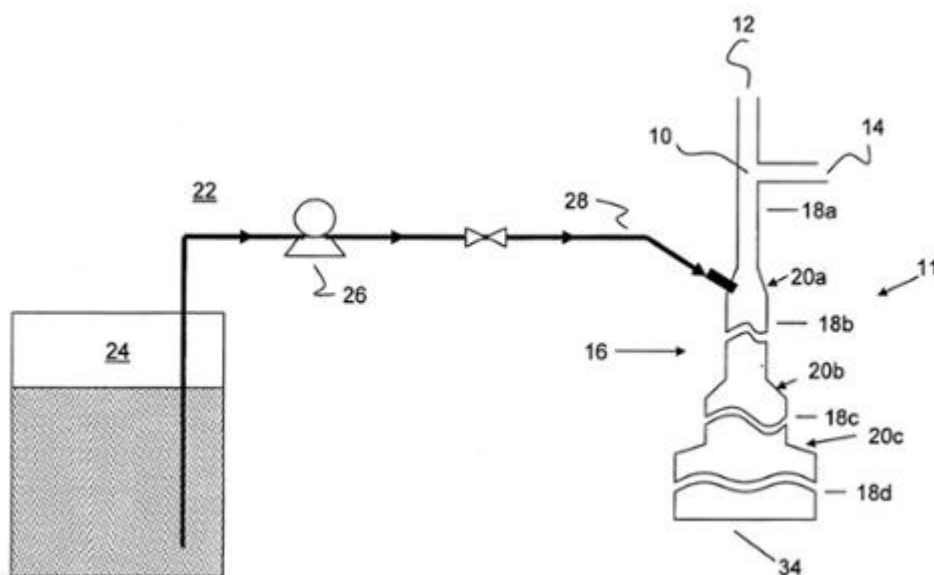
GOVINDAN Thirunavuc Karasu (MY); DAS THIRUHELVANATHAN Anthony (MY); LEE Boon Kwang (MY); ZHANG Xuan (US).

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

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT HỖN HỢP LATEC ĐÔNG TỤ VÀ HỢP THỂ ĐÀN HỒI ĐƯỢC SẢN XUẤT THEO PHƯƠNG PHÁP NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hỗn hợp latec đông tụ, trong đó hỗn hợp đông tụ bao gồm latec thể đàn hồi thứ nhất và huyền phù đặc chứa chất độn dạng hạt được cho chảy dọc theo ống dẫn, và latec thể đàn hồi thứ hai được đưa vào dòng chảy của hỗn hợp đông tụ này.

Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến hợp thể đàn hồi được sản xuất theo phương pháp này.



### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hỗn hợp latec đông tụ, bao gồm bước đưa latec thể đàn hồi bổ sung vào hỗn hợp đông tụ chứa latec.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Nhiều sản phẩm có giá trị thương mại được làm từ hợp thể đàn hồi, trong đó chất độn dạng hạt được phân tán trong thể đàn hồi tổng hợp, cao su tự nhiên hoặc hỗn hợp thể đàn hồi khác nhau. Ví dụ, muội than được sử dụng rộng rãi làm chất gia cường trong cao su tự nhiên và trong các thể đàn hồi khác. Người ta thường tạo ra hỗn hợp gốc, tức là hỗn hợp sơ chế chứa chất độn, thể đàn hồi và các chất phụ gia tùy chọn khác nhau như dầu độn. Hỗn hợp gốc chứa muội than được điều chế bằng cách dùng các loại muội than khác nhau có bán trên thị trường, các muội than này khác nhau cả về diện tích bề mặt trên mỗi đơn vị trọng lượng cũng như về cấu trúc, các thông số này đặc tả kích thước và độ phức tạp của các kết tập muội than được tạo ra khi kết tụ các hạt muội than ban đầu với nhau. Nhiều sản phẩm có giá trị thương mại được làm từ các hợp thể đàn hồi như vậy chứa chất độn là muội than dạng hạt phân tán trong cao su tự nhiên. Các sản phẩm đó bao gồm lốp xe, trong đó các hợp thể đàn hồi khác nhau có thể được sử dụng cho phần ta-lông, vách biên, phần bọc tanh và màng chẳng hạn. Các sản phẩm khác bao gồm ống lót bộ động cơ, băng tải, thanh lau tấm chắn gió và các loại sản phẩm tương tự.

Có nhiều phương pháp sản xuất hỗn hợp gốc chứa muội than. Theo một phương pháp được bộc lộ trong patent Hoa Kỳ số 6,841,606 (“patent 606”), huyền phù đặc chứa muội than và latec thể đàn hồi được kết hợp trong bể và sau đó được làm đông tụ bằng cách cho thêm chất làm đông tụ, như axit. Theo quy trình cải biến từ quy trình này được bộc lộ trong công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 2005220187, latec cao su tự nhiên được pha loãng tới hàm lượng cao su là 20% (từ hàm lượng cao su khoảng 24%) và được kết hợp với proteaza để phân giải các amit liên kết với các hợp phần phi cao su của latec. Theo phương pháp khác được bộc lộ trong patent Hoa Kỳ số 6,048,923, nội dung của nó được đưa vào đây bằng cách viện dẫn, dòng liên tục chất

lông thứ nhất chứa latec thể đàn hồi được nạp vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đồng tụ. Dòng liên tục chất lông thứ hai chứa huyền phù đặc của muối than được nạp bằng áp lực vào vùng trộn để tạo ra hỗn hợp với latec thể đàn hồi. Việc trộn hai chất lông này là đủ mạnh để làm đồng tụ gần như hoàn toàn latec thể đàn hồi với muối than trước khi tới đầu tháo liệu của thiết bị phản ứng đồng tụ. Như được bộc lộ trong patent Hoa Kỳ số 6,075,084, thể đàn hồi bổ sung có thể được bổ sung vào chất liệu đi ra khỏi đầu tháo liệu của thiết bị phản ứng đồng tụ. Như được bộc lộ trong patent Hoa Kỳ số 6,929,783, sau đó sản phẩm đồng tụ có thể được nạp vào thiết bị ép đùn loại nước.

Khi dùng tỷ lệ độn muối than cao, sản phẩm đồng tụ này đi ra khỏi thiết bị phản ứng đồng tụ không phải dưới dạng dòng liên tục của hợp thể đàn hồi chứa muối than, mà dưới dạng nhiều vùng hợp thể đàn hồi chứa muối than gián đoạn được mang bởi pha nước hầu như không chứa sản phẩm đồng tụ. Nói chung, dòng chất liệu gián đoạn này không thể đi qua thiết bị ép đùn loại nước một cách dễ dàng và có thể chảy ngược vào thiết bị ép đùn loại nước, gây tắc thiết bị. Mong muốn tạo ra được dòng liên tục sản phẩm đồng tụ chứa hàm lượng lớn muối than có thể được xử lý một cách dễ dàng hơn trong thiết bị, như thiết bị ép đùn loại nước.

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Theo một phương án, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hỗn hợp latec đồng tụ. Phương pháp này bao gồm bước cho hỗn hợp đồng tụ bao gồm latec thể đàn hồi thứ nhất chứa thể đàn hồi thứ nhất và huyền phù đặc chứa chất độn dạng hạt chảy dọc theo ống dẫn, và đưa latec thể đàn hồi thứ hai chứa thể đàn hồi thứ hai vào dòng chảy của hỗn hợp đồng tụ này. Phương pháp này có thể còn bao gồm ở trước bước cho hỗn hợp đồng tụ chảy, bước tạo ra hỗn hợp đồng tụ bằng cách nạp dòng liên tục latec thể đàn hồi thứ nhất vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đồng tụ tạo nên vùng đồng tụ kéo dài từ vùng trộn đến đầu tháo liệu và bao gồm ống dẫn, và nạp dòng liên tục chất lông chứa chất độn dạng hạt bằng áp lực vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đồng tụ để tạo ra hỗn hợp đồng tụ dọc theo ống dẫn.

Dòng liên tục chất lông chứa chất độn dạng hạt có thể có vận tốc nằm trong khoảng từ 30 m/giây đến 250 m/giây, dòng liên tục latec thể đàn hồi thứ nhất có thể có vận tốc tối đa khoảng 10 m/giây, và trong các điều kiện này, thời gian lưu của hỗn hợp

đông tụ trong thiết bị phản ứng đông tụ trước khi đưa latec thể đàn hồi thứ hai có thể nằm trong khoảng từ  $1 \times 10^{-2}$  giây đến  $6 \times 10^{-2}$  giây.

Ống dẫn có thể bao gồm đoạn ống dẫn thứ nhất có đường kính thứ nhất, đoạn ống dẫn thứ hai có đường kính thứ hai lớn hơn so với đường kính thứ nhất, và vùng chuyển tiếp giữa chúng có đường kính tăng từ đường kính thứ nhất đến đường kính thứ hai, và bước chảy có thể bao gồm việc cho hỗn hợp đông tụ từ đoạn ống dẫn thứ nhất chảy vào đoạn ống dẫn thứ hai, và bước đưa có thể bao gồm việc đưa latec thể đàn hồi thứ hai vào hỗn hợp đông tụ trong vùng chuyển tiếp.

Bước cho hỗn hợp đông tụ chảy có thể bao gồm việc cho hỗn hợp đông tụ chảy qua vùng chuyển tiếp trong các điều kiện dòng chảy rối. Lượng thể đàn hồi thứ hai trong hỗn hợp có thể nằm trong khoảng từ 0,5% khối lượng đến 50% khối lượng, ví dụ, nằm trong khoảng từ 16% khối lượng đến 38% khối lượng. Thể đàn hồi thứ hai có thể là thể đàn hồi tổng hợp hoặc latec cao su tự nhiên. Latec cao su tự nhiên có thể bao gồm latec tự nhiên, latec cô đặc, váng latec, hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại latec này. Hợp phần tạo latec cao su tự nhiên có thể được cải biến bằng hóa học hoặc bằng enzym.

Chất độn dạng hạt có thể bao gồm muội than có diện tích bề mặt ít nhất bằng 95  $\text{m}^2/\text{g}$  khi được đo bằng STSA và mức độ hấp thụ dibutyl phtalat ít nhất bằng 80 ml/100g, và hỗn hợp latec đông tụ có thể bao gồm ít nhất 65 phr muội than này. Chất độn dạng hạt có thể bao gồm muội than có diện tích bề mặt ít nhất bằng 68  $\text{m}^2/\text{g}$  khi được đo bằng STSA, ví dụ, ít nhất 75  $\text{m}^2/\text{g}$ , và mức độ hấp thụ dibutyl phtalat ít nhất bằng 60 ml/100g, và hỗn hợp latec đông tụ có thể bao gồm ít nhất 70 phr muội than này. Chất độn dạng hạt có thể bao gồm muội than có mức độ hấp thụ dibutyl phtalat ít nhất bằng 60 ml/100g, và muội than có thể có diện tích bề mặt và có mặt trong hỗn hợp latec đông tụ với lượng sao cho  $L \geq -0,26 \cdot S + 94$ , trong đó L là lượng muội than trong hỗn hợp latec đông tụ tính theo phần trên một trăm phần cao su (phr) và S là diện tích bề mặt tính theo  $\text{m}^2/\text{g}$  khi được đo bằng STSA.

Theo phương án khác, sáng chế đề cập đến hợp thể đàn hồi được tạo ra bằng phương pháp bao gồm bước cho hỗn hợp đông tụ bao gồm latec thể đàn hồi thứ nhất

và huyền phù đặc chứa chất độn dạng hạt chảy dọc theo ống dẫn, và đưa latec thể đàn hồi thứ hai vào dòng chảy của hỗn hợp đông tụ này.

Phương pháp này có thể còn bao gồm bước tạo ra hỗn hợp đông tụ bằng cách nạp dòng liên tục latec thể đàn hồi thứ nhất vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đông tụ tạo nên vùng đông tụ kéo dài từ vùng trộn đến đầu tháo liệu và bao gồm ống dẫn, và nạp dòng liên tục chất lỏng chứa chất độn dạng hạt bằng áp lực vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đông tụ để tạo ra hỗn hợp đông tụ, ở trước bước cho hỗn hợp đông tụ chảy.

Dòng liên tục chất lỏng chứa chất độn dạng hạt có thể có vận tốc nằm trong khoảng từ 30 m/giây đến 250 m/giây, dòng liên tục latec thể đàn hồi thứ nhất có thể có vận tốc tối đa khoảng 10 m/giây, và trong các điều kiện này, thời gian lưu của hỗn hợp đông tụ trong thiết bị phản ứng đông tụ trước khi đưa latec thể đàn hồi thứ hai có thể nằm trong khoảng từ  $1 \times 10^{-2}$  giây đến  $6 \times 10^{-2}$  giây.

Ống dẫn có thể bao gồm đoạn ống dẫn thứ nhất có đường kính thứ nhất, đoạn ống dẫn thứ hai có đường kính thứ hai lớn hơn so với đường kính thứ nhất, và vùng chuyển tiếp giữa chúng có đường kính tăng từ đường kính thứ nhất đến đường kính thứ hai, trong đó bước chảy có thể bao gồm việc cho hỗn hợp đông tụ từ đoạn ống dẫn thứ nhất chảy vào đoạn ống dẫn thứ hai, và bước đưa có thể bao gồm việc đưa latec thể đàn hồi thứ hai vào hỗn hợp đông tụ trong vùng chuyển tiếp. Bước cho hỗn hợp đông tụ chảy có thể bao gồm việc cho hỗn hợp đông tụ chảy qua vùng chuyển tiếp trong các điều kiện dòng chảy rối.

Lượng thể đàn hồi thứ hai trong hỗn hợp là nằm trong khoảng từ 0,5% khối lượng đến 50% khối lượng, ví dụ, nằm trong khoảng từ 16% khối lượng đến 38% khối lượng. Thể đàn hồi thứ hai có thể là thể đàn hồi tổng hợp hoặc latec cao su tự nhiên. Latec cao su tự nhiên có thể bao gồm latec tự nhiên, latec cô đặc, váng latec, hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại latec này. Hợp phần tạo latec cao su tự nhiên có thể được cải biến bằng hóa học hoặc bằng enzym.

Chất độn dạng hạt có thể bao gồm muội than có diện tích bề mặt ít nhất bằng 95 m<sup>2</sup>/g khi được đo bằng STSA và mức độ hấp thụ dibutyl phtalat ít nhất bằng 80

ml/100g, và hợp thể đàn hồi có thể bao gồm ít nhất 65 phr muối than này. Chất độn dạng hạt có thể bao gồm muối than có diện tích bề mặt ít nhất bằng  $68 \text{ m}^2/\text{g}$  khi được đo bằng STSA, ví dụ, ít nhất  $75 \text{ m}^2/\text{g}$ , và mức độ hấp thụ dibutyl phthalat ít nhất bằng 60 ml/100g, và trong đó hợp thể đàn hồi có thể bao gồm ít nhất 70 phr muối than này. Chất độn dạng hạt có thể bao gồm muối than có mức độ hấp thụ dibutyl phthalat ít nhất bằng 60 ml/100g, và muối than này có thể có diện tích bề mặt và có mặt trong hợp thể đàn hồi với lượng sao cho  $L \geq -0,26 \cdot S + 94$ , trong đó L là lượng muối than trong hợp thể đàn hồi tính theo phần cho một trăm phần cao su (phr) và S là diện tích bề mặt tính theo  $\text{m}^2/\text{g}$  khi được đo bằng STSA.

Theo phương án khác, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hỗn hợp latec đông tụ. Phương pháp này bao gồm bước tạo ra dòng chứa hỗn hợp đông tụ bao gồm latec thể đàn hồi thứ nhất chứa thể đàn hồi thứ nhất và huyền phù đặc chứa chất độn dạng hạt có mức độ chảy rớt thứ nhất, làm thay đổi mức độ chảy rớt thứ nhất thành mức độ chảy rớt thứ hai, và đưa latec thể đàn hồi thứ hai vào sản phẩm đông tụ ở vị trí nơi dòng sản phẩm đông tụ có mức độ chảy rớt thứ hai.

Bước tạo ra dòng có thể bao gồm việc nạp dòng liên tục latec thể đàn hồi thứ nhất vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đông tụ tạo nên vùng đông tụ kéo dài từ vùng trộn đến đầu tháo liệu và nạp dòng liên tục của huyền phù đặc chứa chất độn dạng hạt bằng áp lực vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đông tụ để tạo ra hỗn hợp đông tụ. Dòng liên tục chất lỏng chứa chất độn dạng hạt có thể có vận tốc nằm trong khoảng từ 30 m/giây đến 250 m/giây, dòng liên tục latec thể đàn hồi thứ nhất có thể có vận tốc tối đa khoảng 10 m/giây, và trong các điều kiện này, thời gian lưu của hỗn hợp đông tụ trong thiết bị phản ứng đông tụ trước khi đưa latec thể đàn hồi thứ hai có thể nằm trong khoảng từ  $1 \times 10^{-2}$  giây đến  $6 \times 10^{-2}$  giây.

Lượng thể đàn hồi thứ hai trong hỗn hợp có thể nằm trong khoảng từ 0,5% khối lượng đến 50% khối lượng, ví dụ, nằm trong khoảng từ 16% khối lượng đến 38% khối lượng. Thể đàn hồi thứ hai có thể là thể đàn hồi tổng hợp hoặc latec cao su tự nhiên. Latec cao su tự nhiên có thể bao gồm latec tự nhiên, latec cô đặc, váng latec, hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại latec này. Hợp phần tạo latec cao su tự nhiên có thể được cải biến bằng hóa học hoặc bằng enzym.

Chất độn dạng hạt có thể bao gồm muội than có diện tích bề mặt ít nhất bằng 95 m<sup>2</sup>/g khi được đo bằng STSA và mức độ hấp thụ dibutyl phtalat ít nhất bằng 80 ml/100g, và hỗn hợp latec đông tụ có thể bao gồm ít nhất 65 phr muội than này. Chất độn dạng hạt có thể bao gồm muội than có diện tích bề mặt ít nhất bằng 68 m<sup>2</sup>/g khi được đo bằng STSA, ví dụ, ít nhất 75 m<sup>2</sup>/g, và mức độ hấp thụ dibutyl phtalat ít nhất bằng 60 ml/100g, và hỗn hợp latec đông tụ có thể bao gồm ít nhất 70 phr muội than này. Chất độn dạng hạt có thể bao gồm muội than có mức độ hấp thụ dibutyl phtalat ít nhất bằng 60 ml/100g, và muội than này có thể có diện tích bề mặt và có mặt trong hỗn hợp latec đông tụ với lượng sao cho  $L \geq -0,26 \cdot S + 94$ , trong đó L là lượng muội than trong hỗn hợp latec đông tụ tính theo phần cho một trăm phần cao su (phr) và S là diện tích bề mặt tính theo m<sup>2</sup>/g khi được đo bằng STSA.

Theo phương án khác, sáng chế đề cập đến thiết bị bao gồm thiết bị phản ứng đông tụ có bộ phận trộn và bộ phận khuếch tán nói chung có hình ống kéo dài với diện tích mặt cắt ngang tăng dần từ đầu nạp liệu đến đầu tháo liệu hở. Thiết bị này còn được đặc trưng bởi ống phân phối có lỗ phun ở cuối ống, trong đó lỗ phun này được làm thích ứng và được cấu trúc để phân phối chất lỏng tới bộ phận khuếch tán tại cửa phun được bố trí giữa đầu nạp liệu và đầu tháo liệu hở.

Bộ phận khuếch tán có thể bao gồm khu vực khuếch tán thứ nhất có đường kính thứ nhất, khu vực khuếch tán thứ hai có đường kính thứ hai, đường kính thứ hai này là lớn hơn so với đường kính thứ nhất, và vùng chuyển tiếp giữa các khu vực thứ nhất và thứ hai và có đường kính tăng từ đường kính thứ nhất đến đường kính thứ hai, trong đó cửa phun được bố trí trong vùng chuyển tiếp này.

Thiết bị này có thể còn bao gồm ít nhất một khu vực khuếch tán bổ sung được bố trí ở bên dưới khu vực khuếch tán thứ hai và có đường kính lớn hơn so với đường kính thứ hai. Thiết bị này có thể còn bao gồm ít nhất một khu vực khuếch tán bổ sung được bố trí giữa bộ phận trộn và bộ phận khuếch tán thứ nhất và có đường kính nhỏ hơn so với đường kính thứ nhất.

Cần phải hiểu rằng cả phần mô tả chung trên đây và phần mô tả chi tiết dưới đây chỉ nhằm mục đích ví dụ và giải thích, và được dự định để giải thích thêm cho

sáng chế như được thể hiện trong các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo đây.

### **Mô tả vắn tắt các hình vẽ**

Sáng chế được mô tả dựa vào một số hình vẽ, trong đó:

Fig.1 là sơ đồ thể hiện thiết bị sản xuất hỗn hợp đông tụ chứa latec theo một phương án được lấy làm ví dụ của sáng chế.

Fig.2 là sơ đồ thể hiện thiết bị để phun latec thể đàn hồi thứ hai vào hỗn hợp đông tụ theo một phương án được lấy làm ví dụ của sáng chế.

Fig.3 là đồ thị so sánh tỷ lệ độ đậm đặc của muối than cao nhất đạt được trong quá trình sản xuất hợp thể đàn hồi khi bổ sung latec thứ hai theo một phương án được lấy làm ví dụ của sáng chế (hình vuông) và khi không bổ sung latec thứ hai (hình thoi), theo diện tích bề mặt (STSA).

Fig.4 là đồ thị thể hiện mối tương quan giữa tỷ lệ độ đậm đặc của muối than N234 đạt được và thời gian lưu trong sản xuất hợp thể đàn hồi theo các phương án khác nhau của sáng chế (hình vuông - năng suất nằm trong khoảng 450-500 kg/giờ (tính theo lượng khô); hình thoi - năng suất nằm trong khoảng 200-275 kg/giờ (tính theo lượng khô, chỉ của latec thứ nhất và muối than)).

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Mặc dù thường mong muốn tạo ra được hợp thể đàn hồi với tỷ lệ độ đậm đặc của chất độ đậm như muối than trong quy trình hỗn hợp gốc ướt liên tục, nhưng cao su đông tụ chứa tỷ lệ chất độ đậm cao hơn đôi khi khó có thể đi qua được thiết bị xử lý ở bên dưới. Các tác giả sáng chế đã bất ngờ phát hiện ra rằng việc bổ sung latec thể đàn hồi bổ sung vào hỗn hợp đông tụ có tỷ lệ trọng lượng chất độ đậm cao làm tạo ra vụn hỗn hợp gốc liên tục, được gọi là “sản phẩm đông tụ liền khối”. Bởi vì sản phẩm đông tụ liền khối là khối dính kết, nên nó không vỡ vụn khi xử lý và có thể được loại nước một cách dễ dàng bằng cách sử dụng thiết bị chuẩn như thiết bị ép dẹt loại nước có bán ở French Oil Machinery Company (Piqua, OH, USA). Điều này cho phép có thể sản xuất liên tục hợp thể đàn hồi có tỷ lệ chất độ đậm cao và có thể được sử dụng để tạo ra cao su lưu hoá có đặc tính ưu việt hơn. Trái lại, vụn hỗn hợp gốc không dính kết có thể

chảy ngược vào thiết bị ở bên dưới, làm cho nó bị tắc hoặc làm cho nó loại nước không hiệu quả.

Theo một phương án, phương pháp sản xuất hỗn hợp latec đông tụ gồm việc cho hỗn hợp đông tụ bao gồm latec thể đàn hồi thứ nhất và huyền phù đặc chứa chất độn dạng hạt chảy dọc theo ống dẫn và đưa latec thể đàn hồi thứ hai vào dòng chảy của hỗn hợp đông tụ này.

Như được thể hiện trên Fig.1, huyền phù đặc chứa chất độn dạng hạt được nạp vào bộ phận trộn 10 của thiết bị phản ứng đông tụ 11 qua đường nạp liệu chất độn 12. Latec thể đàn hồi được nạp vào bộ phận trộn 10 qua đường nạp liệu latec 14. Latec bắt đầu đông tụ trong bộ phận trộn 10, và hỗn hợp đông tụ, gồm thể đàn hồi và chất độn dạng hạt, tiếp tục đi qua bộ phận khuếch tán 16 của thiết bị phản ứng đông tụ 11. Như được thể hiện trên Fig.1, bộ phận khuếch tán 16 có một loạt các đoạn 18a-18d, mỗi đoạn có đường kính cao tăng dần so với đoạn 18 trước đó 18. Tốt hơn là, các vùng chuyển tiếp 20a-c tạo ra mức tăng dần đường kính từ một đoạn 18 đến đoạn tiếp theo. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ hiểu rằng bộ phận khuếch tán có thể có các đoạn 18 lớn hơn hoặc nhỏ hơn như được thể hiện trên các hình vẽ.

Latec thể đàn hồi thứ hai, được đưa vào qua hệ thống phun 22. Hệ thống phun 22 bao gồm thùng chứa 24 và bơm 26 để đưa latec thể đàn hồi thứ hai trực tiếp vào thiết bị phản ứng đông tụ 11 qua ống phun 28. Tốt hơn là, bơm 26 được vận hành để tạo ra áp lực đủ để ngăn ngừa sự chảy ngược của hỗn hợp đông tụ vào ống phun 28. Các thiết bị thích hợp khác, ví dụ, thiết bị bơm hoặc thiết bị nén ép khác nhau, có thể được dùng để đưa latec thể đàn hồi thứ hai vào hỗn hợp đông tụ này. Như được thể hiện trên Fig.1, latec thể đàn hồi thứ hai được phun vào hỗn hợp đông tụ trong vùng chuyển tiếp 20a. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ hiểu rằng vị trí phun tối ưu của latec thể đàn hồi thứ hai có thể thay đổi tùy thuộc vào thành phần của hỗn hợp đông tụ và latec thể đàn hồi thứ hai.

Latec thể đàn hồi là thể nhũ tương của các hạt cao su trong nước. Cao su trong các hạt này là một chất lỏng có độ nhớt cao chứa các phân tử cao su, được bao quanh bởi lớp vỏ làm bằng các chất có trong tự nhiên có tác dụng làm ổn định các hạt

cao su chống lại sự kết tụ và đông kết. Việc làm cho latec mất ổn định sẽ gây ra hiện tượng đông tụ, tức là, các hạt cao su kết tụ và đông kết với nhau. Theo các phương án được ưu tiên, vận tốc của huyền phù đặc chứa chất độn dạng hạt là cao hơn một cách đáng kể so với vận tốc của latec thể đàn hồi thứ nhất. Lực ép cao tạo ra sẽ làm cho latec mất ổn định. Mặc dù không bị giới hạn bởi lý thuyết cụ thể bất kỳ, nhưng tin rằng việc trộn nhanh của hạt huyền phù đặc với latec làm cho bề mặt hạt cao su điểm thêm các hạt, các hạt này cũng làm cho latec mất ổn định. Các hạt chất độn xung đột với nhau cũng tạo ra các khối kết tụ có thể xung đột với và làm mất ổn định các hạt latec. Sự kết hợp của các yếu tố này làm cho latec thể đàn hồi mất ổn định; các hạt cao su kết tụ bằng cách tạo ra các tiếp xúc cao su-cao su hoặc bằng cách liên kết cầu qua các hạt chất độn trên bề mặt của chúng để tạo ra kết tập hỗn hợp cao su-chất độn.

Mặc dù không bị giới hạn bởi lý thuyết cụ thể bất kỳ, nhưng tin rằng với sự có mặt của lượng dư chất độn dạng hạt, các hạt cao su hoặc kết tập nhỏ của các hạt cao su trở nên được bao phủ một cách hoàn toàn bằng chất độn với rất ít hoặc không có diện tích bề mặt cao su nào tạo ra các tiếp xúc cao su-cao su với các hạt cao su khác. Điều này giới hạn mức độ mà kết tập hỗn hợp cao su-chất độn có thể kết tụ tiếp để tạo ra mạng liên tục. Thay vì việc tạo ra sản phẩm đông tụ liên khối, vụn hỗn hợp gốc có dạng các miền hỗn hợp gián đoạn phân tán trong pha nước. Latec thể đàn hồi thứ hai đưa các hạt latec mới mà, vì chúng không được bao phủ bằng các hạt chất độn, có thể liên kết với kết tập hỗn hợp cao su-chất độn gián đoạn để tạo ra hỗn hợp cao su-hạt liên tục ở dạng sản phẩm đông tụ liên khối.

Đối với thiết bị tương tự với thiết bị được thể hiện trên Fig.1, các yếu tố làm ảnh hưởng đến sự kết hợp của sản phẩm đông tụ bao gồm lượng chất độn dạng hạt được phun vào khối trộn (ví dụ tỷ lệ độn chất độn đích), hình thái học của chất độn (ví dụ, diện tích bề mặt, cấu trúc), thời gian lưu của hỗn hợp của latec thể đàn hồi thứ nhất và huyền phù đặc chứa chất độn dạng hạt trước khi đưa thể đàn hồi thứ hai, và trộn latec thể đàn hồi thứ hai trong hỗn hợp này một cách.

Theo lý thuyết trên, có giới hạn đối với việc đưa của latec bổ sung sẽ không cho phép kết tập hỗn hợp cao su-chất độn gián đoạn tạo ra sản phẩm đông tụ liên khối. Tức là nếu có lượng dư chất độn trong hỗn hợp này sau khi các hạt cao su được bao phủ

một cách hoàn toàn, các hạt cao su trong dòng latec thể đàn hồi thứ hai sẽ trở nên được bao phủ bằng một lượng dư chất độn chứ không phải là việc liên kết kết tập cao su-chất độn hiện có với nhau. Do đó, mặc dù việc sử dụng dòng latec thể đàn hồi thứ hai có thể làm tăng tỷ lệ độn chất độn có thể đạt được trong khi vẫn tạo ra sản phẩm đông tụ liên khối, sự tăng tiềm năng này không phải là vô hạn. Nồng độ của chất độn trong huyền phù đặc, mức độ nạp liệu và vận tốc của huyền phù đặc chứa chất độn trong vùng trộn, và tỷ lệ của cao su được đưa vào với latec thể đàn hồi thứ hai đối với tổng lượng cao su trong hợp thể cuối đều có thể được làm tối ưu hóa để làm tăng tối đa hiệu quả của latec thể đàn hồi thứ hai.

Theo một số phương án, latec thứ hai làm cải thiện tỷ lệ độn chất độn đạt được (ví dụ, hợp thể đàn hồi được tạo ra với lượng chất độn này có hình thái học của sản phẩm đông tụ liên khối) bằng ít nhất 0,5 phr đối với hợp thể đàn hồi được tạo ra trong quy trình hỗn hợp gốc ướn liên tục mà không có latec thứ hai, ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,5 phr đến 15 phr, nằm trong khoảng từ 1 phr đến 14 phr, nằm trong khoảng từ 2 phr đến 13 phr, nằm trong khoảng từ 3 phr đến 12 phr, nằm trong khoảng từ 4 phr đến 11 phr, nằm trong khoảng từ 5 phr đến 10 phr, nằm trong khoảng từ 6 phr đến 9 phr, nằm trong khoảng từ 7 phr đến 8 phr, nằm trong khoảng từ 1 phr đến 7 phr, nằm trong khoảng từ 1 phr đến 6 phr, hoặc nằm trong khoảng từ 1 phr đến 5 phr.

Trong một số phương án được ưu tiên, việc sử dụng latec thứ hai cho phép sử dụng quy trình hỗn hợp gốc ướn liên tục để thu được hợp thể đàn hồi có ít nhất 65 phr, ví dụ, ít nhất 70 phr hoặc từ 65 đến 75 phr muội than có diện tích bề mặt ít nhất bằng 95 m<sup>2</sup>/g, khi được đo bằng phương pháp đo độ dày thống kê (STSA), được tính bằng mét vuông cho mỗi gam muội than, theo quy trình nêu trong ASTM D6556 (STSA) và cấu trúc, được đo bằng phương pháp hấp thụ dibutyl phtalat (DBP) (ASTM D6854), ít nhất bằng 80 ml/100g, ví dụ, nằm trong khoảng từ 80 ml/100g đến 160 ml/100g. Theo cách khác hoặc ngoài ra, việc sử dụng latec thứ hai có thể cho phép sử dụng quy trình liên tục để thu được hợp thể đàn hồi có ít nhất 70 phr, ví dụ, ít nhất 75 phr hoặc từ 70 phr đến 80 phr, của muội than có diện tích bề mặt ít nhất bằng 68 m<sup>2</sup>/g khi được đo bằng STSA, ví dụ, ít nhất 75 m<sup>2</sup>/g, và cấu trúc, khi được đo bằng DBP hấp thụ, ít nhất bằng 60 ml/100g, ví dụ, nằm trong khoảng từ 60 ml/100g đến 160 ml/100g. Theo cách

khác hoặc ngoài ra, việc sử dụng latec thứ hai cho phép sử dụng quy trình hỗn hợp gốc ướt liên tục để thu được hợp thể đàn hồi chứa muối than có hấp thụ DBP của ít nhất 60 ml/100mg, ví dụ, ít nhất 80 ml/100mg, ít nhất 100 ml/100mg hoặc từ 60 ml/100mg đến 160 ml/100mg, và có diện tích bề mặt và có mặt với lượng thỏa mãn  $L \geq -0,26 \cdot S + 94$ , ví dụ,  $L \geq -0,26 \cdot S + 97$ , hoặc  $L \geq -0,26 \cdot S + 100$ , hoặc  $L \geq -0,26 \cdot S + 104$ , hoặc  $-0,26 \cdot S + 94 \leq L \leq -0,26 \cdot S + 110$ , trong đó  $L$  là lượng muối than trong hợp thể đàn hồi tính theo phần cho một trăm phần cao su (phr) và  $S$  là diện tích bề mặt tính theo  $\text{m}^2/\text{g}$  được đo bằng phương pháp STSA (ASTM D6556), trong đó  $S$  tùy ý bằng ít nhất  $65 \text{ m}^2/\text{g}$ , ít nhất  $95 \text{ m}^2/\text{g}$ , ít nhất  $110 \text{ m}^2/\text{g}$ , hoặc từ  $65 \text{ m}^2/\text{g}$  đến  $400 \text{ m}^2/\text{g}$ , ví dụ, nằm trong khoảng từ  $65 \text{ m}^2/\text{g}$  đến  $220 \text{ m}^2/\text{g}$ , từ  $95 \text{ m}^2/\text{g}$  đến  $200 \text{ m}^2/\text{g}$ , hoặc từ  $110 \text{ m}^2/\text{g}$  đến  $180 \text{ m}^2/\text{g}$ .

Hơn nữa, theo lý thuyết trên, hiệu quả của latec thể đàn hồi thứ hai sẽ được tối đa hóa nếu nó không được đưa vào đến khi hầu như tất cả chất độn được hấp phụ lên các hạt cao su trong latec thể đàn hồi thứ nhất. Theo cách khác, các hạt latec thứ hai sẽ được bao phủ bằng chất độn chứ không phải là liên kết kết tập cao su-chất độn hiện có. Thời gian cần thiết đối với huyền phù đặc chứa chất độn và latec thể đàn hồi để trộn với nhau và cho phép các hạt chất độn hấp phụ trên các hạt cao su phụ thuộc một phần vào mức độ trộn hai chất lỏng với nhau mạnh đến mức nào. Đối với thiết bị tương tự với thiết bị được thể hiện trên Fig.1, khi latec thể đàn hồi thứ nhất được nạp vào bộ phận trộn 10 ở vận tốc ít hơn khoảng 10 m/giây, ví dụ, nằm trong khoảng từ nằm trong khoảng từ 1 đến 10 m/giây, nằm trong khoảng từ 1,5 đến 8 m/giây, nằm trong khoảng từ 2 đến 6 m/giây, nằm trong khoảng từ 3 đến 5 m/giây, hoặc khoảng 4 m/giây đến 7 m/giây, và huyền phù đặc chứa chất độn dạng hạt được nạp vào bộ phận trộn 10 ở vận tốc ít nhất bằng 30 m/giây, ví dụ, khoảng 30 đến 250 m/giây hoặc khoảng 60 đến 150 m/giây, thời gian lưu được ưu tiên trước khi phun latec thứ hai, tức là, thời gian cần thiết đối với hỗn hợp của hạt huyền phù đặc để đi từ bộ phận trộn 10 đến vị trí nơi latec thứ hai được phun, là nằm trong khoảng từ  $1 \times 10^{-2}$  giây đến  $6 \times 10^{-2}$  s, ví dụ, nằm trong khoảng từ  $1,5 \times 10^{-2}$  giây đến  $5,5 \times 10^{-2}$  s, nằm trong khoảng từ  $1,85 \times 10^{-2}$  giây đến  $5 \times 10^{-2}$  s, nằm trong khoảng từ  $2 \times 10^{-2}$  giây đến  $4 \times 10^{-2}$  s, nằm trong khoảng từ  $2,25 \times 10^{-2}$  giây đến  $3,5 \times 10^{-2}$  s, nằm trong khoảng từ  $2,1 \times 10^{-2}$  giây đến  $3 \times 10^{-2}$  s, hoặc nằm trong khoảng từ  $2,25 \times 10^{-2}$  giây đến  $2,9 \times 10^{-2}$  giây. Các tác giả sáng chế đã

phát hiện ra rằng thời gian lưu lâu trước khi đưa latec thể đàn hồi thứ hai có tác dụng làm giảm tỷ lệ độ chất độ tối đa trước khi chất làm đông tụ thu được là gián đoạn chứ không phải là liên tục. Không bị giới hạn bởi lý thuyết cụ thể bất kỳ, sở dĩ như vậy có thể là do việc trộn không hoàn toàn của latec thể đàn hồi thứ hai trong hỗn hợp đông tụ bao gồm latec thể đàn hồi thứ nhất và huyền phù đặc chứa chất độ dạng hạt, làm giảm hiệu quả của latec thứ hai. Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng nếu latec thể đàn hồi thứ hai được phun quá xa ở bên dưới trong bộ phận khuếch tán, thì không thể trộn kỹ vào dòng chảy của hỗn hợp đông tụ này. Thời gian lưu có thể được thay đổi để tối ưu hóa các điều kiện vận hành khác nhau; các khoảng thích hợp có thể thay đổi theo tốc độ sản xuất.

Cấu hình vật lý của hệ thống phun 22 cũng có thể được điều chỉnh để tối ưu hóa việc trộn latec thể đàn hồi thứ hai trong hỗn hợp. Dòng chảy ban đầu của hỗn hợp đông tụ qua các phần bên trên của thiết bị khuếch tán là dòng về cơ bản là chảy rời. Dòng chảy rời này dần dần lắng xuống khi hỗn hợp đông tụ tiến về phần bên dưới, và dòng chất làm đông tụ ra khỏi đáy xả 34 của thiết bị khuếch tán nói chung là dòng chảy thành tầng. Mặc dù không bị giới hạn bởi lý thuyết cụ thể bất kỳ, nhưng tin rằng sự chảy rời liên quan đến sự mở rộng của tiết diện dòng giữa các khu vực thứ nhất và thứ hai 18a và 18b ở phần chuyển tiếp 20a tạo điều kiện thuận lợi cho việc trộn của latec thể đàn hồi thứ hai được phun ở điểm đi vào hỗn hợp cao su-chất độ đông tụ. Các yếu tố khác ảnh hưởng đến việc trộn và dòng chảy rời gồm khoảng cách từ điểm phun huyền phù đặc, vận tốc phun, sự chênh lệch về diện tích mặt cắt ngang giữa khu vực khuếch tán thứ nhất và thứ hai, vận tốc phun của dòng latec thứ hai, và góc phun của dòng latec thứ hai này.

Ví dụ, khu vực thứ hai của thiết bị khuếch tán 18b có thể có diện tích mặt cắt ngang lớn hơn gấp khoảng 1,2 đến 3,5 lần diện tích mặt cắt ngang của khu vực thứ nhất của thiết bị khuếch tán 18a, ví dụ, gấp khoảng từ 1,2 đến 1,4 lần, gấp khoảng từ 1,4 đến 1,6 lần, gấp khoảng từ 1,5 đến 1,7 lần, gấp khoảng từ 1,7 đến 1,9 lần, gấp khoảng từ 1,9 đến 2,1 lần, gấp khoảng từ 2,1 đến 2,3 lần, gấp khoảng từ 2,3 đến 2,5 lần, gấp khoảng từ 2,5 đến 2,7 lần, gấp khoảng từ 2,7 đến 2,9 lần, gấp khoảng từ 2,9 đến 3,1 lần, gấp khoảng từ 3,1 lần đến 3,3 lần, hoặc gấp khoảng từ 3,3 đến 3,5 lần.

Trong các ví dụ cụ thể, tỷ lệ giữa các diện tích mặt cắt ngang của các khu vực 18b và 18a có thể khoảng 2, khoảng 2,5, hoặc khoảng 3. Chiều dài của các khu vực khác nhau của thiết bị khuếch tán 18a-18d và kích thước của các khu vực ở bên dưới 18c và 18d có thể như được mô tả trong patent Hoa Kỳ số 6,048,923, nội dung của chúng được kết hợp vào bản mô tả này bằng cách viện dẫn. Theo một số phương án, chiều dài của khu vực thứ nhất 18a có thể nằm trong khoảng từ 2 in (5,08 cm) đến 9 in (35,8 cm), ví dụ, nằm trong khoảng từ 2 in (5,08 cm) đến 3 in (7,62 cm), nằm trong khoảng từ 3 in (7,62 cm) đến 4 in (10,2 cm), nằm trong khoảng từ 4 in (10,2 cm) đến 5 in (12,7 cm), nằm trong khoảng từ 5 in (12,7 cm) đến 6 in (15,2 cm), nằm trong khoảng từ 6 in (15,2 cm) đến 7 in (17,8 cm), nằm trong khoảng từ 7 in (17,8 cm) đến 8 in (20,3 cm), hoặc nằm trong khoảng từ 8 in (20,3 cm) đến 9 in (35,8 cm). Chiều dài tối ưu có thể thay đổi và tăng dần với tốc độ sản xuất.

Phương án được lấy làm ví dụ để đưa latec thể đàn hồi thứ hai vào hỗn hợp đông tụ được minh họa trên Fig.2. Như được thể hiện trên Fig.2, latec thể đàn hồi thứ hai được đưa vào hỗn hợp đông tụ qua đoạn ống nối 40 nối ống phun 28 với ống phun 42 có lỗ phun 42a. Vòng tiết diện chữ o 44 có thể được sử dụng để cải thiện mối hàn kín bên trong đoạn ống nối 40. Trong khi ống phun 42 phun latec thể đàn hồi thứ hai vào hỗn hợp đông tụ ở góc 45 độ vào trục của thiết bị phản ứng đông tụ, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ hiểu rằng góc và kích thước ống phun có thể được thay đổi tùy thuộc vào thành phần của hỗn hợp đông tụ và của latec thể đàn hồi thứ hai. Ví dụ, khi ống phun 42 là vị trí góc vuông với thành của vùng chuyển tiếp 20a, góc  $\alpha$  của vùng chuyển tiếp 20a có thể nằm trong khoảng từ 0,5° đến 25°, ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,5° đến 1°, từ 1° đến 2°, từ 2° đến 3°, từ 3° đến 4°, từ 4° đến 5°, từ 5° đến 6°, từ 6° đến 7°, từ 7° đến 8°, từ 8° đến 9°, từ 9° đến 10°, từ 10° đến 11°, từ 11° đến 12°, từ 12° đến 13°, từ 13° đến 14°, từ 14° đến 15°, từ 15° đến 16°, từ 16° đến 17°, từ 17° đến 18°, từ 18° đến 19°, từ 19° đến 20°, từ 20° đến 21°, từ 21° đến 22°, từ 22° đến 23°, từ 23° đến 24°, hoặc từ 24° đến 25°. Theo ví dụ khác, đường kính trong của lỗ phun 42a có thể thay đổi nằm trong khoảng từ 0,045 đến 0,25 in hoặc thậm chí lớn hơn tùy thuộc vào kích thước của bộ phận khuếch tán 16. Ví dụ, đường kính trong của lỗ phun 42a có thể từ 0,045 in (0,11 cm) đến 0,055 in (0,14 cm), từ 0,055 in (0,14 cm) đến 0,06 in (0,15 cm), từ 0,06 in (0,15 cm) đến 0,065 in

(0,17 cm), từ 0,065 inso (0,17 cm) đến 0,07 inso (0,18 cm), từ 0,07 inso (0,18 cm) đến 0,075 inso (0,19 cm), từ 0,075 inso (0,19 cm) đến 0,08 inso (0,20 cm), từ 0,08 inso (0,20 cm) đến 0,09 inso (0,23 cm), từ 0,09 inso (0,23 cm) đến 0,1 inso (0,25 cm), từ 0,1 inso (0,25 cm) đến 0,125 inso (0,32 cm), từ 0,125 inso (0,32 cm) đến 0,15 inso (0,38 cm), từ 0,15 inso (0,38 cm) đến 0,175 inso (0,44 cm), từ 0,175 inso (0,44 cm) đến 0,2 inso (0,51 cm), từ 0,2 inso (0,51 cm) đến 0,225 inso (0,57 cm), hoặc từ 0,225 inso (0,57 cm) đến 0,25 inso (0,64 cm). Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ hiểu rằng kích thước của lỗ phun có thể được thay đổi tùy thuộc vào, ví dụ, tốc độ chảy và áp suất mong muốn. Ví dụ, áp suất phun có thể từ 2-8 ba (0,2-0,8 MPa), từ 3-8 ba (0,3-0,8 MPa), 4-7 ba (0,4-0,7 MPa), hoặc 5-6 ba (0,5-0,6 MPa). Các thiết kế thích hợp khác cũng có thể được sử dụng. Ví dụ, lỗ phun có thể được làm thon dần vào bên trong đối với ống phun 42 hoặc có thể có đường kính giống như đường kính của ống phun 42.

Latec thể đàn hồi thứ hai có thể có thành phần giống như thành phần được sử dụng để điều chế hỗn hợp đông tụ, hoặc có thể khác theo một số cách. Ví dụ, latec thể đàn hồi thứ hai có thể latec thể đàn hồi từ nguồn khác hoặc với nồng độ khác của cao su và chất lỏng. Theo cách khác hoặc ngoài ra, nó có thể được thực hiện các cải biến về mặt hóa học khác (kể cả không cải biến) so với latec thể đàn hồi thứ nhất.

Theo một số phương án, ít nhất một và tốt hơn là cả hai latec thể đàn hồi thứ nhất (tức là, latec thể đàn hồi in hỗn hợp đông tụ) và latec thể đàn hồi thứ hai được điều chế từ latec cao su tự nhiên. Được lấy làm ví dụ latec của cao su tự nhiên bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, latec tự nhiên, latec cô đặc (được tạo ra, ví dụ, bằng cách bay hơi, ly tâm hoặc làm lắng), váng latec (sản phẩm phụ của quá trình ly tâm latec cao su tự nhiên) và hỗn hợp của bất kỳ trong số hai hoặc ba loại này theo tỷ lệ bất kỳ. Latec cần phải thích hợp đối với quy trình hỗn hợp gốc ước được chọn và mục đích hoặc ứng dụng dự định của thành phẩm cao su. Latec được đề xuất thường trong dung dịch chất mang lỏng. Việc chọn lọc latec thích hợp hoặc hỗn hợp của các latec sẽ nằm trong khả năng của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này mang lại lợi ích theo sáng chế và hiểu biết về chuẩn chọn lọc đã được thừa nhận thông thường trong công nghiệp.

Latic cao su tự nhiên cũng có thể được cải biến về mặt hóa học theo một số cách. Ví dụ, có thể xử lý để cải biến hóa học hoặc bằng en zym hoặc làm giảm các thành phần không cao su khác nhau, hoặc chính các phân tử cao su có thể được cải biến bằng các monome khác nhau hoặc các nhóm hóa học khác như clo. Các phương pháp được lấy làm ví dụ của latic cao su tự nhiên được cải biến về mặt hóa học được đề cập trong các công bố patent châu Âu số 1489102, 1816144, và 1834980, công bố patent Nhật Bản số 2006152211, 2006152212, 2006169483, 2006183036, 2006213878, 2006213879, 2007154089, và 2007154095, patent Hoa Kỳ số 6841606 và 7312271, và công bố patent Hoa Kỳ số 2005-0148723. Các phương pháp khác đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này cũng có thể được sử dụng.

Theo phương án khác, ít nhất một trong số latic thể đàn hồi thứ nhất (tức là, latic thể đàn hồi trong hỗn hợp đồng tự) và latic thể đàn hồi thứ hai được điều chế bằng cách sử dụng latic thể đàn hồi tổng hợp. Thể đàn hồi của latic thể đàn hồi tổng hợp có thể có nhiệt độ chuyển hoá thủy tinh ( $T_g$ ) khi được đo bằng phương pháp đo nhiệt lượng quét vi sai nằm trong khoảng từ  $-120^{\circ}\text{C}$  đến  $20^{\circ}\text{C}$ . Latic tổng hợp có thể là latic của cao su hoặc thể đàn hồi “đien”. Thuật ngữ thể đàn hồi hoặc cao su “đien” cần phải hiểu theo nghĩa, theo cách đã biết, là thể đàn hồi (một hoặc nhiều thể đàn hồi đã biết) thu được ít nhất một phần (tức là, homopolyme hoặc copolyme) từ các monome dien (các monome mang hai liên kết đôi cacbon-cacbon có thể được hoặc có thể không được liên hợp).

Các thể đàn hồi dien này có thể được phân loại thành hai nhóm: “về cơ bản không bão hoà” hoặc “về cơ bản bão hoà”. Thuật ngữ “về cơ bản không bão hoà” được hiểu theo nghĩa thông thường là thể đàn hồi dien thu được ít nhất một phần từ các monome dien đã được liên hợp có mức đơn vị của dien gốc (dien liên hợp) lớn hơn 15% (mol%); do đó thể đàn hồi dien như butyl cao su hoặc copolyme của dien và của  $\alpha$ -olefin của dạng EPDM không được xác định trước đó và có thể được mô tả cụ thể ở dạng thể đàn hồi dien “về cơ bản bão hoà” (mức đơn vị thấp hoặc rất thấp của dien gốc, luôn luôn nhỏ hơn 15%). Trong nhóm thể đàn hồi dien “về cơ bản không bão

hoà”, thuật ngữ thể đàn hồi điện “không bão hoà cao” được hiểu theo nghĩa cụ thể là thể đàn hồi điện có mức đơn vị của điện gốc (điện liên hợp) lớn hơn 50%.

Tốt hơn là, thể đàn hồi điện tổng hợp của latec thể đàn hồi thứ nhất hoặc của latec thể đàn hồi thứ hai theo sáng chế được chọn từ nhóm các thể đàn hồi điện không bão hoà cao chứa polybutadien (được viết tắt là “BR”), polyisopren tổng hợp (IR), copolyme butadien, copolyme isopren và hỗn hợp của các thể đàn hồi này. Tốt hơn nữa là các copolyme này được chọn từ nhóm bao gồm copolyme butadien/styren (SBR), copolyme isopren/butadien (BIR), copolyme isopren/styren (SIR) và copolyme isopren/butadien/styren (SBIR).

Thể đàn hồi có thể là, ví dụ, thể đàn hồi khối, ngẫu nhiên, liên tục hoặc vi liên tục và có thể được sản xuất ở dạng phân tán hoặc ở dạng dung dịch; chúng có thể được ngẫu hợp và/hoặc được tạo mạch nhánh hình sao hoặc cũng được chức hóa bằng chất ngẫu hợp và/hoặc chất tạo mạch nhánh hình sao hoặc chất tạo chức. Để ngẫu hợp với muội than, thể đàn hồi có thể được sản xuất từ, ví dụ, các nhóm chức chứa liên kết C-Sn hoặc các nhóm chức được amin hóa như benzophenon chẳng hạn; để ngẫu hợp với chất độn gia cố vô cơ như oxit silic, thể đàn hồi có thể được sản xuất từ, ví dụ, các nhóm chức silanol hoặc các nhóm chức polysiloxan có đầu silanol (như được mô tả, ví dụ, trong patent Hoa Kỳ số 6 013 718), nhóm alkoxysilan (như được mô tả, ví dụ, trong patent Hoa Kỳ số 5 977 238), các nhóm carboxyl (như được mô tả, ví dụ, trong patent Hoa Kỳ số 6 815 473 hoặc US 2006/0089445) hoặc các nhóm polyete (như được mô tả, ví dụ, trong patent Hoa Kỳ số 6 503 973). Thể đàn hồi cũng có thể được sản xuất, các ví dụ khác về thể đàn hồi đã được chức hóa này, từ thể đàn hồi (như SBR, BR, NR hoặc IR) của dạng đã được epoxit hóa.

Tốt hơn là các hợp chất sau là thích hợp: polybutadien, cụ thể là các polybutadien có hàm lượng đơn vị 1,2 nằm trong khoảng từ 4% đến 80% hoặc các polybutadien có hàm lượng đơn vị cis-1,4 lớn hơn 80%, polyisopren, copolyme butadien/styren cụ thể là các copolyme butadien/styren có hàm lượng styren nằm trong khoảng từ 5% đến 70% khối lượng, cụ thể hơn nằm trong khoảng từ 10% đến 50%, ví dụ, nằm trong khoảng từ 20% đến 40% khối lượng hoặc nằm trong khoảng từ 23% đến 28% khối lượng, hàm lượng liên kết 1,2 của phần butadien nằm trong khoảng từ 4%

đến 65% và hàm lượng liên kết trans-1,4 nằm trong khoảng từ 20% đến 80%, copolyme butadien/isopren, cụ thể là các copolyme butadien/isopren có hàm lượng isopren nằm trong khoảng từ 5% đến 90% khối lượng và nhiệt độ chuyển hoá thuỷ tinh ("Tg" - đo được theo ASTM D 3418-82) nằm trong khoảng từ -40°C đến -80°C, hoặc copolyme isopren/styren, cụ thể là copolyme isopren/styren có hàm lượng styren nằm trong khoảng từ 5% đến 50% khối lượng và Tg nằm trong khoảng từ -25°C đến -50°C.

Trong trường hợp của copolyme butadien/styren/isopren, copolyme này có hàm lượng styren nằm trong khoảng từ 5% đến 50% khối lượng và cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 10% đến 40%, hàm lượng isopren nằm trong khoảng từ 15% đến 60% khối lượng và cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 20% đến 50%, hàm lượng butadien nằm trong khoảng từ 5% đến 50% khối lượng và cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 20% đến 40%, hàm lượng đơn vị 1,2 của phần butadien nằm trong khoảng từ 4% đến 85%, hàm lượng đơn vị trans 1,4 của phần butadien nằm trong khoảng từ 6% đến 80%, hàm lượng các đơn vị 1,2 cộng 3,4 của phần isopren nằm trong khoảng từ 5% đến 70% và hàm lượng đơn vị trans-1,4 của phần isopren nằm trong khoảng từ 10% đến 50%, và phổ biến hơn là copolyme butadien/styren/isopren bất kỳ có Tg nằm trong khoảng từ -20°C đến -70°C, là đặc biệt thích hợp.

Thế đàn hồi tổng hợp được lấy làm ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, cao su và polyme (ví dụ, homopolyme, copolyme và/hoặc terpolyme) của 1,3-butadien, styren, isopren, isobutylen, 2,3-đialkyl-1,3-butadien, trong đó alkyl có thể là metyl, etyl, propyl, v.v., acrylonitril, etylen, và propylen và các hợp chất tương tự. Ví dụ về chúng bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, cao su styren-butadien (SBR), polybutadien, polyisopren, poly(styren-co-butadien), polyme và copolyme của dien liên hợp như polybutadien, polyisopren, polyclopren, và các hợp chất tương tự, và copolyme của dien liên hợp với monome chứa nhóm etylen có thể copolyme như styren, metyl styren, clostyren, acrylonitril, 2-vinyl-pyridin, 5-metyl-2-vinylpyridin, 5-etyl-2-vinylpyridin, 2-metyl-5-vinylpyridin, acrylat được thế bằng allyl, vinyl keton, metyl isopropenyl keton, metyl vinyl, alphasetylen axit carboxylic và este và amit của chúng như axit acrylic và amit của axit dialkylacrylic. Hỗn hợp và/hoặc dẫn xuất độn

dầu của hợp thể bất kỳ trong số các thể đàn hồi được mô tả trong bản mô tả này cũng có thể được sử dụng. Cũng thích hợp để sử dụng là copolyme của etylen và alpha olefin cao khác như propylen, buten-1 và penten-1.

Theo một số phương án, có thể mong muốn phun chất làm đông tụ, ví dụ, dung dịch muối hoặc axit, cùng với dòng với latec thể đàn hồi, để thúc đẩy quá trình đông tụ của thể đàn hồi.

Chất độn lỏng dạng hạt có thể là huyền phù đặc chứa muối than hoặc chất độn thích hợp khác bất kỳ trong chất mang lỏng thích hợp. Việc chọn lọc chất mang lỏng sẽ phụ thuộc nhiều vào việc chọn lọc chất độn dạng hạt và các thông số của hệ. Cả dung dịch chất lỏng nước và không nước có thể được sử dụng, trong đó theo nhiều phương án thực hiện nước được ưu tiên xét về chi phí, độ khả dụng và tính thích hợp của nó để sử dụng trong sản xuất muối than và một số huyền phù đặc chất độn khác. Lượng nhỏ dung môi hữu cơ có thể trộn lẫn với nước cũng có thể chứa trong chất mang lỏng chứa nước.

Việc chọn lọc chất độn dạng hạt hoặc hỗn hợp của chất độn dạng hạt sẽ phụ thuộc nhiều vào mục đích sử dụng đã được dự định sản phẩm hỗn hợp gốc thể đàn hồi. Như được sử dụng trong bản mô tả này, chất độn dạng hạt có thể bao gồm vật liệu bất kỳ thích hợp để sử dụng trong quy trình hỗn hợp gốc được sử dụng để tạo ra vụn hỗn hợp gốc. Chất độn dạng hạt thích hợp gồm, ví dụ, chất độn dẫn điện, chất độn gia cố, chất độn chứa các sợi ngắn (thông thường có tỷ lệ co L/D thấp hơn 40), phiên nhỏ, v.v.. Ngoài chất độn dạng muối than và oxit silic, được mô tả chi tiết hơn dưới đây, chất độn có thể được tạo ra từ đất sét, thủy tinh, polyme như sợi aramit, v.v.. Mong muốn rằng chất độn thích hợp bất kỳ sử dụng trong chế phẩm đàn hồi có thể được kết hợp vào hợp thể đàn hồi theo các phương án khác nhau theo sáng chế. Tất nhiên, hỗn hợp của các loại chất độn dạng hạt khác nhau được mô tả trong bản mô tả này cũng có thể được sử dụng.

Khi chất độn muối than được sử dụng, việc chọn lọc muối than sẽ phụ thuộc nhiều vào mục đích sử dụng đã được dự định sản phẩm hỗn hợp gốc thể đàn hồi. Tuy ý, chất độn muối than cũng có thể bao gồm vật liệu bất kỳ có thể được tạo huyền phù

đặc và kết hợp với latec trong quy trình hỗn hợp gốc ướt cụ thể được chọn bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Chất độn dạng hạt được lấy làm ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, muội than, oxit silic được hun khói, oxit silic kết tủa, muội than được phủ, muội than đã được chức hóa bằng hóa học như muội than có các nhóm hữu cơ được gắn kèm, và muội than đã được xử lý silic, riêng rẽ hoặc kết hợp với nhau. Muội than được lấy làm ví dụ bao gồm ASTM nhóm N100 – muội than thuộc nhóm N900, ví dụ, muội than thuộc nhóm N100, muội than thuộc nhóm N200, muội than thuộc nhóm N300, muội than thuộc nhóm N700, muội than thuộc nhóm N800, hoặc muội than thuộc nhóm N900. Hợp thể đàn hồi chứa muội than thuộc loại N100, N200, và/hoặc N300 ASTM và/hoặc các muội than có diện tích bề mặt cao tương đương hoặc cao hơn, ví dụ, diện tích bề mặt được đo bằng phương pháp đo độ dày thống kê (STSA), được tính bằng mét vuông cho mỗi gam muội than, theo quy trình nêu trong ASTM D6556 (STSA) của 68 m<sup>2</sup>/g hoặc lớn hơn, ví dụ, 75 m<sup>2</sup>/g hoặc lớn hơn hoặc 95 m<sup>2</sup>/g hoặc lớn hơn, ví dụ, nằm trong khoảng từ 68 m<sup>2</sup>/g đến 400 m<sup>2</sup>/g có thể đặc biệt có lợi từ những gì được nêu trong bản mô tả này. Theo một số phương án được ưu tiên, các muội than này có cấu trúc, khi được đo bằng mức độ hấp thụ dibutyl phtalat, bằng ít nhất 60 ml/100g, ví dụ, ít nhất 80 ml/100g, hoặc từ 60 ml/100g đến 160 ml/100g. Muội than được bán dưới các tên thương mại the Regal®, Black Pearls®, Spherond®, Sterling®, và Vulcan® của hãng Cabot Corporation, các tên thương mại the Raven®, Statex®, Furnex®, và Neotex® và các dòng CD và HV của hãng Columbian Chemicals, và các tên thương mại the Corax®, Durax®, Ecorax®, và Purex® và dòng CK của hãng Evonik (Degussa) Industries, và các chất độn thích hợp khác sử dụng trong cao su hoặc các ứng dụng về lốp, cũng có thể được khai thác để sử dụng với nhiều phương án thực hiện khác nhau. Muội than đã được chức hóa bằng hóa học thích hợp bao gồm các muội than được đề cập trong đơn quốc tế số PCT/US95/16194 (WO 96/18688). Nội dung của nó được đưa vào đây bằng cách viện dẫn.

Cả muội than đã được phủ bằng silic lẫn xử lý bằng silic đều có thể được dùng trong nhiều phương án khác nhau. Trong muội than đã được xử lý silic, silic chứa các nhóm như oxit hoặc cacbua của silic được phân bố qua ít nhất một phần của kết tập muội than ở dạng một phần bên trong của muội than. Các muội than thông thường tồn

tại ở dạng kết tập, với mỗi kết tập chứa một pha là cacbon. Pha này có thể tồn tại ở dạng mầm tinh thể có grafit và/hoặc cacbon vô định hình, và thường là hỗn hợp của hai dạng. Kết tập muội than có thể được cải biến bằng cách lắng các nhóm chứa silic như oxit silic, trên ít nhất một phần bề mặt của kết tập muội than. Sản phẩm thu được có thể được mô tả ở dạng muội than được phủ silic.

Các vật liệu được mô tả trong bản mô tả này ở dạng muội than đã được xử lý silic không phải là các kết tập muội than đã được phủ hoặc nếu không là được cải biến, mà thực tế là một loại kết tập khác có hai pha. Một pha là cacbon, sẽ vẫn có mặt ở dạng mầm tinh thể có grafit và/hoặc cacbon vô định hình, trong khi pha thứ hai là oxit silic (và có thể là nhóm chứa silic khác). Do đó, pha của các nhóm chứa silic của muội than đã được xử lý silic là một phần bên trong của kết tập; nó được phân bố khắp ít nhất một phần của kết tập. Nhiều muội được xử lý bằng silic là sản phẩm của hãng Cabot Corporation có tên nhãn hiệu hàng hóa Ecoblack™. Cần phải hiểu rằng thể kết tụ/kết tập nhiều pha là hơi khác với oxit muội than được phủ silic trên đây, bao gồm khối kết tụ muội than một pha, đã được đóng viên có nhóm chứa silic lắng đọng trên bề mặt của chúng. Các muội than này có thể được xử lý bề mặt để thay thế nhóm chức oxit silic trên bề mặt của kết tập muội than như được mô tả trong, ví dụ, patent Hoa Kỳ số 6,929,783.

Một hoặc nhiều chất phụ gia cũng có thể được trộn sơ bộ, nếu thích hợp, với huyền phù đặc hoặc với chất lỏng latex thể đàn hồi hoặc có thể được kết hợp với hỗn hợp của chúng trong quá trình đông tụ. Chất phụ gia cũng có thể được trộn vào hỗn hợp đông tụ. Rất nhiều chất phụ gia là đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này và bao gồm, ví dụ, chất chống oxy hóa, chất chống ozon hóa, chất dẻo hóa, chất trợ sản xuất (ví dụ, polyme lỏng, dầu và các chất tương tự), nhựa, chất chống cháy, dầu pha loãng, dầu làm trơn, và hỗn hợp bất kỳ trong số các chất này. Chất phụ gia được lấy làm ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, oxit kẽm và axit stearic. Việc sử dụng và chọn lọc thông thường các chất phụ gia này là đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Cần phải hiểu rằng hợp thể đàn hồi được đề cập trong bản mô tả này bao gồm chế phẩm đã được lưu hóa (VR), cao su lưu hóa dẻo nhiệt (TPV), thể đàn hồi dẻo nhiệt (TPE) và polyolefin

đẻo nhiệt (TPO). Nguyên liệu TPV, TPE, và TPO còn được phân loại theo khả năng của chúng đối với việc chịu ép đùn và được đúc vài lần mà không làm mất đi đặc tính tính năng.

Phần thể đàn hồi thứ hai đối với tổng lượng cao su trong hợp thể (tức là, lượng cao su được kết hợp vào sản phẩm đông tụ bởi latec thể đàn hồi thứ hai đối với tổng lượng cao su trong chất làm đông tụ) có thể được điều chỉnh, ví dụ, bằng cách điều chỉnh tốc độ chảy tương đối của hai latec thể đàn hồi này. Các thay đổi khác có thể được thực hiện để tối ưu hóa tỷ lệ độ bền chất độn bao gồm tốc độ chảy tuyệt đối của latec thể đàn hồi thứ nhất và huyền phù đặc chứa chất độn (ví dụ, tốc độ sản xuất), tốc độ chảy tương đối của latec thể đàn hồi thứ nhất và huyền phù đặc chứa chất độn (ví dụ, tỷ lệ độ bền chất độn), vị trí của latec thể đàn hồi thứ hai được phun, và kích thước của ống phun 42. Phần thể đàn hồi thứ hai đối với tổng lượng cao su có thể nằm trong khoảng từ 0,5% khối lượng đến 50% khối lượng, ví dụ, nằm trong khoảng từ 1% khối lượng đến 45% khối lượng, nằm trong khoảng từ 5% khối lượng đến 40% khối lượng, nằm trong khoảng từ 10% khối lượng đến 15% khối lượng, nằm trong khoảng từ 15% khối lượng đến 20% khối lượng, nằm trong khoảng từ 20% khối lượng đến 25% khối lượng, nằm trong khoảng từ 25% khối lượng đến 30% khối lượng, nằm trong khoảng từ 30% khối lượng đến 35% khối lượng, nằm trong khoảng từ 35% khối lượng đến 40% khối lượng, hoặc nằm trong khoảng từ 40% khối lượng đến 45% khối lượng. Theo một số phương án, phần này có thể nằm trong khoảng từ 16% khối lượng đến 38% khối lượng. Tỷ lệ của thể đàn hồi thứ hai có thể được sử dụng phụ thuộc một phần vào thành phần mong muốn, nhưng có thể được giới hạn về mặt vật lý tùy thuộc vào lượng latec thể đàn hồi thứ nhất cần phải được phun vào bộ phận trộn 10 để tạo ra hỗn hợp đông tụ ban đầu.

Lượng chất độn trong hợp thể đàn hồi có thể là lượng bất kỳ của chất độn được sử dụng để điều chế hợp thể đàn hồi. Ví dụ, cao su có thể được tạo ra với ít nhất khoảng 10 phr (phần cho một trăm phần cao su tính theo khối lượng), ít nhất khoảng 20 phr, ít nhất khoảng 30 phr, ít nhất khoảng 40 phr, ít nhất khoảng 50 phr, ít nhất khoảng 55 phr, ít nhất khoảng 60 phr, ít nhất khoảng 65 phr ít nhất khoảng 70 phr, ít nhất khoảng 75 phr, ít nhất khoảng 80 phr, ít nhất khoảng 85 phr, ít nhất khoảng 90

phr, ít nhất khoảng 95 phr, hoặc ít nhất khoảng 100 phr chất độn. Tuy nhiên, phần mô tả trong bản mô tả này sẽ tạo ra nhiều ưu điểm hơn so với các phương pháp hỗn hợp gốc ước khác với tỷ lệ độn chất độn cao hơn, ví dụ, nằm trong khoảng từ 40 phr đến 100 phr, nằm trong khoảng từ 50 phr đến 95 phr, nằm trong khoảng từ 55 phr đến 90 phr, nằm trong khoảng từ 60 phr đến 85 phr, nằm trong khoảng từ 60 phr đến 80 phr, nằm trong khoảng từ 65 phr đến 75 phr, hoặc nằm trong khoảng từ 45 phr đến 70 phr. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ hiểu rằng những gì tạo ra “tỷ lệ độn cao” sẽ phụ thuộc vào hình thái học của chất độn, gồm, ví dụ, diện tích bề mặt và cấu trúc của nó.

Theo một số phương án, việc sử dụng latec thứ hai làm tăng tỷ lệ độn chất độn tối đa (ví dụ, tỷ lệ độn chất độn tối đa trong khi tạo ra sản phẩm đông tụ liền khối), nằm trong khoảng từ 3% đến 30%, ví dụ, nằm trong khoảng từ 3% đến 5%, nằm trong khoảng từ 5% đến 10%, nằm trong khoảng từ 10% đến 15%, nằm trong khoảng từ 15% đến 20%, nằm trong khoảng từ 20% đến 25%, hoặc nằm trong khoảng từ 25% đến 30%, đối với tỷ lệ độn chất độn tối đa trong khi tạo ra sản phẩm đông tụ liền khối mà không sử dụng latec thứ hai.

Vụn hỗn hợp gốc được điều chế từ latec thể đàn hồi thứ nhất, huyền phù đặc chứa chất độn dạng hạt, và latec thể đàn hồi thứ hai xuất hiện ở đầu tháo liệu của thiết bị phản ứng đông tụ dưới dạng dòng hầu như ổn định của chất làm đông tụ đồng thời với việc nạp các dòng latec thể đàn hồi và huyền phù đặc chứa chất độn dạng hạt vào thiết bị phản ứng đông tụ 11. Tốt hơn là, vụn hỗn hợp gốc ở dạng “sản phẩm đông tụ liền khối,” một hợp thể liên tục trong đó muội than được phân tán bên trong latec đã được đông tụ, chứ không phải là dòng gián đoạn của hợp thể trong đó các hạt cầu gián đoạn của latec đã được đông tụ được ngăn cách bởi chất mang dạng nước. Tuy nhiên, gián đoạn sản phẩm đông tụ có thể được xử lý bằng các phương pháp loại nước bằng tay hoặc theo đợt, sau đó là làm khô bằng nhiệt. Tốt hơn là, sản phẩm đông tụ liên tục được tạo ra và sau đó được tạo hình dưới dạng sản phẩm ép đùn mong muốn, ví dụ, chứa khoảng 70-85% hàm lượng nước. Sau khi tạo hình, vụn hỗn hợp gốc thu được có thể được cho đi qua thiết bị làm khô và hóa hợp thích hợp.

Theo một phương án, vụn hỗn hợp gốc được đưa từ thiết bị phản ứng đông tụ

11 đến thiết bị ép đùn loại nước nhờ tự rơi đơn giản hoặc các thiết bị thích hợp khác đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Thiết bị ép đùn loại nước có thể đưa hợp thể đàn hồi từ, ví dụ, nằm trong khoảng từ 70 đến 85% hàm lượng nước, đến hàm lượng nước mong muốn, ví dụ, nằm trong khoảng từ 1% đến 20% hàm lượng nước. Hàm lượng nước tối ưu có thể thay đổi với thể đàn hồi được dùng, dạng chất độn, và quy trình xử lý ở bên dưới mong muốn. Thích hợp thiết bị ép đùn loại nước là đã biết và có bán trên thị trường của, ví dụ, the French Oil Mill Machinery Co. (Piqua, Ohio, USA).

Sau khi khử nước, sản phẩm đông tụ đã được loại nước thu được có thể được làm khô. Theo một số phương án, sản phẩm đông tụ đã được loại nước được làm khô bằng nhiệt đơn giản. Tốt hơn là, sản phẩm đông tụ đã được loại nước đi ra khỏi thiết bị ép đùn loại nước được ngào trộn bằng cơ học kết hợp làm khô. Ví dụ, sản phẩm đông tụ đã được loại nước có thể được xử lý bằng cơ học bằng một hoặc nhiều máy trộn liên tục, máy nhào trộn, thiết bị ép đùn hai trục vít, thiết bị ép đùn một trục vít, hoặc máy xay trục lăn. Thiết bị làm nhuyễn thích hợp là đã biết và có bán trên thị trường gồm, ví dụ, máy trộn liên tục Unimix và máy MVX (Mixing, Venting, eXtruding) của Farrel Corporation của Ansonia, Conn., máy trộn dài liên tục của Pomini, Inc., máy trộn liên tục Pomini, thiết bị ép đùn khớp nối quay cùng tốc độ rôto kép, thiết bị ép đùn không khớp nối quay khác tốc độ rôto kép, máy trộn Banbury, máy trộn Brabender, máy nhào trộn dạng khớp nối, máy nhào trộn kiểu khuấy trộn, thiết bị ép đùn hóa hợp liên tục, thiết bị ép đùn dạng nghiền trục kép do Kobe Steel, Ltd. sản xuất, và máy trộn liên tục Kobe. Các thiết bị làm nhuyễn thay thế thích hợp để sử dụng với các phương án khác nhau theo sáng chế là đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các phương pháp làm nhuyễn bằng cơ học hợp thể đã được loại nước được lấy làm ví dụ được đề cập trong các patent Hoa Kỳ số 6,929,783 và 6,841,606, và đơn PCT số US09/000732, nội dung của nó được đưa vào bản mô tả này bằng cách viện dẫn.

Theo một số phương án, các chất phụ gia có thể được kết hợp với sản phẩm đông tụ đã được loại nước trong máy trộn cơ học. Đặc biệt là, các chất phụ gia như chất độn (có thể là giống nhau, hoặc khác nhau, chất độn được sử dụng trong thiết bị

phản ứng đông tụ; ví dụ về chất độn gồm oxit silic và oxit kẽm, với oxit kẽm cũng hoạt động như chất hóa rắn), các thể đàn hồi khác, hỗn hợp gốc khác hoặc hỗn hợp gốc bổ sung, chất chống oxy hóa, chất chống ozon hóa, chất dẻo hóa, chất trợ gia công (ví dụ, axit stearic, cũng có thể được sử dụng làm chất hóa rắn, polyme lỏng, dầu, sáp, và các chất tương tự), nhựa, chất chống cháy, dầu độn, dầu làm trơn, và hỗn hợp của any của them, có thể được bổ sung trong máy trộn cơ học. Theo một số phương án khác, thể đàn hồi bổ sung có thể được kết hợp với sản phẩm đông tụ đã được loại nước để thu được hỗn hợp đàn hồi. Thể đàn hồi được lấy làm ví dụ gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, cao su, polymes (ví dụ, homopolyme, copolyme và/hoặc terpolyme) của 1,3-butadien, styren, isopren, isobutylene, 2,3-dialkyl-1,3-butadien, trong đó alkyl có thể là methyl, ethyl, propyl, v.v., acrylonitril, etylen, và propylen và các hợp chất tương tự. Các phương pháp sản xuất hỗn hợp hỗn hợp gốc được đề cập trong các patent Hoa Kỳ của chính các tác giả sáng chế này số 7,105,595, 6,365,663, và 6,075,084. Theo cách khác hoặc ngoài ra, các kỹ thuật hóa hợp truyền thống có thể được sử dụng để kết hợp các chất lưu hóa và các chất phụ gia khác đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này với sản phẩm đông tụ đã được loại nước hoặc, trong đó thiết bị ngào trộn được sử dụng để làm khô nguyên liệu, hỗn hợp gốc đã được ngào trộn thu được, tùy thuộc vào mục đích mong muốn.

Theo một số phương án, hợp thể đàn hồi có thể được sử dụng trong hoặc được tạo ra để sử dụng trong các bộ phận khác nhau của lớp xe, ví dụ, lớp xe, hoa văn lớp xe, mép lớp xe, phần bọc tanh cho lớp xe, và keo gắn đệm lót cho lớp xe đã được lắp lại. Ngoài ra, các ứng dụng không phải lớp xe đối với các hợp thể đàn hồi này bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các thành phần cao su của bộ máy, các đường ray, các dây đai khai khoáng, các thành phần cao su của bộ hydro, bộ đỡ tàu, bộ giảm địa chấn, bánh xích và đế bánh xích cho thiết bị được đẩy bằng bánh xích như máy ủi, v.v., thiết bị khai khoáng như lưới sàng, bạc đỡ thiết bị khai khoáng, băng chuyền, máng lót ống khói, máng lót bơm huyền phù đặc, các bộ phận của máy bơm bùn như bộ cánh bơm, chân van, thân van, đùm trục pittông, thanh đẩy pittông, và cần đẩy, bộ cánh bơm cho các ứng dụng khác nhau như trộn huyền phù đặc và bộ cánh bơm huyền phù đặc, đệm lót máy nghiền, các xyclon và hydrocyclon, và mối nối giãn nở, thiết bị trên biển như lớp lót máy bơm (ví dụ, bơm động cơ của máy gắn ngoài, máy bơm

bùn), các ống (ví dụ, ống nạo vét và các ống cho động cơ lắp ngoài), và thiết bị trên biển khác, đệm kín trục dùng trong môi trường biển, dầu, hang không vũ trụ, và các ứng dụng khác, các trục cánh quạt, lớp lót cho đường ống truyền tải, ví dụ, cát dầu và/hoặc cát dầu nặng, và các ứng dụng khác cần đến độ bền mài mòn.

Sáng chế sẽ được hiểu rõ hơn với các ví dụ chỉ nhằm mục đích minh họa sau

### Ví dụ thực hiện sáng chế

#### Ví dụ 1

#### Điều chế huyền phù đặc của muội than

Muội than khô (loại được cho thấy trong bảng 1, dưới đây, thu được từ Cabot Corporation) được trộn với nước và được nghiền để tạo ra huyền phù đặc có nồng độ nằm trong khoảng 10-15% khối lượng. Huyền phù đặc này được nạp vào thiết bị làm đồng nhất hóa ở áp suất làm việc khoảng 3000 psig (20,684 MPa) để thu được huyền phù đặc chứa muội than được phân tán mịn, và huyền phù đặc này được đưa vào dưới dạng phun vào vùng trộn. Tốc độ chảy của muội than được điều chỉnh đến 690-960 kg/giờ (tính theo lượng ướt) để cải biến mức độ phân tán muội than cuối trong các hợp thể được tạo ra với latec tự nhiên và đến 1145 kg/giờ (tính theo lượng ướt) khi latec cô đặc được sử dụng.

Bảng 1

| Loại muội than            | STSA*<br>(m <sup>2</sup> /g) | Mức độ hấp thụ<br>DBP ** (ml/100g) |
|---------------------------|------------------------------|------------------------------------|
| N234                      | 114                          | 125                                |
| N134                      | 131                          | 127                                |
| Muội than thử<br>nghiệm 1 | 154                          | 123                                |

\*ASTM D6556

\*\*ASTM D2414

### Phân phối latec thứ nhất

Nguyên liệu latec cao su tự nhiên được mô tả trong Bảng 2 (latec tự nhiên, trừ khi được chỉ ra theo cách khác trong Bảng 2) được bơm vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đồng tụ. Latec tốc độ chảy được điều chỉnh nằm trong khoảng 320-790 kg/giờ (tính theo lượng ướ́t) để cải biến mức độ đậm đặc cuối.

### Trộn muối than và latec

Huyền phù đặc chứa muối than và latec được trộn bằng cách cho latec cuốn theo vào huyền phù đặc chứa muối than trong bộ phận trộn (ví dụ, bộ phận trộn 10) của thiết bị phản ứng đồng tụ tương tự với thiết bị được thể hiện trên Fig.1. Trong quá trình cuốn theo, muối than được trộn kỹ trong latec và hỗn hợp này được đồng tụ.

### Phân phối latec thứ hai

Latec cao su tự nhiên nguyên liệu được mô tả trong Bảng 2 được bơm vào nhiều vị trí ở bên dưới của bộ phận trộn của thiết bị phản ứng đồng tụ ở áp suất nằm trong khoảng 3-8 bar bắt đầu ở tốc độ khoảng 80 kg/giờ (tính theo lượng ướ́t). Latec được phun ở góc vuông với thành của thiết bị phản ứng đồng tụ mà ống phun (ví dụ, element 28) được gắn vào. Tốc độ bơm tăng dần đến tốc độ tối đa 300 kg/giờ (tính theo lượng ướ́t) đến khi sản phẩm đồng tụ đi ra khỏi thiết bị khuếch tán có hình thái mong muốn. Ở bên dưới của bộ phận trộn, bộ phận khuếch tán có một loạt các đoạn, mỗi đoạn có đường kính cao tăng dần so với đoạn 18 trước đó, với phần chuyển tiếp được làm vát ở giữa các đoạn. Đoạn thứ nhất của thiết bị khuếch tán (ví dụ, 18a trên Fig.1) có chiều dài là 4 in (10,2 cm); đoạn thứ hai (ví dụ, 18b trên Fig.1) dài 3 in (7,6 cm). Góc của vùng chuyển tiếp (ví dụ  $\alpha$  trên Fig.2) là 7 độ. Tỷ lệ của các đường kính giữa đoạn thứ hai (ví dụ, 18b trên Fig.1) với đoạn thứ nhất (ví dụ, 18a trên Fig.1), là khoảng 1,7. Vị trí mà ở đó latec thứ hai được bơm và phần cao su từ latec thứ hai trong thành phẩm (tức là, tỷ lệ của cao su từ latec thứ hai so với tổng lượng cao su từ các dòng latec thứ nhất và thứ hai) được cho thấy trong bảng 2 dưới đây. Dữ liệu được thể hiện dưới dạng in đậm phản ánh tỷ lệ độ đậm tối đa đạt được đối với vị trí cụ thể để phun latec thứ hai, được liệt kê trong Bảng 3 dưới đây.

Bảng 2A

| Loại muối than                                                     | N234                  | N234                  |      |      |      | N234                 |      |      |
|--------------------------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------|------|------|------|----------------------|------|------|
| Vị trí phun latec thứ hai                                          | Đối chứng             | Giữa khu vực thứ nhất |      |      |      | Giữa khu vực thứ hai |      |      |
| Tỷ lệ độ ẩm muối than theo tính toán sau latec thứ nhất, phr       | 56                    | 62                    | 70   | 75   | 80   | 85                   | 90   | 95   |
| Năng suất* . Kg/giờ                                                | 262                   | 255                   | 247  | 232  | 227  | 211                  | 208  | 203  |
| DRC latec thứ nhất**, %                                            | 30,7                  | 30,7                  | 30,7 | 30,7 | 30,7 | 30,7                 | 30,7 | 30,7 |
| DRC latec thứ hai, %                                               | -                     | 30,7                  | 30,7 | 30,7 | 30,7 | 30,7                 | 30,7 | 30,7 |
| DRC latec thứ hai/tổng DRC, %                                      | -                     | 31                    | 33   | 35   | 36   | 38                   | 39   | 40   |
| Thời gian lưu trước khi bổ sung latec thứ hai (10 <sup>-2</sup> s) |                       | 1,2                   | 1,2  | 1,3  | 1,3  | 6,5                  | 6,5  | 6,7  |
| Sản phẩm đông tụ liền khối                                         | Có, đôi khi gián đoạn | Có                    | Có   | Có   | Có   | Có                   | No   | No   |
| được đo tỷ lệ độ ẩm muối than, phr                                 | 59,7                  | 49,4                  | 54,7 | 58,4 | 59,2 | 62,5                 | 64,2 | 68,3 |

\*Trên cơ sở muối than và chỉ latec thứ nhất

\*\*Hàm lượng cao su khô

Bảng 2B

| Loại muối than                                               | N234                  | N234                 | N234                                  | N234                                   |
|--------------------------------------------------------------|-----------------------|----------------------|---------------------------------------|----------------------------------------|
| Vị trí phun latec thứ hai                                    | Giữa khu vực thứ nhất | Giữa khu vực thứ hai | 1" ở bên trên từ giữa khu vực thứ hai | 1" ở bên dưới từ giữa khu vực thứ nhất |
| Tỷ lệ độ ẩm than theo tính toán sau latec thứ nhất, phr      | 67                    | 67                   | 70                                    | 63                                     |
| Năng suất* . Kg/giờ                                          | 253                   | 250                  | 238                                   | 253                                    |
| DRC latec thứ nhất**, %                                      | 30,7                  | 30,7                 | 30,7                                  | 30,7                                   |
| DRC latec thứ hai***, %                                      | 14,1                  | 14,1                 | 14,2                                  | 14,0                                   |
| DRC latec thứ hai/tổng DRC, %                                | 18                    | 11                   | 12                                    | 11                                     |
| Thời gian lưu trước khi bổ sung latec thứ hai ( $10^{-2}$ s) | 1,2                   | 5,8                  | 4,4                                   | 1,8                                    |
| Sản phẩm đông tụ liên khối                                   | Có                    | Có                   | No                                    | Có                                     |
| được đo tỷ lệ độ ẩm muối than, phr                           | 59,9                  | 62,1                 | 67                                    | 62,2                                   |
|                                                              |                       |                      |                                       | 62,3                                   |

\*Trên cơ sở muối than và chỉ latec thứ nhất

\*\* Hàm lượng cao su khô

\*\*\*DRC được điều chỉnh bằng cách pha loãng với nước

Bảng 2C

| Loại muối than                                                     | N234                                                  |      |      | N234      | N234                                                  |      |      |
|--------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|------|------|-----------|-------------------------------------------------------|------|------|
|                                                                    | phân chuyển tiếp giữa các khu vực thứ nhất và thứ hai |      |      | Đối chứng | phân chuyển tiếp giữa các khu vực thứ nhất và thứ hai |      |      |
| Vị trí phun latec thứ hai                                          |                                                       |      |      |           |                                                       |      |      |
| Tỷ lệ độ ẩm muối than theo tính toán sau latec thứ nhất, phr       | 77                                                    | 79   | 78   | 60        | 87                                                    | 83   | 85   |
| Năng suất* . Kg/giờ                                                | 233                                                   | 217  | 217  | 266       | 205                                                   | 221  | 215  |
| DRC latec thứ nhất**, %                                            | 30,7                                                  | 30,7 | 30,7 | 28,7      | 28,7                                                  | 28,7 | 28,7 |
| DRC latec thứ hai***, %                                            | 13,6                                                  | 13,6 | 16,0 | -         | 15,1                                                  | 15,1 | 15,1 |
| DRC latec thứ hai/tổng DRC, %                                      | 23                                                    | 25   | 28   | -         | 24                                                    | 22   | 23   |
| Thời gian lưu trước khi bổ sung latec thứ hai (10 <sup>-2</sup> s) | 2,6                                                   | 2,8  | 2,8  |           | 2,8                                                   | 2,7  | 2,7  |
| Sản phẩm đông tụ liền khối                                         | Có                                                    | No   | Có   | No        | Có                                                    | Có   | Có   |
| tỷ lệ độ ẩm muối than đo được, phr                                 | 69,8                                                  | 71,5 | 71,1 | 59,7      | 70,2                                                  | 67,9 | 68,8 |

\*Trên cơ sở muối than và chỉ latec thứ nhất

\*\* Hàm lượng cao su khô

\*\*\*DRC được điều chỉnh bằng cách pha loãng với nước

Bảng 2D

| Loại muối than                                               | N234                                                  |      |      |      |      |
|--------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|------|------|------|------|
| Vị trí phun latec thứ hai                                    | Phân chuyển tiếp giữa các khu vực thứ nhất và thứ hai |      |      |      |      |
| Tỷ lệ độ ẩm muối than theo tính toán sau latec thứ nhất, phr | 78                                                    | 80   | 82   | 83   | 80   |
| Năng suất*. Kg/giờ                                           | 222                                                   | 221  | 218  | 215  | 214  |
| DRC latec thứ nhất**, %                                      | 28,7                                                  | 28,7 | 28,7 | 28,7 | 28,7 |
| DRC latec thứ hai***, %                                      | 14,8                                                  | 14,8 | 14,8 | 14,8 | 10,7 |
| DRC latec thứ hai/tổng DRC, %                                | 21                                                    | 22   | 22   | 22   | 17   |
| Thời gian lưu trước khi bổ sung latec thứ hai ( $10^{-2}$ s) | 2,6                                                   | 2,7  | 2,7  | 2,7  | 2,7  |
| Sản phẩm đông tụ liên khối                                   | Có                                                    | Có   | Có   | Có   | Có   |
| Được đo tỷ lệ độ ẩm muối than, phr                           | 62,6                                                  | 66,1 | 65,9 | 66,9 | 66,4 |

\*Trên cơ sở muối than và chỉ latec thứ nhất

\*\* Hàm lượng cao su khô

\*\*\*DRC được điều chỉnh bằng cách pha loãng với nước

Bảng 2E

| Loại muội than                                               | Muội than thử nghiệm 1 |      |                                       |      |                                                       |      |      |      |      |      |      |
|--------------------------------------------------------------|------------------------|------|---------------------------------------|------|-------------------------------------------------------|------|------|------|------|------|------|
|                                                              | Đối chứng              |      | 1" ở bên trên từ giữa khu vực thử hai |      | Phần chuyển tiếp giữa các khu vực thử nhất và thử hai |      |      |      |      |      |      |
| Vị trí phun latec thử hai                                    | 49                     | 42   | 57                                    | 52   | 59                                                    | 70   | 55   | 62   | 62   | 79   | 82   |
| Tỷ lệ độ ẩm muội than theo tính toán sau latec thử nhất, phr | 272                    | 295  | 244                                   | 323  | 240                                                   | 211  | 243  | 229  | 230  | 199  | 207  |
| Năng suất*. kg/giờ                                           | 28,7                   | 29,6 | 29,6                                  | 29,6 | 29,6                                                  | 29,6 | 29,6 | 29,6 | 29,6 | 29,6 | 29,6 |
| DRC latec thử nhất**, %                                      | -                      | -    | 10,7                                  | 10,7 | 10,7                                                  | 10,7 | 10,7 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 29,6 |
| DRC latec thử hai***, %                                      | -                      | -    | 14                                    | 10   | 14                                                    | 16   | 9    | 21   | 21   | 36   | 38   |
| DRC latec thử hai/tổng DRC, %                                |                        |      | 4,0                                   | 3,1  | 2,4                                                   | 2,6  | 2,4  | 2,4  | 2,4  | 2,7  | 2,6  |
| Thời gian lưu trước khi bổ sung latec thử hai ( $10^{-2}$ s) |                        |      |                                       |      |                                                       |      |      |      |      |      |      |
| Sản phẩm đồng tụ liên khối                                   | No                     | Có   | Có                                    | Có   | Có                                                    | Có   | Có   | Có   | Có   | Có   | Có   |
| được đo tỷ lệ độ ẩm muội than, phr                           | 46,3                   | 49,3 | 51,4                                  | 48,4 | 51,6                                                  | 54,3 | 51,3 | 51,7 | 51,4 | 55   | 54,9 |

\*Trên cơ sở muội than và chỉ latec thử nhất; \*\* Hàm lượng cao su khô; \*\*\*DRC được điều chỉnh bằng cách pha loãng với nước

Bảng 2F

| Loại muối than                                                     | Muối than thử nghiệm 1                                |      |      |      | N134      |                                                       |      |      | N234    |
|--------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|------|------|------|-----------|-------------------------------------------------------|------|------|---------|
| Vị trí phun latec thứ hai                                          | Phần chuyển tiếp giữa các khu vực thử nhất và thứ hai |      |      |      | Đối chứng | Phần chuyển tiếp giữa các khu vực thử nhất và thứ hai |      |      |         |
| Tỷ lệ độn muối than theo tính toán sau latec thử nhất, phr         | 80                                                    | 84   | 87   | 90   | 60        | 83                                                    | 83   | 87   | 65      |
| Năng suất* . kg/giờ                                                | 286                                                   | 288  | 292  | 302  | 280       | 296                                                   | 296  | 279  | 496     |
| DRC latec thử nhất**, %                                            | 30,3                                                  | 30,3 | 30,3 | 30,3 | 29,8      | 29,8                                                  | 29,8 | 29,8 | 59,3*** |
| DRC latec thử hai, %                                               | 30,3                                                  | 30,3 | 30,3 | 30,3 | ---       | 29,8                                                  | 29,8 | 29,8 | 59,3*** |
| DRC latec thử hai/tổng DRC, %                                      | 22                                                    | 27   | 27   | 30   | ---       | 17                                                    | 20   | 25   | 27      |
| Thời gian lưu trước khi bổ sung latec thử hai (10 <sup>-2</sup> s) | 2,4                                                   | 2,4  | 2,4  | 2,3  | ---       | 2,3                                                   | 2,3  | 2,5  | 1,9     |
| Sản phẩm đông tụ liền khối                                         | Có                                                    | Có   | Có   | Có   | Có        | Có                                                    | Có   | Có   | Có      |
| tỷ lệ độn muối than (thực tế) đo được, phr                         | 60,3                                                  | 60,1 | 59   | 61,6 | 54,9      | 63,5                                                  | 62,6 | 64,4 | 47,8    |

\*Trên cơ sở muối than và chi latec thử nhất

\*\* Hàm lượng cao su khô

\*\*\* Latec cô đặc

Đối với các ví dụ thành công về kết hợp latec thứ hai theo phương án của sáng chế, vụn hỗn hợp gốc đi ra khỏi thiết bị phản ứng đông tụ dưới dạng dòng liên tục của sản phẩm đông tụ liên khối. Các ví dụ không thành công sử dụng latec thứ hai có thể trái ngược với các mẫu thành công có các điều kiện vận hành tương tự; nói chung, cao su được thu hồi từ các ví dụ như vậy chứa tỷ lệ độn muối than cao hơn. Các mẫu như vậy được đi ra khỏi thiết bị phản ứng đông tụ dưới dạng sản phẩm đông tụ dạng cát gián đoạn làm tắc thiết bị ép đùn loại nước. Bảng 3, dưới đây, cho thấy tỷ lệ độn tối đa, tức là, hàm lượng chất độn tối đa trong hợp thể đàn hồi, tính theo phần cho một trăm phần cao su (phr), mà sản phẩm đông tụ liên khối được tạo ra (tức là, các cố gắng để thu được vụn hỗn hợp gốc có hàm lượng chất độn cao hơn không làm tạo ra sản phẩm đông tụ liên khối).

Bảng 3

| Điểm phun trong thiết bị khuếch tán               | Tỷ lệ độn muối than tối đa, phr |      |                        |
|---------------------------------------------------|---------------------------------|------|------------------------|
|                                                   | N234                            | N134 | Muối than thử nghiệm 1 |
| Đối chứng (không phun)                            | 59,7*                           | 54,9 | 49,3                   |
| Giữa khu vực thứ nhất                             | 59,9                            | --   | --                     |
| 1" ở bên dưới từ giữa khu vực thứ nhất            | 62,5                            | --   | --                     |
| Phần chuyển tiếp giữa thứ nhất và khu vực thứ hai | 71,1                            | 64,4 | 61,6                   |
| 1" ở bên trên từ giữa khu vực thứ hai             | 65                              | --   | 51,4                   |
| Giữa khu vực thứ hai                              | 62,1                            | --   | --                     |

\*sản phẩm đông tụ gián đoạn

Các kết quả đã cho thấy rằng việc vận hành có thể thay đổi như tốc độ chảy của dòng latec thứ nhất và thứ hai, tốc độ sản xuất, tỷ lệ cao su thứ hai, và tỷ lệ độn muối than có thể được tối ưu hóa đối với nhau để cải thiện khả năng gia công và làm tăng tỷ lệ độn chất độn. Fig.3 cho thấy tỷ lệ độn cao nhất đạt được khi có và không có latec thứ hai đối với ba loại muối than được mô tả trên đây. Các kết quả cho thấy rằng mặc dù hình thái học của muối than tác động đến tỷ lệ độn tối đa có thể đạt được trong quá trình tạo ra sản phẩm đông tụ liên khối, nhưng việc sử dụng latec thứ hai tạo ra sự cải thiện rõ ràng và vững chắc về tỷ lệ độn đạt được.

#### Loại nước

Vụn hỗn hợp gốc được xả ra khỏi thiết bị phản ứng đông tụ được loại nước đến độ ẩm nằm trong khoảng từ 10 đến 20% bằng thiết bị ép dùn loại nước (The French Oil Machinery Company, Piqua, OH). Trong thiết bị ép dùn này, vụn hỗn hợp gốc được nén, và nước được ép khỏi phần vụn được đẩy qua trống có rãnh của thiết bị ép dùn.

#### Làm khô và làm nguội

Sản phẩm đông tụ đã được loại nước được cho rơi vào thiết bị hóa hợp liên tục (Farrel Mixer (FCM), Farrel Corporation) nơi nó được ngào trộn và được trộn với 1 phr chất chống oxy hóa (N-(1,3-đimetylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylendi-amin (6PPD, Flexsys, St. Louis, MO). Hàm lượng ẩm của hỗn hợp gốc đã được ngào trộn đi ra khỏi FCM là nằm trong khoảng 1-2%. Hỗn hợp gốc đã được ngào trộn còn được ngào trộn và được làm nguội trên máy cán trần để tạo ra hợp thể đàn hồi khô. Mức độn muối than thực tế được xác định bằng nhiệt phân nitơ (các trị số được liệt kê trong các bảng 2A-2E) hoặc TGA (các trị số được liệt kê trên Bảng 2F) trên sản phẩm khô. Hợp thể đàn hồi đã được làm khô được lưu hóa; các đặc tính cơ học của hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa (ví dụ, tang delta, tỷ lệ ứng suất ở mức biến dạng 300% và 100%) thay đổi theo tỷ lệ độn tương tự với các đặc tính cơ học của hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa có tỷ lệ độn chất độn thấp hơn và được điều chế bằng cách sử dụng cùng một kỹ thuật nhưng không có latec thứ hai. Việc phun latec thứ hai cho phép sản xuất hợp thể đàn hồi có mức độ độn cao hơn mà vẫn không làm mất đi tính năng của các hợp chất cao su cuối.

## Ví dụ 2

### Điều chế huyền phù đặc chứa chất độn

Muội than đã được xử lý silic (muội than CRX<sup>TM</sup> 2000 ECOBLACK<sup>®</sup> đã được xử lý silic, của hãng Cabot Corporation) được trộn với nước và được nghiền để tạo ra huyền phù đặc có nồng độ khoảng 10-15% khối lượng. Huyền phù đặc này được nạp vào thiết bị làm đồng nhất hóa ở áp suất làm việc khoảng 3000 psig (20,684 MPa) để thu được huyền phù đặc chứa muội than được phân tán mịn, và huyền phù đặc này được đưa vào dưới dạng phun vào vùng trộn. Tốc độ chảy của huyền phù đặc được điều chỉnh đến 690-960 kg/giờ (tính theo lượng ướ) để cải biến tỷ lệ độn chất độn cuối trong hợp thể được tạo ra với latec tự nhiên và đến 1145 kg/giờ (tính theo lượng ướ) khi latec cô đặc được sử dụng.

### Phân phối latec thứ nhất

Latec tự nhiên có hàm lượng cao su khô khoảng 27-31% hoặc latec cao su tự nhiên cô đặc được bơm vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đồng tụ. Tốc độ chảy của latec được điều chỉnh nằm trong khoảng 320-790 kg/giờ (tính theo lượng ướ) để cải biến mức độ độn chất độn cuối.

### Trộn chất độn và latec

Huyền phù đặc chứa chất độn và latec được trộn bằng cách cho latec cuốn theo vào huyền phù đặc chứa chất độn trong bộ phận trộn (ví dụ, bộ phận trộn 10) của thiết bị phản ứng đồng tụ tương tự với thiết bị được thể hiện trên Fig.1. Trong quá trình cuốn theo, chất độn được trộn kỹ trong latec và hỗn hợp đồng tụ. Ở bên dưới của bộ phận trộn, bộ phận khuếch tán có một loạt các đoạn, mỗi đoạn có đường kính cao tăng dần so với đoạn 18 trước đó, với phần chuyển tiếp được làm vát ở giữa các khu vực.

### Phân phối latec thứ hai

Latec tự nhiên được bơm vào hỗn hợp đồng tụ của huyền phù đặc chứa chất độn và latec ở phần chuyển tiếp giữa các khu vực thứ nhất và thứ hai (ví dụ, 20a trên Fig.1) ở áp suất 3-8 ba bắt đầu ở tốc độ khoảng 80 kg/giờ (tính theo lượng

ướt). Latec được phun ở góc vuông với thành của thiết bị phản ứng đông tụ. Tốc độ bơm được tăng dần đến mức tối đa 300 kg/giờ (tính theo lượng ướt) đến khi sản phẩm đông tụ đi ra khỏi thiết bị khuếch tán có hình thái học mong muốn.

#### Loại nước

Vụn hỗn hợp gốc được xả ra khỏi thiết bị phản ứng đông tụ được loại nước đến độ ẩm nằm trong khoảng 10-20% bằng thiết bị ép đùn loại nước (The French Oil Machinery Company). Trong thiết bị ép đùn này, vụn hỗn hợp gốc được nén, và được ép nước ra khỏi phần vụn được đẩy qua trống có rãnh của thiết bị ép đùn.

#### Làm khô và làm nguội

Sản phẩm đông tụ đã được loại nước được cho rơi vào thiết bị hóa hợp liên tục (Farrel Mixer (FCM), Farrel Corporation) ở đó nó được ngào trộn và được trộn với 1 phr chất chống oxy hóa (N-(1,3-đimetylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylendi-amin (6PPD, Flexsys, St. Louis, MO) và 1,5 phr chất liên hợp (bis-(triethoxysilylpropyl)tetrasulfua (TESPT, Si-69, của hãng Evonik Industries, Essen, Germany)). Hàm lượng ẩm của hỗn hợp gốc đã được ngào trộn đi ra khỏi FCM là khoảng 1-2%. Sản phẩm này còn được ngào trộn và được làm nguội trên máy cán trần để tạo ra hợp thể đàn hồi khô.

#### Ví dụ 3

##### Điều chế chất độn huyền phù đặc

Hỗn hợp của muội than và oxit silic (N234 muội than, của hãng Cabot Corporation, và HiSild 233 oxit silic, của hãng PPG Industries, Pittsburgh, PA) được trộn với nước và được nghiền để tạo ra huyền phù đặc có nồng độ khoảng 10-15% khối lượng, trong đó tỷ lệ khối lượng giữa muội than với oxit silic nằm trong khoảng từ 60:40 đến 80:20. Huyền phù đặc được nạp vào thiết bị làm đồng nhất hóa ở áp suất làm việc khoảng 3000 psig (20,684 MPa) để thu được huyền phù đặc chứa muội được phân tán mịn, và huyền phù đặc này được đưa vào dưới dạng phun vào vùng trộn. Tốc độ chảy của huyền phù đặc được điều chỉnh đến 690-960 kg/giờ (tính theo lượng ướt) để cải biến mức độ đôn chất độn cuối trong hợp thể được tạo

ra với latec tự nhiên và đến 1145 kg/giờ (tính theo lượng ướ) khi latec cô đặc được sử dụng.

#### Phân phối latec thứ nhất

Latec tự nhiên có hàm lượng cao su khô khoảng 27-31% hoặc latec cao su tự nhiên cô đặc được bơm vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đông tụ. Latec tốc độ chảy được điều chỉnh nằm trong khoảng 320-790 kg/giờ để cải biến mức độ độn chất độn cuối.

#### Trộn chất độn và latec

Huyền phù đặc chứa chất độn và latec được trộn bằng cách cho latec cuốn theo vào huyền phù đặc chứa chất độn trong bộ phận trộn (ví dụ, bộ phận trộn 10) của thiết bị phản ứng đông tụ tương tự với thiết bị được thể hiện trên Fig.1. Trong quá trình cuốn theo, chất độn được trộn kỹ trong latec và hỗn hợp này đông tụ.

#### Phân phối latec thứ hai

Latec tự nhiên được bơm vào hỗn hợp đông tụ của huyền phù đặc chứa chất độn và latec ở phần chuyển tiếp giữa các khu vực thứ nhất và thứ hai (ví dụ, 20a trên Fig.1) ở áp suất của 3-8 bar bắt đầu ở tốc độ khoảng 80 kg/giờ (tính theo lượng ướ). Latec được phun ở góc vuông với thành của thiết bị phản ứng đông tụ. Tốc độ bơm được tăng dần đến tối đa 300 kg/giờ (tính theo lượng ướ) đến khi sản phẩm đông tụ đi ra khỏi thiết bị khuếch tán có hình thái học mong muốn.

#### Loại nước

Vụn hỗn hợp gốc được xả ra khỏi thiết bị phản ứng đông tụ được loại nước đến độ ẩm nằm trong khoảng 10-20% bằng thiết bị ép đùn loại nước (The French Oil Machinery Company). Trong thiết bị ép đùn này, vụn hỗn hợp gốc được nén, và được ép nước ra khỏi phần vụn được đẩy qua trống có rãnh của thiết bị ép đùn.

#### Làm khô và làm nguội

Sản phẩm đông tụ đã được loại nước được cho rơi vào thiết bị hóa hợp liên tục (Farrel Mixer (FCM), Farrel Corporation) ở đó nó được ngào trộn và được

trộn với 1 phr chất chống oxy hóa (N-(1,3-đimetylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylendiamin (6PPD, Flexsys, St. Louis, MO) và 1,5 phr chất liên hợp (bis-(triethoxysilylpropyl)tetrasulfua (TESPT, Si-69, của hãng Evonik Industries, Essen, Germany)). Hàm lượng ẩm của hỗn hợp gốc đã được ngào trộn đi ra khỏi FCM là khoảng 1-2%. Sản phẩm này còn được ngào trộn và được làm nguội trên máy cán trần để tạo ra hợp thể đàn hồi khô.

#### Ví dụ 4

Muội than khô (N234, thu được từ Cabot Corporation) được trộn với nước và được nghiền để tạo ra huyền phù đặc có nồng độ khối lượng khoảng 10-15%. Huyền phù đặc này được nạp vào thiết bị làm đồng nhất hóa ở áp suất làm việc khoảng 3000 psig (20,684 MPa) để thu được huyền phù đặc chứa muối được phân tán mịn, và huyền phù đặc này được đưa vào dưới dạng phun vào vùng trộn. Tốc độ chảy của muối than (tính theo lượng khô) được thể hiện trong Bảng 4, dưới đây.

#### Phân phối latec thứ nhất

Latec tự nhiên có hàm lượng cao su khô khoảng 27-31% được bơm vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đồng tụ. Tốc độ phân phối của cao su thứ nhất (tính theo cao su khô) trong vùng trộn được liệt kê trong Bảng 4, dưới đây.

#### Trộn muối than và latec

Huyền phù đặc chứa muối than và latec được trộn bằng cách cho latec cuốn theo vào huyền phù đặc chứa muối than trong bộ phận trộn (ví dụ, bộ phận trộn 10) của thiết bị phản ứng đồng tụ tương tự với thiết bị được thể hiện trên Fig.1. Trong quá trình cuốn theo, muối than được trộn kỹ trong latec và hỗn hợp này được đồng tụ.

#### Phân phối latec thứ hai

Latec tự nhiên được bơm vào bên dưới, bộ phận khuếch tán của thiết bị phản ứng đồng tụ ở phần chuyển tiếp giữa các khu vực thứ nhất và thứ hai của thiết bị khuếch tán (ví dụ, 20a on Fig.1), và góc  $\alpha$  (xem Fig.2) là 7 độ. Chiều dài của khu vực thứ nhất của thiết bị khuếch tán (ví dụ, 18a trên Fig.1) thay đổi trong khoảng 4

đến 8,5 inso; thời gian lưu thu được trước khi đưa dòng latec thứ hai được liệt kê trong Bảng 4, cùng với tốc độ phân phối cao su thứ hai (tính theo cao su khô). Thời gian lưu tương ứng đối với Ví dụ so sánh (tức là, thời gian lưu trong khu vực thứ nhất của thiết bị khuếch tán) là  $1,8 \cdot 10^{-2}$  giây. Tốc độ bơm của latec thứ nhất và thứ hai và của huyền phù đặc chứa muối than được điều chỉnh để đạt được năng suất nằm trong khoảng 450-500 kg/giờ (tính theo lượng khô).

Bảng 4

| Ví dụ                                                          | Ví dụ so sánh | 4-1  | 4-2  | 4-3  | 4-4  | 4-5  | 4-6  |
|----------------------------------------------------------------|---------------|------|------|------|------|------|------|
| Tốc độ chảy của muối than (kg/giờ, trên cơ sở chất khô)        | 153           | 167  | 197  | 192  | 197  | 195  | 195  |
| Tốc độ chảy của cao su thứ nhất (kg/giờ, tính theo cao su khô) | 222           | 189  | 209  | 194  | 221  | 186  | 259  |
| Tốc độ chảy của cao su thứ hai (kg/giờ, tính theo cao su khô)  | 0             | 64   | 61   | 66   | 67   | 92   | 42   |
| Thời gian lưu trước khi thể đàn hồi $2^\circ$ ( $10^{-2}$ s)   | ---           | 1,8  | 1,9  | 2,4  | 3,0  | 2,4  | 2,2  |
| thể đàn hồi $2^\circ$ /tổng thể đàn hồi (%)                    | 0             | 25,2 | 22,5 | 25,4 | 23,3 | 33,3 | 13,9 |
| tỷ lệ độn muối than đo được (phr)                              | 64,5          | 64,4 | 65,3 | 68   | 64,4 | 65,6 | 63,2 |

Các kết quả từ các ví dụ 4-1 đến 4-4 được thể hiện trên Fig.4. Fig.4 cho thấy rõ ràng thời gian lưu tối ưu để tối đa hóa tỷ lệ độn chất độn. Mức tối đa như vậy là phù hợp với lý thuyết được mô tả trên đây. Theo lý thuyết, việc đưa dòng latec thứ hai trước khi bao phủ các hạt latec làm cho các hạt cao su trong dòng latec thứ hai cũng sẽ được bao phủ, chứ không phải là liên kết kết tập cao su-chất độn với nhau, trong khi dòng latec thứ hai không được trộn hoàn toàn với hỗn hợp độn tụ nếu nó được đưa vào qua xa ở bên dưới. Trong các ví dụ 4-5 và 4-6, tốc độ phun của dòng

cao su thứ hai được thay đổi trong khi duy trì thời gian lưu tương tự với thời gian lưu của Ví dụ 4-3. Các kết quả này là phù hợp với lý thuyết đã được mô tả trên đây; chỉ lượng nhất định của latec thứ hai là cần thiết để liên kết kết tập cao su-chất độn rời rạc với nhau trong sản phẩm đông tụ liền khối, và latec thứ hai bổ sung chỉ làm loãng tỷ lệ độn trong thành phẩm.

#### Loại nước

Vụn hỗn hợp gốc được xả ra khỏi thiết bị phản ứng đông tụ được loại nước đến độ ẩm nằm trong khoảng 10-20% bằng thiết bị ép dùn loại nước (The French Oil Machinery Company). Trong thiết bị ép dùn này, vụn hỗn hợp gốc được nén, và được ép nước ra khỏi phần vụn được đẩy qua trống có rãnh của thiết bị ép dùn.

#### Làm khô và làm nguội

Sản phẩm đông tụ đã được loại nước được cho rơi vào thiết bị hóa hợp liên tục (Farrel Mixer (FCM), Farrel Corporation) nơi nó được ngào trộn và được trộn với 1 phr chất chống oxy hóa (N-(1,3-đimetylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylendiamin (6PPD, Flexsys, St. Louis, MO). Hàm lượng ẩm của hỗn hợp gốc đã được ngào trộn đi ra khỏi FCM là khoảng 1-2%. Sản phẩm này còn được ngào trộn và được làm nguội trên máy cán trần để tạo ra hợp thể đàn hồi khô. Mức độ muối than thực tế được xác định bằng TGA trên hợp thể đàn hồi đã được làm khô và được liệt kê trong Bảng 4. Hợp thể đàn hồi đã được làm khô được lưu hóa; các đặc tính cơ học của hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa (ví dụ, tang delta, tỷ lệ ứng suất ở mức biến dạng 300% và 100% ) thay đổi theo tỷ lệ độn là tương tự với các đặc tính cơ học của hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa có tỷ lệ độn chất độn thấp hơn và được điều chế bằng cách sử dụng cùng một kỹ thuật nhưng không có latec thứ hai. Việc phun latec thứ hai cho phép sản xuất hợp thể đàn hồi có mức độ độn cao hơn mà vẫn không làm mất đi tính năng của các hợp chất cao su cuối.

#### Ví dụ 5

Ví dụ này chứng minh các cải thiện về các đặc tính của chế phẩm cao su đã được lưu hóa được điều chế bằng hợp thể đàn hồi có phân đoạn thể tích muối cao được điều chế theo các phương án được lấy làm ví dụ của sáng chế, được so sánh

với các đặc tính đã được cải thiện của chế phẩm cao su đã được lưu hóa trên cơ sở hợp thể đàn hồi có phân đoạn thể tích muối than ít hơn được điều chế bằng phương pháp trộn ướt được sử dụng trong Ví dụ 4 để điều chế các mẫu đối chứng và với chế phẩm cao su đã được lưu hóa được điều chế bằng phương pháp trộn khô.

Quy trình điều chế hỗn hợp gốc

Hỗn hợp gốc A được điều chế theo Ví dụ 1, như sau:

Hỗn hợp gốc A1 tương ứng với N234, tỷ lệ đơn muối than đo được bằng 66,1 phr, trong Bảng 2D,

Hỗn hợp gốc A2 tương ứng với muối than thử nghiệm 1, tỷ lệ đơn muối than đo được bằng 59 phr, trong Bảng 2F,

Hỗn hợp gốc A3 tương ứng với N134, tỷ lệ đơn muối than đo được bằng 64,4 phr, trong Bảng 2F

Hỗn hợp gốc B được điều chế bằng cùng một muối than và cùng một lactec tự nhiên theo phương pháp trộn ướt được sử dụng trong Ví dụ 4 để điều chế các mẫu đối chứng, như sau:

Hỗn hợp gốc B1 gồm 50 phr N234,

Hỗn hợp gốc B2 gồm 49 phr muối than thử nghiệm 1,

Hỗn hợp gốc B3 gồm 50 phr N134,

Quy trình điều chế chế phẩm cao su

Các thử nghiệm sau được thực hiện theo cách sau: thể đàn hồi điện và chất độn gia cường hoặc hỗn hợp gốc gồm thể đàn hồi điện và chất độn gia cường được đưa vào máy nhào trộn, 70% được nạp và có nhiệt độ bình ban đầu xấp xỉ 50°C, tiếp đó, sau khi ngào trộn trong thời gian 1 phút, bởi các thành phần khác nhau khác, ngoại trừ chất làm tăng tốc sơ cấp lưu huỳnh và sulphenamit. Việc tiến hành quá trình cơ nhiệt (pha không chứa sản phẩm) sau đó được thực hiện trong một hoặc hai giai đoạn (tổng thời gian của ngào trộn xấp xỉ 5 phút), đến khi đạt được nhiệt độ ‘rơi’ tối đa xấp xỉ 165°C.

Hỗn hợp thu được như vậy được thu hồi và được làm nguội và sau đó lưu hình và chất làm tăng tốc sulphenamit được bổ sung trên máy trộn ngoài (thiết bị xử lý hoàn thiện) ở nhiệt độ 30°C, hỗn hợp kết hợp được trộn (pha sản phẩm) trong thời gian từ 3 đến 4 phút.

Các hỗn hợp sau đó được cán ở dạng bản (độ dày nằm trong khoảng từ 2 đến 3 mm), để đo các đặc tính vật lý hoặc cơ học của chúng.

#### Chế phẩm cao su

Chế phẩm cao su CA1 đến CA3 và CB1 đến CB3 được tạo ra lần lượt bằng các hỗn hợp gốc A1 đến A3 và B1 đến B3. Các chế phẩm cao su so sánh từ CD1 đến CD3 và CE1 đến CE3 được tạo ra bằng cách sử dụng quy trình trộn khô từ cùng một muội than ở dạng khô và cao su tự nhiên ở dạng rắn.

Do đó tất cả chế phẩm chứa 100 phr cao su tự nhiên (dù được đưa vào ở dạng hỗn hợp gốc hoặc ở dạng rắn) và các loại khác nhau của muội than như được thể hiện trong Bảng 5 sau.

Bảng 5

| Thành phần/chế phẩm          | CD1 | CB1 | CE1 | CA1  | CD2 | CB2 | CE2 | CA2 | CD3 | CB3 | CE3 | CA3  |
|------------------------------|-----|-----|-----|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------|
| N234 (phr)                   | 50  | 50  | 66  | 66,1 | -   | -   | -   | -   | -   | -   | -   | -    |
| Muội than thử nghiệm 1 (phr) | -   | -   | -   | -    | 49  | 49  | 59  | 59  | -   | -   | -   | -    |
| N134 (phr)                   | -   | -   | -   | -    | -   | -   | -   | -   | 50  | 50  | 64  | 64,4 |

Tất cả các hỗn hợp này cũng bao gồm các thành phần bổ sung được thể hiện trong Bảng 6

Bảng 6

| Thành phần               | Lượng (phr) |
|--------------------------|-------------|
| 6 PPD                    | 2,0         |
| Axit stearic             | 2,5         |
| ZnO                      | 3,0         |
| CBS* (Chất làm tăng tốc) | 1,2         |
| Lưu huỳnh                | 1,2         |

\* N-Xyclohexyl-2-benzothiazolsulphenamit (Flexsys: "Santocure" CBS)

Mô tả đặc tính của chế phẩm cao su

Chế phẩm cao su điện được xác định đặc điểm trước và sau khi lưu hóa như được thể hiện dưới đây.

#### 1. Độ dẻo Mooney

Việc sử dụng máy đo độ đặc dao động như được mô tả trong French Standard NF T 43-005 (1991). Việc đo độ dẻo Mooney được thực hiện theo nguyên tắc sau: thành phần ở trạng thái thô (tức là, trước khi lưu hóa) được đúc trong hộp hình trụ được gia nhiệt đến 100°C. Sau khi gia nhiệt sơ bộ trong thời gian một phút, rôto được quay bên trong mẫu thử nghiệm ở tốc độ 2 vòng/phút và mômen làm việc để duy trì sự chuyển động này được đo sau khi quay trong thời gian 4 phút. Độ dẻo Mooney (ML 1+4) được biểu hiện bằng "đơn vị Mooney" (MU, với 1 MU=0,83 newton.mét).

#### 2. Độ phân tán

Theo cách đã biết, mức độ phân tán chất độn độ trong nền cao su có thể được tính bằng trị số Z, trị số này được đo, sau khi tạo mạng, theo phương pháp được mô tả bởi S. Otto and Al in Kautschuk Gummi Kunststoffe, 58 Jahrgang, NR 7-8/2005, bào viết có tiêu đề "New Reference trị số for the description of Filler Dispersion with the Dispergrader 1000NT" theo tiêu chuẩn ISO 11345.

Việc tính toán của trị số Z được dựa trên giá trị của diện tích không được phân tán, khi được đo bằng thiết bị “disperGRADER+” có được cấp quy trình vận hành nó và phần mềm điều hành nó “disperDATA” bởi công ty Dynisco theo phương trình:

$$Z = 100 - (\text{phần trăm diện tích không được phân tán})/0,35$$

Phần trăm của diện tích không được phân tán được đo bằng cách sử dụng camera với nguồn sáng ở góc 30° đối với bề mặt quan sát. Các điểm sáng liên quan đến chất độn và các kết tập, trong khi nền sẫm màu là liên quan đến nền cao su; việc xử lý số biến đổi hình ảnh thành ảnh đen và trắng, và cho phép xác định phần trăm của diện tích không được phân tán, như được mô tả bởi S.Otto trong tài liệu nêu trên.

Trị số Z càng cao, mức độ phân tán của chất độn trong nền cao su càng tốt (trị số Z của 100 tương ứng với mức độ trộn hoàn hảo và trị số Z bằng 0 tương ứng với mức độ trộn kém).

### 3. Độ lưu biến

Các phép đo được thực hiện ở nhiệt độ 150°C bằng lưu biến kế đĩa dao động, theo tiêu chuẩn DIN 53529 – phần 3 (June 1983). Sự thay đổi về mômen lưu biến dưới dạng hàm thời gian mô tả sự thay đổi về độ cứng của chế phẩm kết quả là của phản ứng lưu hóa. Các số đo được xử lý theo tiêu chuẩn DIN 53529 - phần 2 (March 1983): “ti” là khoảng thời gian cảm ứng, nói một cách khác thời gian cần thiết để bắt đầu phản ứng lưu hóa;  $t_{\alpha}$  (ví dụ  $t_{90}$ ) là thời gian cần thiết để đạt được a sự chuyển hóa của  $\alpha\%$ , nói một cách khác  $\alpha\%$  (ví dụ 90%) của sự khác biệt giữa các mômen nhỏ nhất và lớn nhất. Hằng số tốc độ chuyển hóa, được biểu thị bằng K (tính theo phút<sup>-1</sup>), là bậc thứ nhất, được tính toán nằm trong khoảng từ 30% đến 80% mức độ chuyển hóa, để cho phép có thể đánh giá được động học lưu hóa, cũng được đo.

### 4. Thử nghiệm độ bền kéo

Các thử nghiệm độ bền kéo này cho phép có thể xác định ứng suất đàn hồi

và các đặc tính ở thời điểm đứt. Trừ khi có quy định cụ thể, các thử nghiệm này được thực hiện phù hợp với tiêu chuẩn của Pháp NF T 46-002 tháng chín năm 1988. Môđun cát tuyến danh nghĩa (hoặc ứng suất biểu kiến, tính theo MPa) được đo trong lần kéo giãn thứ hai (tức là, sau chu trình làm phù hợp với mức độ kéo dài kỳ vọng đối với số đo của chính nó) ở độ giãn 10% (được ký hiệu là M10), độ giãn 100% (được ký hiệu là M100) và độ giãn 300% (được ký hiệu là M300).

Các đặc tính được đo trước và sau khi lưu hóa ở nhiệt độ 150°C trong thời gian 40 phút được thể hiện trong các bảng 7, 8 và 9 (mỗi bảng tương ứng với một loại muối than cụ thể).

Bảng 7

| Chế phẩm (với N234)                   | CDI  | CB1  | Mức độ cải thiện (%) | CE1  | CA1  | Mức độ cải thiện (%) |
|---------------------------------------|------|------|----------------------|------|------|----------------------|
| <i>Các đặc tính trước khi lưu hóa</i> |      |      |                      |      |      |                      |
| Mooney (MU)                           | 45   | 38   | 15                   | 67   | 46   | 31                   |
| <i>Các đặc tính lưu hóa</i>           |      |      |                      |      |      |                      |
| T <sub>99</sub> (phút)                | 55   | 48   | 13                   | 54   | 43   | 20                   |
| K (phút <sup>-1</sup> )               | 0,11 | 0,14 | 27                   | 0,11 | 0,15 | 36                   |
| <i>Các đặc tính sau khi lưu hóa:</i>  |      |      |                      |      |      |                      |
| trị số Z                              | 60   | 84   | 40                   | 68   | 96   | 41                   |
| M300 (MPa)                            | 2,92 | 3,22 | 10                   | 4,27 | 4,89 | 14                   |
| M300 /M100                            | 1,25 | 1,41 | 13                   | 1,21 | 1,46 | 21                   |

Bảng 8

| Chế phẩm: (với muối than thử nghiệm 1) | CD2  | CB2  | Mức độ cải thiện (%) | CE2  | CA2  | Mức độ cải thiện (%) |
|----------------------------------------|------|------|----------------------|------|------|----------------------|
| <i>Các đặc tính trước khi lưu hóa</i>  |      |      |                      |      |      |                      |
| Mooney (MU)                            | 52   | 43   | 17                   | 60   | 46   | 23                   |
| <i>Các đặc tính Lưu hóa</i>            |      |      |                      |      |      |                      |
| T <sub>99</sub> (phút)                 | 59   | 52   | 17                   | 60   | 45   | 25                   |
| K (phút <sup>-1</sup> )                | 0,10 | 0,12 | 20                   | 0,10 | 0,14 | 40                   |
| <i>Các đặc tính sau khi lưu hóa:</i>   |      |      |                      |      |      |                      |
| trị số Z                               | 57   | 77   | 35                   | 53   | 86   | 62                   |
| M300 (MPa)                             | 2,96 | 3,33 | 12                   | 3,48 | 4,04 | 16                   |
| M300 /M100                             | 1,29 | 1,52 | 18                   | 1,27 | 1,52 | 20                   |

Bảng 9

| Chế phẩm: (với N134)                  | CD3  | CB3  | Mức độ cải thiện (%) | CE3  | CA3  | Mức độ cải thiện (%) |
|---------------------------------------|------|------|----------------------|------|------|----------------------|
| <i>Các đặc tính trước khi lưu hóa</i> |      |      |                      |      |      |                      |
| Mooney (MU)                           | 47   | 37   | 21                   | 69   | 46   | 33                   |
| <i>Các đặc tính lưu hóa</i>           |      |      |                      |      |      |                      |
| T <sub>99</sub> (phút)                | 55   | 47   | 14                   | 55   | 45   | 18                   |
| K (phút <sup>-1</sup> )               | 0,11 | 0,14 | 27                   | 0,10 | 0,14 | 40                   |
| <i>Các đặc tính sau khi lưu hóa:</i>  |      |      |                      |      |      |                      |
| trị số Z                              | 65   | 81   | 25                   | 58   | 95   | 64                   |
| M300 (MPa)                            | 2,91 | 2,57 | 12                   | 4,19 | 4,97 | 19                   |
| M300 /M100                            | 1,30 | 1,21 | 7                    | 1,26 | 1,54 | 22                   |

Có thể thấy được rằng tất cả các chế phẩm được điều chế bằng phương pháp trộn ướt (từ CA1 đến CA3 và từ CB1 đến CB3), khi so sánh với các chế phẩm có cùng thành phần nhưng được điều chế bằng phương pháp trộn khô (từ CD1 đến CD3 và từ CE1 đến CE3), đều có sự cải thiện về tất cả các đặc tính nêu trên: độ phân tán (được thể hiện bằng trị số Z), khả năng gia công (Mooney), độ lưu biến ( $T_{99}$  và K) và độ gia cường (M300 và M300/M100). Do đó, tỷ lệ độn cao hơn của muội than được cho phép bởi quy trình theo sáng chế bảo toàn được mức độ cải thiện thu được bằng phương pháp trộn ướt, phương pháp đông tụ cơ học như được mô tả trong patent Hoa Kỳ số 6,048,923.

Ngoài ra, khi so với các hợp chất được điều chế bằng phương pháp trộn ướt với các hợp chất được điều chế bằng phương pháp trộn khô, đối với tất cả các đặc tính nêu trên, mức độ cải thiện thu được ở các tỷ lệ độn muội than cao là cao hơn so với các hợp chất thu được ở tỷ lệ độn muội than thấp.

Phần mô tả trên đây đối với các phương án được ưu tiên của sáng chế chỉ nhằm mục đích minh họa. Phần mô tả này không nhằm mục đích mô tả thấu đáo sáng chế hoặc giới hạn sáng chế ở các phương án cụ thể đã được bộc lộ. Các cải biến và các thay đổi có thể được tạo ra qua phần mô tả trên trên, hoặc có thể có được từ thực tế thực hiện sáng chế. Các phương án được chọn và được mô tả là để giải thích ý đồ của sáng chế và ứng dụng thực tế của sáng chế để cho phép người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này có thể sử dụng sáng chế theo các phương án khác nhau và với các cải biến khác nhau khi thích hợp với ứng thiết bị thể được dự định. Dự định rằng phạm vi của sáng chế được xác định bởi các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo đây, và các phương án tương đương của chúng.

## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất hỗn hợp latec đông tụ, bao gồm các bước:

cho hỗn hợp đông tụ bao gồm latec thể đàn hồi thứ nhất chứa thể đàn hồi thứ nhất và huyền phù đặc chứa chất độn dạng hạt chảy dọc theo ống dẫn; và

đưa latec thể đàn hồi thứ hai chứa thể đàn hồi thứ hai vào dòng chảy của hỗn hợp đông tụ này.

2. Phương pháp sản xuất hỗn hợp latec đông tụ theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm, ở trước bước cho hỗn hợp đông tụ chảy, bước tạo ra hỗn hợp đông tụ bằng cách nạp dòng liên tục latec thể đàn hồi thứ nhất vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đông tụ tạo nên vùng đông tụ kéo dài từ vùng trộn đến đầu tháo liệu và bao gồm ống dẫn này, và nạp dòng liên tục chất lỏng chứa chất độn dạng hạt bằng áp lực vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đông tụ để tạo ra hỗn hợp đông tụ.

3. Phương pháp sản xuất hỗn hợp latec đông tụ theo điểm 2, trong đó dòng liên tục chất lỏng chứa chất độn dạng hạt có vận tốc nằm trong khoảng từ 30 m/giây đến 250 m/giây, dòng liên tục latec thể đàn hồi thứ nhất có vận tốc tối đa 10 m/giây, và thời gian lưu của hỗn hợp đông tụ trong thiết bị phản ứng đông tụ trước khi đưa latec thể đàn hồi thứ hai vào là nằm trong khoảng từ  $1 \times 10^{-2}$  giây đến  $6 \times 10^{-2}$  giây.

4. Phương pháp sản xuất hỗn hợp latec đông tụ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó ống dẫn nêu trên bao gồm đoạn ống dẫn thứ nhất có đường kính thứ nhất, đoạn ống dẫn thứ hai có đường kính thứ hai lớn hơn so với đường kính thứ nhất, và vùng chuyển tiếp giữa chúng có đường kính tăng từ đường kính thứ nhất đến đường kính thứ hai, trong đó bước chảy bao gồm việc cho hỗn hợp đông tụ chảy từ đoạn ống dẫn thứ nhất vào đoạn ống dẫn thứ hai, và bước đưa bao gồm việc đưa latec thể đàn hồi thứ hai vào hỗn hợp đông tụ trong vùng chuyển tiếp.

5. Phương pháp sản xuất hỗn hợp latec đông tụ theo điểm 4, trong đó bước cho hỗn hợp đông tụ chảy bao gồm việc cho hỗn hợp đông tụ chảy qua vùng chuyển tiếp trong các điều kiện dòng chảy rối.

6. Phương pháp sản xuất hỗn hợp latec đông tụ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó lượng thể đàn hồi thứ hai trong hỗn hợp nằm trong khoảng từ 0,5% khối lượng đến 50% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 16% khối lượng đến 38% khối lượng.

7. Phương pháp sản xuất hỗn hợp latec đông tụ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó thể đàn hồi thứ hai là thể đàn hồi tổng hợp hoặc latec cao su tự nhiên.

8. Phương pháp sản xuất hỗn hợp latec đông tụ theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 7, trong đó chất độn dạng hạt chứa muội than có diện tích bề mặt ít nhất bằng  $95 \text{ m}^2/\text{g}$  khi được đo bằng STSA và mức độ hấp thụ dibutyl phtalat ít nhất bằng  $80 \text{ ml}/100\text{g}$ , và trong đó hỗn hợp latec đông tụ chứa muội than với lượng ít nhất bằng 65 phần khối lượng (phr).

9. Phương pháp sản xuất hỗn hợp latec đông tụ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó chất độn dạng hạt chứa muội than có diện tích bề mặt ít nhất bằng  $68 \text{ m}^2/\text{g}$  khi được đo bằng STSA và mức độ hấp thụ dibutyl phtalat ít nhất bằng  $60 \text{ ml}/100\text{g}$ , và trong đó hỗn hợp latec đông tụ chứa muội than với lượng ít nhất bằng 70 phr.

10. Phương pháp sản xuất hỗn hợp latec đông tụ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó chất độn dạng hạt chứa muội than có mức độ hấp thụ dibutyl phtalat ít nhất bằng  $60 \text{ ml}/100\text{g}$ , trong đó muội than có diện tích bề mặt và có mặt trong hỗn hợp latec đông tụ với lượng sao cho  $L \geq -0,26 \cdot S + 94$ , trong đó L là lượng muội than trong hỗn hợp latec đông tụ tính theo phần trên một trăm phần cao su (phr), và S là diện tích bề mặt tính theo  $\text{m}^2/\text{g}$  khi được đo bằng STSA.

11. Hợp thể đàn hồi được sản xuất theo phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó lượng chất độn dạng hạt nằm trong khoảng từ 55 đến 100 phần khối lượng trong 100 phần cao su.

12. Phương pháp sản xuất hỗn hợp latec đông tụ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó dòng chứa hỗn hợp đông tụ mức độ chảy rớt thứ nhất; và

phương pháp còn bao gồm bước, trước khi đưa latec thể đàn hồi thứ hai gây ra mức độ chảy rối thứ nhất để làm thay đổi thành mức độ chảy rối thứ hai, trong đó việc đưa latec thể đàn hồi thứ hai vào sản phẩm đông tụ xảy ra ở vị trí nơi dòng sản phẩm đông tụ có mức độ chảy rối thứ hai.

13. Thiết bị thích hợp để thực hiện phương pháp theo điểm 1 bao gồm bình phản ứng đông tụ có bộ phận trộn và bộ phận khuếch tán nói chung có hình ống kéo dài với diện tích mặt cắt ngang tăng dần từ đầu nạp liệu đến đầu tháo liệu hờ, thiết bị này còn được đặc trưng bởi ống phân phối có lỗ phun ở cuối ống, trong đó lỗ phun này được làm thích ứng và được cấu trúc để phân phối chất lỏng tới bộ phận khuếch tán tại cửa phun được bố trí giữa đầu nạp liệu và đầu tháo liệu hờ.

14. Thiết bị theo điểm 13, trong đó bộ phận khuếch tán bao gồm:

khu vực khuếch tán thứ nhất có đường kính thứ nhất;

khu vực khuếch tán thứ hai có đường kính thứ hai, đường kính thứ hai này là lớn hơn so với đường kính thứ nhất; và

vùng chuyển tiếp nằm giữa các khu vực khuếch tán thứ nhất và thứ hai và có đường kính tăng từ đường kính thứ nhất đến đường kính thứ hai, trong đó cửa phun được bố trí trong vùng chuyển tiếp này.

15. Thiết bị theo điểm 14, trong đó thiết bị này còn bao gồm ít nhất một khu vực khuếch tán bổ sung được bố trí ở bên dưới khu vực khuếch tán thứ hai và có đường kính lớn hơn so với đường kính thứ hai, ít nhất một khu vực khuếch tán bổ sung được bố trí giữa bộ phận trộn và bộ phận khuếch tán thứ nhất và có đường kính nhỏ hơn so với đường kính thứ nhất, hoặc cả hai.

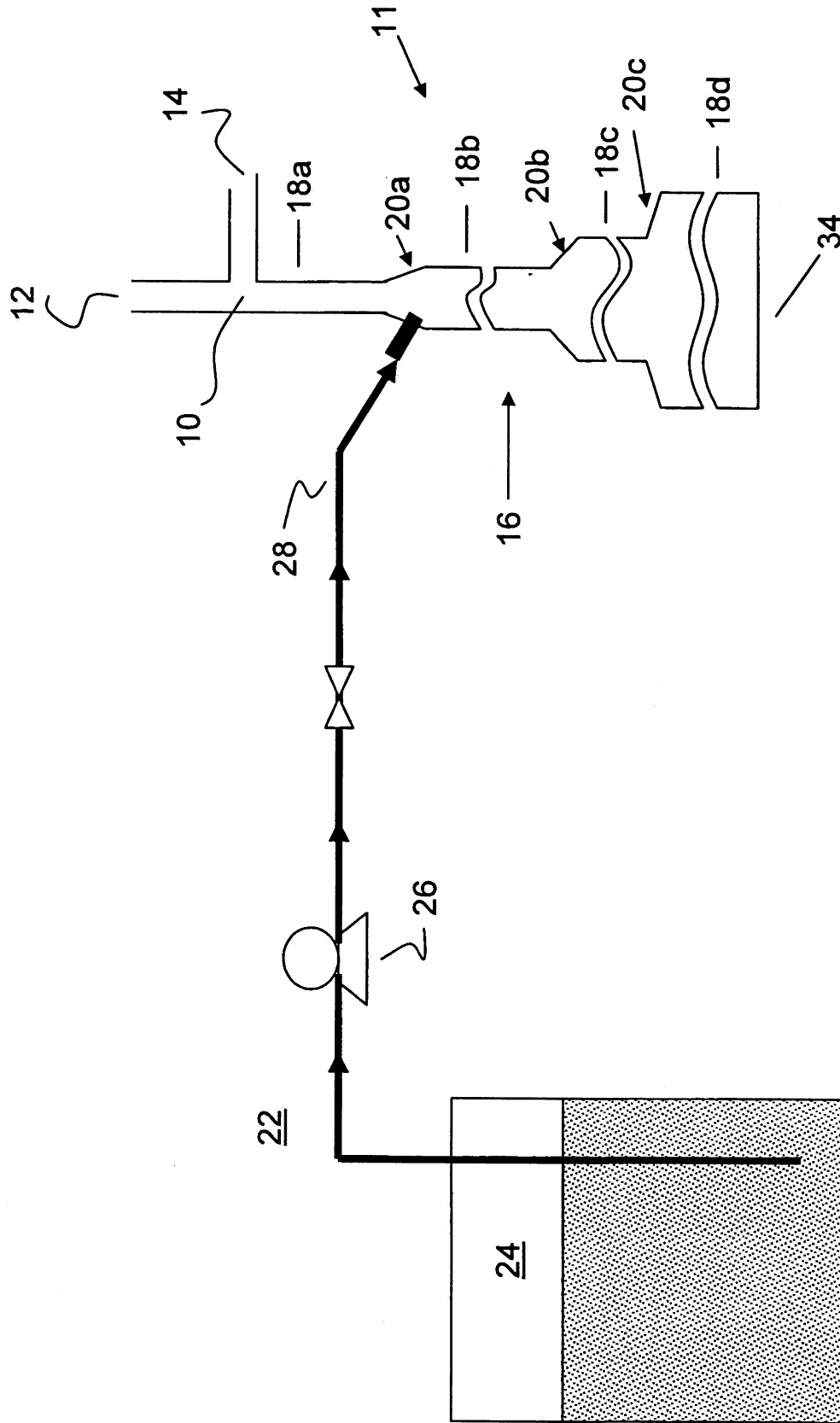


Fig.1

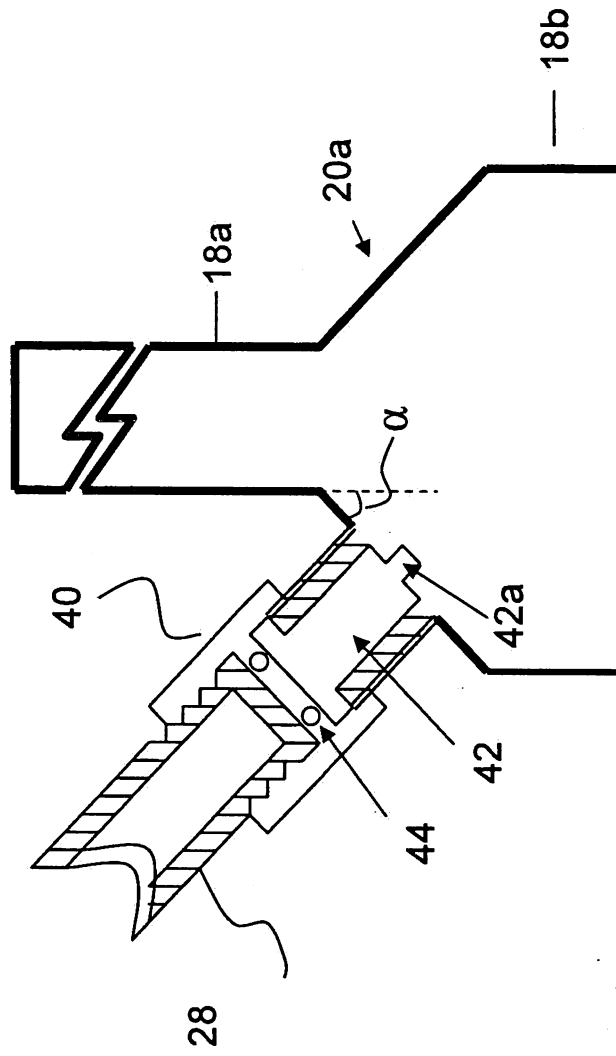


Fig.2

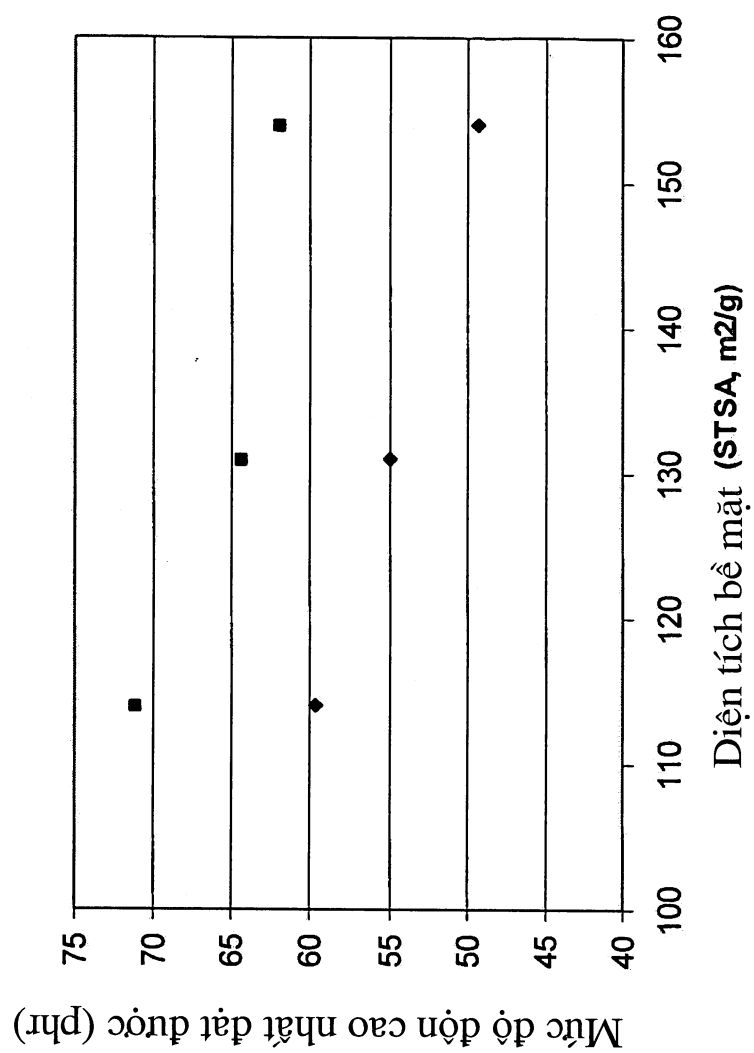


Fig.3

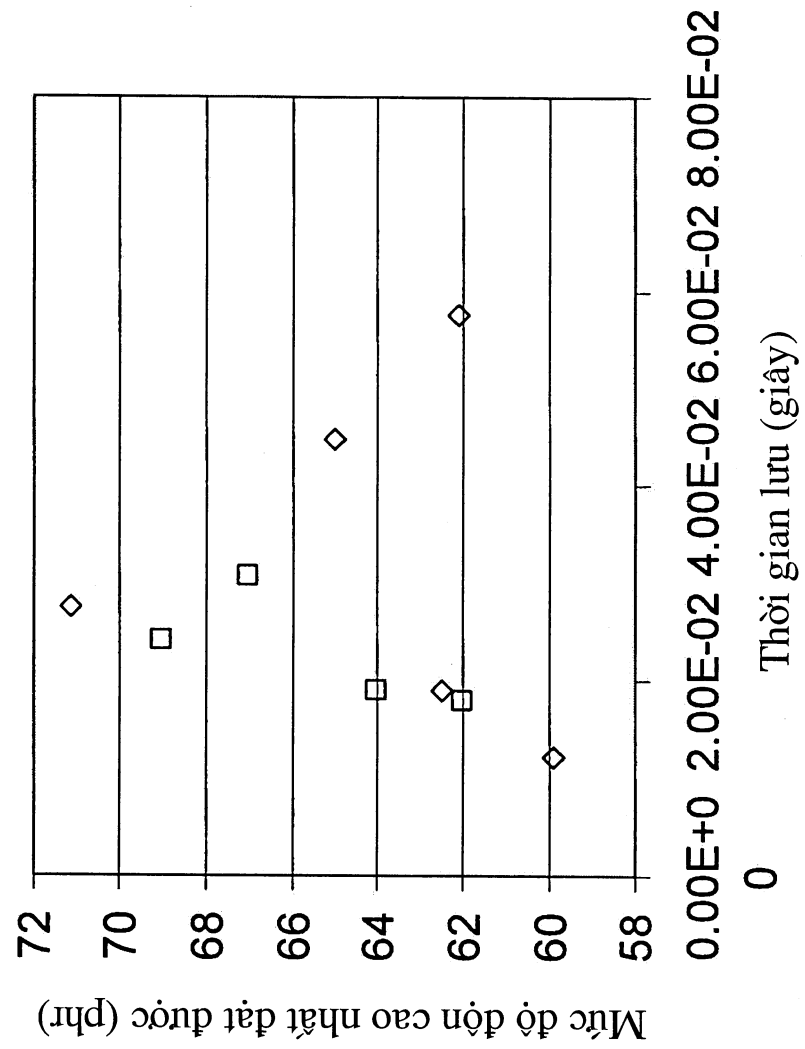


Fig.4