



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101743070 A

(43) 申请公布日 2010.06.16

(21) 申请号 200880007743.4

(22) 申请日 2008.01.30

(30) 优先权数据

11/700,794 2007.01.31 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2009.09.09

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2008/001257 2008.01.30

(87) PCT申请的公布数据

W02008/094622 EN 2008.08.07

(71) 申请人 洲际碳公司

地址 美国德克萨斯州

(72) 发明人 昌·H·李

(74) 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任

公司 11021

代理人 王旭

(51) Int. Cl.

B05D 5/08 (2006.01)

权利要求书 2 页 说明书 11 页

(54) 发明名称

炭黑粒料及其形成方法

(57) 摘要

一种炭黑粒料,所述炭黑粒料包含脱气的炭黑的内芯和包封材料的外包围壳,所述包封材料的壳的平均厚度为所述粒料的平均厚度的约 1% 至约 10%。

1. 一种可分散的炭黑粒料,所述可分散的炭黑粒料包含炭黑聚集体的内芯和包封材料的外包围壳,所述壳的平均厚度为所述粒料的平均厚度的约 1%至约 10%。

2. 权利要求 1 所述的粒料,其中基于在所述粒料中存在的总的炭黑,存在于所述粒料中的所述包封材料的最大量为约 10 重量%。

3. 权利要求 1 所述的粒料,其中所述壳中的所述包封材料占存在于所述粒料中的总的包封材料的至少 30 重量%。

4. 权利要求 1 所述的粒料,其中所述壳中的所述包封材料占存在于所述粒料中的总的包封材料的至少 90 重量%。

5. 权利要求 1 所述的粒料,其中包封材料包含单一包封剂。

6. 权利要求 1 所述的粒料,其中所述包封材料包含多种包封剂。

7. 权利要求 1 所述的粒料,其中所述脱气的炭黑聚集体选自由在 20g/Kg 至 1000g/Kg 范围内的 I₂N0 (ASTM D1510) 和在 45ml/100g 至 500ml/100g 范围内的 OAN (ASTM D2414) 组成的炭黑组。

8. 权利要求 1 所述的粒料,其中所述炭黑粒料基本上为球形。

9. 权利要求 8 所述的粒料,其中所述球形粒料具有 125 至 2000 μ m 的直径。

10. 权利要求 1 所述的粒料,其中所述包封材料选自由碳水化合物、木素氧化物、纤维素副产物、天然橡胶、合成橡胶、合成聚合物、蜡、树脂、松香、和它们的混合物组成的组。

11. 一种形成炭黑粒料的方法,所述方法包括:

将炭黑聚集体脱气以形成脱气的炭黑;

将所述脱气的炭黑引入到流体-固体接触器中;

将颗粒包封材料引入到所述接触器中;和

使所述脱气的炭黑与所述包封材料接触足以形成包封的炭黑粒料的时期,所述包封的炭黑粒料包含脱气的炭黑的内芯和包封材料的外包围壳,其中所述壳的平均厚度为所述粒料的平均厚度的约 1%至约 10%。

12. 权利要求 11 所述的方法,其中所述接触器包括移动床系统。

13. 权利要求 12 所述的方法,其中所述移动床系统包括转鼓混合器。

14. 权利要求 11 所述的方法,其中所述接触器包括流化床系统。

15. 权利要求 11 所述的方法,其中将所述颗粒包封材料以雾的形式引入到所述接触器中。

16. 权利要求 11 所述的方法,其中所述包封材料包含单一包封剂。

17. 权利要求 11 所述的方法,其中所述包封材料包含多种包封剂。

18. 权利要求 11 所述的方法,其中将所述包封的炭黑粒料从所述接触器中移出并且冷却。

19. 权利要求 11 所述的方法,其中所述炭黑粒料基本上为球形。

20. 权利要求 19 所述的方法,其中所述球形粒料具有 125 至 2000 μ m 的直径。

21. 权利要求 11 所述的方法,其中所述炭黑聚集体选自由在 20g/Kg 至 1000g/Kg 范围内的 I₂N0 (ASTM D1510) 和在 45ml/100g 至 500ml/100g 范围内的 OAN (ASTM D2414) 组成的炭黑组。

22. 权利要求 11 所述的方法,其中所述包封材料选自由碳水化合物、木素氧化物、纤维

素副产物、天然橡胶、合成橡胶、合成聚合物、蜡、树脂、松香、和它们的混合物组成的组。

23. 权利要求 11 所述的方法,其中基于在所述粒料中存在的总的炭黑,存在于所述粒料中的所述包封材料的最大量为 10 重量%。

24. 权利要求 11 所述的方法,其中所述壳中的所述包封材料占存在于所述粒料中的总的包封材料的至少 30 重量%。

25. 权利要求 11 所述的粒料,其中所述壳中的所述包封材料占存在于所述粒料中的总的包封材料的至少 90 重量%。

炭黑粒料及其形成方法

[0001] 发明背景

发明领域

[0002] 本发明涉及炭黑粒料,并且更具体地,涉及具有良好的分散性、良好的整体处理特性和良好的抗磨耗性的炭黑粒料,还涉及制造这样的粒料的方法。

[0003] 现有技术说明

[0004] 炭黑具有广泛的工业用途。炭黑被用作橡胶产品如轮胎、管、传送带、电缆和其它机械橡胶物品中的增强剂;用作印刷、平版印刷、凸版印刷、复写纸和打字机墨带、涂料、涂层、漆料、塑料、纤维、陶瓷、搪瓷、纸、唱盘和复印机墨粉中的黑色颜料;用在皮革加工中;用在干电池、电极和碳刷的制造中;用在电导体中;用在导电和抗静电橡胶及塑料产品中;用于电磁干扰屏蔽;影碟和录像带;用于聚烯烃的UV稳定化;用作高温绝缘材料;等。

[0005] 制造时,炭黑粒子具有破碎形态。它们由直径约10至500nm的初级粒子构成,所述初级粒子在使用的炉/燃烧法的过程中不可逆地熔合并产生直径为50至20,000nm的初级聚集体。炭黑不能以其制备的形式实际使用,因为其轻和粉末状的形式使其处理、运输和最终使用不仅困难而且是环境上不可接受的。为了改善这些处理、运输和使用问题,将制备的蓬松的炭黑致密化。在本领域众所周知的是,对于给定级别的炭黑,处理性质随着致密化程度的增加而改善。然而,致密的炭黑的分散性随着致密化程度增加而逐渐劣化。因此,在整体处理性能的改善和分散性的劣化之间存在折衷。

[0006] 通常,目前工业使用三种基本方法以获得致密化。按照所提供的致密化水平的增加,它们依次为:蓬松的制备产品的搅动或真空处理、干粒化和湿粒化。这些方法全部在本领域中充分记载,如公开于例如,美国专利2,850,403;3,011,902;4,569,834;5,168,012;5,589,531;和5,654,357中,这些专利全部通过引用为了所有目的结合在此。以上提到的致密化方法都受困于缺点,例如,具有差的整体处理性质的产品、较弱且具有差的抗磨耗性的粒料形成,或具有良好的整体处理性质但难以分散的较密、硬且耐磨耗的粒料。

[0007] 因此,仍存在对表现出良好的整体处理性质、具有良好的抗磨耗性并且易于分散的致密的炭黑的需要。

[0008] 发明概述

[0009] 在本发明的一个方面中,提供一种炭黑粒料,所述炭黑粒料包含脱气的炭黑的内芯和包封材料的外包围壳,所述包封材料的壳的平均厚度为所述粒料的平均厚度的约1%至约10%。

[0010] 在本发明的另一个方面中,提供一种用于制备包封的炭黑粒料的方法,其中将脱气的炭黑与流化的包封材料在流体-固体接触器中接触足以形成如上所述的炭黑粒料的时期。

[0011] 优选实施方案的详细描述

[0012] 实际上任何炭黑都可以用于本发明的方法中。因此,可以使用通过各种工业方法制备的炭黑,包括乙炔黑、槽法炭黑、炉法炭黑、灯黑和热裂炭黑。用于形成本发明的粒料的

优选炭黑包括在 20g/Kg 至 1000g/Kg 的 I₂N0 (ASTM D1510) 范围和 45ml/100g 至 500ml/100g 的 OAN (ASTMD2414) 范围中的炭黑。

[0013] 本发明的炭黑粒料特征在于柔软或蓬松的炭黑内芯和包封材料的外包围壳,包封材料的外包围壳形成抵抗磨耗和物理冲击的刚性至半刚性包覆层,从而使得粒料更为防尘。尽管根据本发明制备的粒料在形状和尺寸方面可以变化,但是通常就大部分而言,粒料具有球形或球样的形状,并且具有 125 至 2000 μm 的直径。然而,如所指出的,粒料可以不一定必须是球形,并且尺寸范围可以实质地不同于以上指出的。无论被称为皮、膜、层等,外部的包封壳都通常具有炭黑粒料的平均厚度的约 1% 至约 10% 的平均厚度。应当理解,在粒料是不对称的情况下,例如,非球形或大致为球形,此外包围层的平均厚度仍然有效。在这点上,粒料的内芯的体积相对于包封层的体积将使得,如果粒料尽管形状不规则但本质为球形,则视作大致球体的内核和包封层的组合体积将使得上述关系有效,即,包封层的平均厚度为整个粒料的厚度例如直径的约 1% 至约 10%。

[0014] 从组成的角度考虑,适宜的是,包封壳与具有适当的整体处理性质的粒料相一致地尽可能地薄。通常,基于存在于粒料中的炭黑的总重量,本发明的粒料的壳将含有最大量为 10 重量%的包封材料。在包封材料包含单一包封剂的情况下,基于存在于粒料中的总的炭黑,包封剂的重量将通常为约 1 至约 3 重量%,而在使用多种包封剂的情况下,基于存在于粒料中的总的炭黑,包封材料的重量为约 5 至约 7 重量%。尽管一些包封材料将存在于粒料的芯中,但是使用的总的包封材料的至少 30 重量%、优选高于 50 重量%、更优选 90 重量%以上存在于粒料的外包围壳中。因为本发明的粒料的独特构造,即,柔软、蓬松的炭黑内芯和外部较刚性的包封材料的壳、皮或层,可以使用较少量的一种或多种包封材料,因为包封材料集中于粒料的外包围壳中。

[0015] 如以上指出的,在本发明的方法中使用的包封材料可以包含单一包封剂或多种包封剂。包封剂对本领域技术人员是众所周知的,并且包括许多材料。因此,非限制性的包封材料的实例包括:碳水化合物、木素氧化物、纤维素副产物、天然橡胶、合成橡胶、合成聚合物、天然和合成蜡、树脂、松香、和它们的混合物。无论是一种包封剂或多种包封剂,包封材料都将为颗粒形式。在某些情况下,这可以通过将包封材料熔融并且将其形成为雾、喷雾、气溶胶或其它颗粒形式来实现。在再另外的情况下,可以将包封材料溶解于然后可以形成雾、喷雾、气溶胶等的合适载体中。如在此使用的术语载体意在表示任何流体,例如液体,在其中一种或多种包封剂可以溶解、分散或另外形成为颗粒形式,使得可以将其以气溶胶、雾、喷雾或其它颗粒形式引入到流体-固体接触器中。非限制性的液体载体的实例包括:矿物油、动物油、植物油、醇和酸。在某些情况下,包封材料可以为细分的固体颗粒的气溶胶的形式,其在包封步骤的温度下将聚结以形成壳。在这种情况下,如果需要,细分的固体颗粒将通过在气体流例如空气或惰性气体中运载而简单地引入包封步骤中。无论如何,包封剂将具有可以在炭黑上形成皮、包覆层、膜、覆盖物等以形成包封壳的类型。

[0016] 尽管已经将壳描述为“包围粒料的芯”,但是应当理解,在壳中可能存在小的裂缝或不连续,使得内芯暴露,虽然其是轻微的。然而,包封壳中的任何这样的裂纹或不连续都将具有使得基本上没有芯材料从粒料泄漏的维度。

[0017] 在本发明的炭黑粒料的形成中,使用两个主要步骤-脱气和包封。如众所周知的,制备的炭黑极为蓬松,具有低的视密度。通过采用本领域技术人员熟知的方法将制备的炭

黑脱气可以在某种程度上降低制备炭黑的蓬松性并且增加视密度。例如,炭黑脱气可以通过使用全部可商购且通常用于从制备的蓬松炭黑中移除空气的目的的设备如真空过滤和/或压实机来完成。

[0018] 如在此对于流体/固体接触器使用的术语一种流体、多种流体及其衍生物,表示物理形式例如喷雾、气溶胶、雾、尘等,其中无论是固体或液体形式的颗粒物都悬浮于总体为气态的环境中。将脱气的炭黑引入流体-固体接触器中。流体-固体接触器可以包括移动床系统如具有或不具有销的转鼓,或流化床系统,或就该点而论任何类型的设备,其中固体粒子例如脱气的炭黑可以与包封材料的如以上定义的流体接触,使得流体最终形成围绕炭黑结块的壳,从而形成本发明的炭黑粒料。脱气的炭黑和流化的颗粒包封材料之间的接触进行足以完成粒化工艺,即,形成炭黑的内芯和包封材料的外壳或外皮的时期。应当理解,用于形成粒料的时间可以根据炭黑的本性、包封材料的本性等在广泛的限度变化。

[0019] 取决于包封材料的本性,包封工艺可以在 10 至 200°C 的环境温度或高温进行。例如,在包封材料为蜡的形式,所述蜡可以熔融以形成雾、分散体或其它颗粒形式的蜡,取决于使用的具体的蜡,温度可以在 60 至 160°C 的范围内。应当理解,如在此考虑的蜡可以是天然的或合成的。在将包封材料溶解于载体中的情况下,温度可以显著低于在较高温度熔融蜡的情况下使用的温度,并且仅需要高得足以使载体挥发从而留下包封材料以在炭黑芯上形成壳。

[0020] 一旦包封工艺完成并且形成粒料,就将它们从接触器中移出,并且如果需要则进行冷却。在某些情况下,同样取决于包封材料的本性,不需要冷却步骤。然而,在包封工艺中使用较高温度的情况下,可能必须将粒料移出并且通过本领域技术人员熟知的方法将它们冷却。本发明的一个特征是,因为使用较少量的包封材料,所以包封材料趋于非常迅速地固化或硬化以形成壳,从而将在许多情况下进行冷却的需要最小化。

[0021] 为了更全面地示出本发明,介绍以下的非限制性实施例。

[0022] 实施例 1

[0023] 用 6000 磅的水和基于炭黑总重量为 0.5 重量%糖蜜粘合剂,在商业销式混合器(pin mixer)中于 100°C 将 6000 磅进料的脱气的 N650 (ASTM D1765) 炭黑进行湿粒化 10 分钟,以形成对照样品粒料。

[0024] 实施例 2

[0025] 用水但不用任何粘合剂将来自蓬松的 N650 (ASTM D1765) 的脱气的炭黑进行湿粒化。因此,所制备的粒料如通过实施例 1 制备但是不含任何糖蜜粘合剂。将 50 磅的粒料引入到 Munson 旋转间歇式混合器中,该混合器具有有叶片的内部以保持粒料运动。将聚乙烯蜡加热至约 90°C 的温度,即至熔点,并且喷射到转鼓中,转鼓的内部基本上处于环境温度。基于装入鼓中的炭黑的重量,使用的聚乙烯蜡的量为 1.7 重量%。包封工艺持续约 2 分钟的时期,在该点将粒料移出。

[0026] 实施例 3

[0027] 除了包封剂包含已被熔融并且分散或悬浮于作为载体的石蜡族矿物油中的酚醛树脂以外,遵循实施例 2 的程序。酚醛树脂以基于炭黑进料为 1.5 重量%的量存在,而石蜡族矿物油以基于炭黑进料为 4.8 重量%的量存在。

[0028] 对通过实施例 1、2 和 3 制备的粒料进行各种测试以确定灰尘产生、抗磨损性和分

散性。为了确定灰尘产生,使用两种方法 - 视觉检查和修改的 ASTM D1508 测试 (测试时间从 20 分钟增加至 60 分钟)。视觉检查法涉及将半加仑的炭粒料放置于容器中,用戴手套的手搅动容器中的粒料 10 次,并且视觉地确定手套上的炭黑的量。在修改的 ASTM D1508 方法中,对粒料进行 60 分钟测试以模拟粒料的长途运输,从而确定抗磨损性和灰尘产生。

[0029] 表 1 显示两个灰尘产生 / 磨损测试的结果以及各个粒料的压碎强度 (ASTM D3313)。在下表 1 中的结果中,对于修改的 ASTM D1508 测试和 ASTM D3313 测试,将实施例 1 的粒料任意地指定为值 100。对于确定由粒料所致的灰尘产生的视觉检查法,采用 1-5 的任意标度,其中 5 为最差而 1 为最好。结果显示于下表 1 中。如从表 1 中可以看到,通过本发明实施例 2 和 3 (Ex 2、Ex. 3) 的方法制备的粒料产生少得多的灰尘,虽然它们具有与现有技术粒料例如通过实施例 1 (Ex. 1) 制备的粒料相比较低的粒料刚性或压碎强度。

[0030] 表 1

[0031]

测试	Ex1	Ex2	Ex3
修改的 ASTM D1508 (磨损性)	100	60	17
改善%, 相对于实施例 1 的 %		40	83
视觉检查 (灰尘度)	5	3	1
改善%, 相对于实施例 1 的 %		40	80
ASTM D3313 (粒料强度)	100	49	72

[0032] 为了进行分散性测试,在 1.5 升的内部混合机中,将实施例 1-3 的粒料与各种量的橡胶组分和其它添加剂混合。为了进一步对比,还使用了两种另外的配制物,复合物 2 和复合物 3。复合物 2 和复合物 3 具有相同类型和量的用于形成 Ex. 2 和 3 的粒料的包封材料。然而,复合物 2 和 3 的粒料与 Ex1 同样地制备。然后将实施例 1-3 的复合物以及复合物 2 和 3 形成为含有橡胶的组合物用于分散性的确定。粒料 - 橡胶配制物的组成显示于下表 2 中,其中所有成分是按每百份橡胶的份数 (PHR)。

[0033] 表 2

[0034]

测试	Ex1	Ex2	Ex3	复合物 2	复合物 3
糖蜜粘合剂	是	否	否	是	是

测试	Ex1	Ex2	Ex3	复合物 2	复合物 3
第 1 阶段, 1.5L 班伯里混合器					
SBR ¹	75.00	75.00	75.00	75.00	75.00
BR ²	25.00	25.00	25.00	25.00	25.00
Ex1 湿粒料 N650	72.00			72.00	72.00
Ex2 包封的 N650		73.25			
Ex3 包封的 N650			76.52		
PE 蜡				1.25	
酚醛树脂					1.07
石蜡油					3.45
添加剂 1 *	38.00	38.00	38.00	38.00	38.00
第 2 阶段, 2- 轧制机					
第 1 阶段团块	210.00	211.25	214.52	211.25	214.52
添加剂 2 **	3.50	3.50	3.50	3.50	3.50
总计	213.50	214.75	218.02	214.75	218.02

[0035] ¹ 以名称**SOLFLEX®**销售的苯乙烯-丁二烯橡胶

[0036] ² 以名称**BUDENE®**销售的丁二烯橡胶

[0037] * “添加剂 1”包含增塑剂、抗氧化剂和抗臭氧剂

[0038] ** “添加剂 2”包含固化剂

[0039] 通过两种方法评价实施例 1-3 与复合物 2 和 3 的粒料的分散性 - 对于微观分散的视觉检查以及对于宏观分散的挤出测试。在视觉评价中, 没有观察到显著的差异。在宏观分散的确定中, 采用在螺旋桶的末端处具有美国 325 号和 60 号筛网包装 (screen pack) 的实验室用挤出机 (具有 0.75 英寸外径、10 : 1 的 L/D 比、和 0.75 英寸螺槽深度的单螺杆)。操作条件为 45rpm 的螺旋速度、110 °C 的模头温度和 70 °C 的桶温度。结果使用两种指标显示于表 3 中, (1) 按每单位体积的挤出复合物计, 挤出机桶中的平均压力累积

(pressurebuildup) 和 (2) 使挤出机桶中的压力累积达到 5200PSI 的给定压力所经过的时间。将实施例 1 指定任意值 100。结果显示于表 3 中。

[0040] 表 3

[0041]

测试	Ex1	Ex2	Ex3	复合物 2	复合物 3
压力累积	100	58	64	94	92
改善%, 相对于 Ex1 的 %		42	36	6	8
经过时间	100	490	450	100	110
改善%, 相对于 Ex1 的 %		390	350	0	10

[0042] 如可以从表 3 中的结果看到的, 与对照 (实施例 1) 以及复合物 2 和 3 相比, 在根据本发明的包封粒料 (实施例 2 和 3) 中压力累积小得多。如还可以看到的, 与对照 (实施例 1) 或复合物 2 和 3 相比, 对于本发明的包封粒料 (实施例 2 和 3), 要在挤出机桶中达到 5200PSI 的压力累积所经过的时间要长得多。因此可以从表 3 中的数据看到, 本发明的包封粒料比使用碳水化合物 (糖蜜) 粘合剂的现有技术湿粒化炭黑粒料或现有技术粒料如复合物 2 和 3 更易于分散。众所周知的是, 炭黑粒料在聚合物基体, 比如在实施例 1-3 以及复合物 2 和 3 中使用的聚合物基体中的分散性由两种评价的指标反映, 即, 压力累积和挤出机桶中压力累积的经过时间。在这方面, 前者表示挤出速率而后者表示挤出能量。如可以从表 3 中看到的, 挤出速率对于本发明的包封粒料更高, 而挤出能量对于本发明的包封粒料更低。

[0043] 实施例 4

[0044] 使用糖蜜作为粘合剂, 依照实施例 1 的程序形成湿粒化的炭黑 N650 的粒料。

[0045] 实施例 5

[0046] 此实施例示出在连续工艺中制备本发明的包封粒料。将通过实施例 4 但是不使用任何粘合剂所制备的粒料以 1000PPH (磅/小时) 的速率引入到 Munson 旋转连续混料器中。通过喷射将包含悬浮于 3.6 重量%石蜡族矿物油中的 1.2 重量%酚醛树脂的包封材料引入到 Munson 旋转连续混料器中, 所述重量%均基于炭黑重量。Munson 旋转连续混料器中的温度为 35°C。

[0047] 实施例 6

[0048] 除了使用的炭黑为 N339 (ASTM D1765) 并且粘合剂为木素氧化物以外, 依照实施例 1 的程序。

[0049] 实施例 7

[0050] 除了使用的粒料为通过实施例 6 但是不使用任何粘合剂所制备的那些, 并且包封

材料包含分散于 2.3 重量%石蜡族矿物油中的 2.6 重量%聚乙烯蜡以外,依照实施例 5 的程序,所述重量%均基于炭黑重量。将包封材料,即悬浮于石蜡族矿物油中的聚乙烯蜡的混合物以雾的形式引入到处于 35°C 的温度的 Munson 旋转连续混料器中。

[0051] 对比实施例 4 和 5 的粒料以确定筛余物对分散性的影响。例如,如可以从下表 4 看到的,根据本发明的包封粒料(实施例 5)具有比现有技术粒料(实施例 4)多 8 倍的筛余物。可以推测,较少筛余物的粒料(美国 325 号筛网)将导致在使用美国 325 号筛网的挤出机的桶中较低的平均压力累积。结果显示于表 4 中。在表 4 中还显示,以两种方式对实施例 4 和 5 的粒料进行灰尘产生器测试-视觉检查和修改的 ASTM D1508,如以上对于实施例 1 至 3 所描述的。表 4 显示灰尘产生测试的结果以及指标粒料压碎强度(ASTM D3313)、粒料尺寸分布(ASTM D1511)及筛余物(ASTM D1514-美国 325 号筛网)。

[0052] 表 4

[0053]

测试	Ex4	Ex5
修改的 ASTM D1508(磨耗)	100	17
改善%,相对于 Ex4 的%		83
视觉检查(灰尘度)	5	1
改善%,相对于 Ex4 的%		80
ASTM D3313(粒料强度)	100	77
筛余物 #325	100	843
粒料尺寸分布, % #10	2.2	1.8
#18	31.7	44.0
#35	47.9	41.5
#60	14.2	10.5
#120	2.8	2.0
盆	1.2	0.2

[0054] 对通过实施例 4-7 制备的粒料进行对于实施例 1 至 3 所述的和在表 2 中所述的程序。在使用实施例 4-7 的粒料的形成中使用相同的苯乙烯丁二烯橡胶和丁二烯橡胶。实施例 4-1 和 6-1 分别是通过实施例 4 和 6 制备但是与用于制备实施例 5 和 7 的粒料的粘合剂混合的粒料,以形成总体上均匀的粒料,其中粘合剂分散于整个粒料中而非形成如通过实施例 5 和 7 的包封粒料。橡胶配制物显示于下表 5 中。

[0055] 表 5

[0056]

测试	Ex4-1	Ex5	Ex6-1	Ex7
糖蜜粘合剂	是	否	否	否
木素氧化物粘合剂	否	否	是	否
第 1 阶段, 1.5L 混合器				
SBR	75.00	75.00	75.00	75.00
BR	25.00	25.00	25.00	25.00
Ex4 湿粒料 N650	72.00			
Ex6 湿粒料 N339			72.00	
Ex5 包封的 N650		75.48		
Ex7 包封的 N339				75.52
PE 蜡			1.87	
酚醛树脂	0.88			
石蜡油	2.60		1.65	
添加剂 1 *	39.50	39.50	39.50	38.00
第 2 阶段, 2- 轧制机				
第 1 阶段团块	214.98	214.98	215.02	215.02
添加剂 2 **	3.50	3.50	3.50	3.50
总计	218.48	218.48	218.52	218.52

[0057] * “添加剂 1” 包含增塑剂、抗氧化剂和抗臭氧剂

[0058] ** “添加剂 2” 包含固化剂

[0059] 通过挤出测试来评价实施例 4-1、5、6-1 和 7 的粒料分散性。在螺旋桶的末端处具有美国 325 号和 6-0 号筛网包装的 **Haake®** 实验室用挤出机 (0.75 英寸外径、10 : 1 的 L/D 比、和 0.75 英寸螺槽深度的单螺杆) 中挤出粒料。操作条件为 45rpm 的螺旋速度、110°C 的模头温度和 70°C 的桶温度。根据以下两项来描述分散性: 按每单位体积的挤出复合物计, 挤出机桶中的平均压力累积, 以及使挤出机桶中的压力累积达到给定压力所经过的时

间,在此情况下,对于实施例 4-1 和 5 的粒料为 5200PSI 而对于实施例 6-1 和 7 的粒料为 4000PSI。实施例 4 和 5 的结果显示于表 6 中。

[0060] 表 6

[0061]

测试	Ex4-1	Ex5
压力累积	100	86
改善%,相对于 Ex4-1 的%		14
经过时间	100	154
改善%,相对于 Ex4-1 的%		54

[0062] 尽管实施例 5 的粒料含有比起实施例 4-1 的粒料多 8 倍的筛余物 (325 目),然而,如可以从表 6 中的数据看到的,实施例 5 的包封粒料在挤出测试中显示出慢得多的压力累积。这些结果说明,宏观分散在一定程度上不依赖于筛余物的量,并且实施例 5 的包封粒料更快速地分散并且达到更小的尺寸,这最终贡献于挤出生产率的改善并且降低生产成本。如下表 7 中显示的实施例 6-1 和 7 的粒料表现出类似的结果。

[0063] 表 7

[0064]

测试	Ex6-1	Ex7
压力累积	100	71
改善%,相对于 Ex6-1 的%		29
经过时间	100	144
改善%,相对于 Ex6-1 的%		44

[0065] 表 7 还表现出,因为实施例 6-1 和 7 的粒料是由与实施例 4-1 和 5 的粒料不同的炭黑制造的,所以包封粒料的提高的益处并不依赖于特定等级的炭黑。

[0066] 如通过所得到并且显示于表 7 中的结果,还将实施例 6-1 和实施例 7 的粒料在硅石混合配制物中进行测试,以确定包封的粒料(实施例 7)是否可以降低生产成本或增加在多元混合体系以及在单一混合体系中的分散性。在这方面,众所周知的是,与炭黑相比,硅石难以分散。因此,多程 (multiple pass) 混合或动态混合方法对于获得令人满意的硅石分散是必需的,这增加生产成本并且降低生产率。配制物显示于下表 8 中。在表 8 中,所有的量均为 PHR,除非另外指明。

[0067] 表 8

[0068]

测试	Ex6-2	Ex7-1
木素氧化物粘合剂	是	否
第 1 至第 3 阶段, 1.5L 混合器		
SBR	103.12	103.12
BR	25.00	25.00
Ex6 湿粒料 N339	36.00	
Ex7 包封 N339		38.00
PE 蜡	1.5	0.5
芳族油	4.38	3.38
微珍珠硅石	40.00	40.00
添加剂 1 *	11.90	11.90
最后阶段, 1.5L 混合器		
第 3 阶段团块	221.90	221.90
添加剂 2 **	5.30	5.30
总计	227.2	227.2

[0069] * “添加剂 1” 包含增塑剂、硅石偶联剂、抗氧化剂和抗臭氧剂。

[0070] ** “添加剂 2” 包含固化剂

[0071] 实施例 8

[0072] 通过挤出测试来评价分散性。在 45RPM 的螺旋速度、70°C 的模头温度和 70°C 的桶温度的操作条件下, 将来自表 8 的配制物在螺旋桶的末端处具有美国 200 号和 35 号筛网包装的实验室用挤出机 (0.75 英寸外径、10 : 1 的 L/D 比、和 0.75 英寸螺槽深度的单螺杆) 中挤出。通过以下两项确定分散性: 按每单位体积的挤出复合物计, 挤出机桶中的平均压力累积, 以及使挤出机桶中的压力累积达到给定压力 (5200PSI) 所经过的时间。结果显示于下表 9 中。

[0073] 表 9

[0074]

测试	Ex6-2	Ex7-1
压力累积	100	86
改善%, 相对于 Ex6-2 的%		14
经过时间	100	131
改善%, 相对于 Ex6-2 的%		31

[0075] 如从表 9 中可以看到,与其中粘合剂在整个粒料中总体上均匀地混合的实施例 6-1 的粒料相比,包封粒料(实施例 7)显示出在硅石混合配制物的多程混合中分散性的显著改善。

[0076] 上述数据说明,无论使用的粘合剂种类和量、炭黑种类或等级,以及配制物和 / 或混合的方法,与通过湿粒化方法制备的现有技术粒料相比,本发明的包封粒料都显示出降低的磨耗(较少成尘)和更好的分散性。

[0077] 以上描述和实施例示出本发明的选择的实施方案。有鉴于此,将对本领域技术人员提示全部在本发明的精神和范围内的变化和修改。