

PATENTOVÝ SPIS

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2000-1141**
(22) Přihlášeno: **28.09.1998**
(30) Právo přednosti: **30.09.1997 US 1997/941766**
01.10.1997 US 1997/942449
(40) Zveřejněno: **13.09.2000**
(Věstník č. 9/2000)
(47) Uděleno: **11.08.2006**
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **13.09.2006**
(Věstník č. 9/2006)
(86) PCT číslo: **PCT/US1998/020279**
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 1999/016600**

(11) Číslo dokumentu:

297 185

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

B29B 15/04 (2006.01)
B01F 5/02 (2006.01)
C08C 1/15 (2006.01)
C08J 3/215 (2006.01)
C08J 3/22 (2006.01)
C08K 3/04 (2006.01)
C08K 3/36 (2006.01)
C08L 21/00 (2006.01)

(56) Relevantní dokumenty:

US 1611278; US 4029633; US 4303569; EP 51450.
Pneumatiky, Marcín, Zítek, strana 250 až 252.

(73) Majitel patentu:

CABOT CORPORATION, Boston, MA, US

(72) Původce:

Mabry Melinda Ann, Newton, MA, US
Wang Ting, Billerica, MA, US
Podobnik Ivan Zlatko, Hudson, NH, US
Shell James A., Suwanee, GA, US
Morgan Allan Clark, Manchester, MA, US
Chung Bin, Nashua, NH, US
Tokita Noboru, Woodbridge, CT, US

(74) Zástupce:

Dr. Karel Čermák, Národní třída 32, Praha 1, 11000

(54) Název vynálezu:

**Směsi elastomerních kompozitů a způsoby
jejich výroby**

(57) Anotace:

Při způsobu výroby směsi elastomerního kompozitu obsahující elastomer, plnivo ve formě částic a případně další složky, se do mísicí zóny koagulačního reaktoru zavádí nepřetržitý proud první tekutiny obsahující elastomerní latex; dále se pod tlakem zavádí nepřetržitý proud druhé tekutiny obsahující plnivo ve formě částic za vzniku premixu s elastomerním latexem, přičemž plnivo ve formě částic je účinné pro koagulaci elastomerního latexu, a míchání první tekutiny a druhé tekutiny v mísicí zóně je dostatečně účinné pro v podstatě úplnou koagulaci elastomerního latexu s plnivem ve formě částic v koagulačním reaktoru; z koagulačního reaktoru se vypouští v podstatě nepřetržitý proud premixu elastomerního kompozitu; a premix elastomerního kompozitu se smíchá za sucha s dalším elastomerem za vzniku směsi elastomerního kompozitu. Vynález se rovněž týká směsí elastomerních kompozitů vyrobitelných tímto způsobem.

CZ 297185 B6

Směsi elastomerních kompozitů a způsoby jejich výroby

Oblast techniky

5

Předkládaný vynález se týká nových způsobů výroby směsí elastomerních kompozitů a nových směsí elastomerních kompozitů, které se těmito způsoby vyrábějí. Konkrétněji se vynález týká způsobů výroby směsí elastomerních kompozitů, kde jsou částice plnidla jemně dispergovány v elastomeru, a směsí elastomerních kompozitů, jako jsou směsi bez vulkanizačního prostředku, směsi s vulkanizačním prostředkem a materiály z vulkanizované pryže a produkty, které se z těchto prostředků vyrábějí.

10

Dosavadní stav techniky

15

Z elastomerních prostředků, kde jsou částice plnidla dispergovány v jakémkoliv syntetickém elastomeru, přírodním kaučuku nebo v elastomerní směsi, se vyrábí mnoho produktů velkého komerčního významu. Rozsáhle se jako ztužovadlo do přírodního kaučuku a dalších elastomerů používají například saze. Běžně se vyrábí základní směs, což je předsměs plnidla, elastomeru a různých volitelných aditiv, jako je nastavovací olej, a pak se v některých případech tato základní směs v následujícím kroku míchá s dalším elastomerem. Základní směs se sazemi se vyrábí z různých druhů komerčně dostupných sazí, které se liší specifickým povrchem na jednotku hmotnosti a „strukturoidností“. Mnoho produktů komerčního významu se vyrábí z takových elastomerních prostředků, kde jsou částice sazí dispergovány v přírodním kaučuku. Takové produkty zahrnují například automobilové pneumatiky, ve kterých lze použít různé elastomerní prostředky na běhoun, bočnice a kostru pneumatiky. Další produkty zahrnují například pouzdra uložení motoru, dopravníkové pásy, stěrače a podobně. I když je možné použitím materiálů a výrobních technik, které jsou v současnosti dostupné, dosáhnout široké škály vlastností, v průmyslu přetrvává dlouhotrvající potřeba elastomerních prostředků, které mají lepší vlastnosti, a navíc sníží náklady a složitost současných výrobních technik. Zejména je například známo, že rozsah disperze, tj. jednotnost disperze sazí nebo jiného plnidla v elastomeru, významně ovlivní výsledné vlastnosti. U elastomerních prostředků připravovaných intenzivním vmícháváním sazí nebo jiného plnidla s přírodním kaučukem nebo jiným elastomerem (jako třeba v hnětači s protiběžnými rameny a podobně), vyžaduje jakékoliv zvýšení rozsahu disperze delší nebo intenzivnější míchání, což následně vede k nevýhodám jako jsou zvýšené náklady, výrobní doba a podobně. U plnidel typu sazí, které mají určitý povrch a strukturovanost, není při použití známých míchacích zařízení a technik, možné nebo komerčně využitelné zvýšení disperze nad určitý stupeň. Kromě toho, takové delší nebo intenzivnější míchání degraduje přírodní kaučuk narušováním polymerních řetězců přírodního kaučukového elastomeru, a tak snižuje jeho molekulovou hmotnost, což způsobuje, že výsledná elastomerní sloučenina není pro některé aplikace použitelná. Například je známo, že při použití na běhoun pneumatiky, vede nižší molekulová hmotnost k nežádoucímu zvýšení tak zvaného valivého odporu pneumatiky.

35

40

Je známo použití sazí, které mají větší nebo menší specifický povrch a strukturovanost, pro úpravu vlastností elastomerního prostředku. O sazích, které mají větší specifický povrch a nižší strukturovanost, je známo, že zlepšují odolnost proti růstu trhlin a odolnost proti proříznutí stejně jako obecně i odolnost proti oděru a další kvalitativní vlastnosti. Komerčně dostupnými technikami míchání nebo možné dosáhnout vynikající jednotlivosti disperze sazí v celém elastomeru aniž by došlo k nepřijatelné degradaci přírodního kaučuku. Ve skutečnosti, u typických množství sazí v přírodním kaučuku, jako je 45 dílů na 100 dílů kaučuku až 75 dílů na 100 dílů kaučuku a množství oleje 0 dílů na 100 dílů kaučuku až 10 dílů na 100 dílů kaučuku, nebylo u sazí o nízké strukturovanosti, jako jsou saze s DBPA méně než 100 cm³ na 100 g, zejména u těch, které mají specifický povrch 45 m²/g až 65 m²/g (CTAB), možné dosáhnout směsí, které mají méně než 1 % hmotnostní nedispergovaných sazí (měřeno jako makrodisperze povrchem, který bude popsán dále), bez ohledu na dobu a intenzitu míchání.

50

55

Navíc, ačkoliv teoretická analýza ukázala žádaná zlepšení v některých charakteristikách elastomerních prostředků využívajících sazí o větším specifickém povrchu a nižší strukturovanosti, nebylo možné využít známé fyzické mletí nebo další postupy hnětení, aby byly získány takové elastomerní prostředky, ve kterých by byla uchována molekulová hmotnost přírodní gumy a bylo dosaženo uspokojivé makrodisperze sazí. Obecně bylo například zjištěno, že se vyztužující vlastnosti sazí v elastomeru zvyšují s tím jak se snižuje velikost částic sazí. Nicméně, při použití velmi jemných sazí dochází k anomálním situacím, kdy se nedosahuje očekávaných zlepšení vlastností. To se zdůvodňuje z části tím, že při použití běžných způsobů míchání elastomeru nelze dosáhnout odpovídající disperze sazí v přírodním kaučuku, aniž by došlo k narušení elastomerního polymeru. Proto v případě takových sazí nelze plně využít výhod přirozené afinity sazí a přírodního kaučuku k sobě navzájem. Protože bylo zjištěno, že dobrá disperze sazí ve sloučeninách z přírodního kaučuku je jedním z nejdůležitějších cílů pro dosažení dobré kvality a jednotlivosti produktu, byla věnována značná pozornost vývoji postupů pro zhodnocení kvality disperze v kaučuku. Vyvinuté způsoby zahrnují, např. Cabotův diagram disperze a různé postupy zahrnující analýzy obrazu. Kvalitu disperze lze definovat jako dosažený stupeň promíchání. Ideální disperze sazí je stav, kdy jsou aglomeráty (nebo pelety) sazí rozbity na agregáty (čehož se dosahuje disperzivním mícháním) jednotlivě oddělené jeden od druhého (načež se dosahuje distribučním mícháním), s tím, že povrchy všech agregátů sazí jsou úplně smáčeny matricí (což se obvykle označuje jako zabudování).

Běžné problémy v gumárenském průmyslu, které jsou často spojeny se slabou makrodisperzí, lze rozdělit do čtyř hlavních kategorií: charakteristiky produktu, povrchové vady, vzhled povrchu a účinnost disperze. Funkční charakteristiky a trvanlivost pryžových výrobků obsahujících saze, jako je pevnost v tahu, únavová životnost a odolnost proti ořezu, jsou ovlivněny zejména kvalitou makrodisperze. Nedispergované saze také mohou způsobit povrchové vady na konečných produktech, včetně viditelných vad. Odstranění přítomnosti povrchových vad má kritickou důležitost u formou tvarovaných tenkých částí z funkčních důvodů a u vytlačovaných profilů, a to jak z funkčních důvodů, tak z důvodů estetických.

Pro měření makrodisperze sazí nebo dalších plnidel lze použít komerční analyzátor obrazu, jako je Kompaktní model analyzátoru obrazu, jako je Kompaktní model analyzátoru obrazu IBAS od firmy Kontrol Elektronik GmbH (Mnichov, Německo). Typicky je kvantitativním makrodisperzním testu používaným v gumárenském průmyslu kritická mezní hodnota velikosti 10 mikrometrů. Poruchy větší velikosti než 10 mikrometrů typicky tvoří nedispergované saze nebo jiné plnidlo, stejně jako jakékoliv drtě nebo jiné nečistoty, které mohou ovlivnit vizuální a funkční vlastnosti. Proto měření makrodisperze zahrnuje měření poruch na povrchu (vytvořeného mikrotomováním, protlačováním nebo krájením), které jsou větší než 10 mikrometrů, tak, že se měří celková plocha takových poruch na jednotku testované plochy pomocí analýzy obrazu. Makrodisperze $D[\%]$ se vypočte následovně:

$$\% \text{ nedispergované plochy} = \frac{1}{A_M} \sum_{i=1}^m N_i \frac{\pi D_i^2}{4}$$

kde A_m = celkový povrch testovaného vzorku

N_i = počet poruch o velikosti D_i

D_i = průměr kruhu, který má stejnou plochu jako porucha (kruh ekvivalentního průměru)

m = počet obrazů

Makrodisperzi sazí nebo jiného plnidla v nevulkanizovaném přírodním kaučuku nebo jiném vhodném elastomeru lze zhodnotit pomocí analýzy obrazu povrchu odrážnutých vzorků. Typicky

se pro analýzu obrazu bere pět až deset libovolně vybraných optických obrazů získaných z krájeného povrchu. Stopy po noži a podobně se s výhodou odstraní technikou číselného odfiltrování. Analýza obrazu krájeného povrchu tak poskytne informace týkající se kvality disperze sazí v přírodní gumě. Konkrétně určují kvalitu makrodisperze sazí procenta nedispergované plochy D[%]. S klesající kvalitou makrodisperze se zvyšuje procento nedispergované plochy. Kvalitu disperze lze proto zvýšit snížením procenta nedispergované plochy. Jak již bylo uvedeno, operace míchání má přímý vliv na účinnost míchání a makrodisperzi. Obecně se dosahuje lepší makrodisperze sazí v elastomeru, například v předsměsi přírodního kaučuku, delším a intenzivnějším mícháním. Naneštěstí se ale při dosažení lepší makrodisperze delším intenzivnějším mícháním degraduje elastomer, ve kterém se saze dispergují. To je problematické zejména v případě přírodního kaučuku, která je velmi citlivá na mechanickou/tepelnou degradaci. Delší a intenzivnější míchání pomocí známých míchacích technik a nástrojů, jako je hnětač s protiběžnými rameny, snižuje molekulovou hmotnost prostředku z předsměsi přírodního kaučuku. Proto se zlepšené makrodisperze sazí v přírodním kaučuku dosahuje pouze spolu s odpovídajícím, obecně nežádoucím snížením molekulové hmotnosti kaučuku.

Kromě suchých míchacích technik je také známo nepřetržité dodávání suspenze latexu a sazí do míchané koagulační nádoby. Takové „vlhké“ techniky se běžně používají se syntetickým elastomerem, jako je styren-butadienový kaučuk. Koagulační nádoba obsahuje koagulant, jako je roztok soli nebo vodné kyseliny, který má hodnotu pH 2,5 až 4. Suspenze latexu a sazí se míchá a koaguluje v koagulační nádobě na malé kuličky (typicky o průměru několika milimetrů), které se označují jako vlhká drť. Proud drtě a kyseliny se odděluje, typicky pomocí vibračního síta a podobně. Drť se pak sype do druhé míchané nádoby, kde se promývá, aby se dosáhlo neutrálního nebo téměř neutrálního pH. Pak se drť podrobí dalšímu prosévání, sušení atd. Pro koagulaci přírodních a syntetických elastomerů byly navrženy i různé úpravy tohoto postupu. V patentu US 4 029 633, Hagopian a kol., který je stejně jako předkládaný vynález připisán firmě Cabot Corporation, je popsán nepřetržitý proces přípravy elastomerní předsměsi. Připraví se vodná suspenze sazí a smíchá se s přírodním nebo syntetickým elastomerním latexem. Tato směs se podrobí takzvanému krémovatení za použití jakéhokoliv z různých známých zpěňovačů. Po krémovatení se směs saze/latex podrobí koagulaci. Konkrétně se krémová směs saze/latex zavádí jako jediný souvislý proud do jádra proudu koagulačního roztoku. Pevný proud krémové směsi saze/latex se rozstříkuje a atomizuje proudem koagulačního roztoku dříve než dojde ke koagulaci, přičemž prochází vhodnou reakční zónou, ve které se koagulace dokončí. Po takovém kroku koagulace je zbytek postupu v zásadě běžný a zahrnuje oddělení drtě z odpadního produktu a promytí a vysušení drtě. Podobný postup je popsán v patentu US 3 048 559, Heller a kol. Vodná suspenze sazí se nepřetržitě míchá s proudem přírodního nebo syntetického elastomeru nebo latexu. Oba proudy se míchají za uvedených podmínek, které zahrnují prudké hydraulické rozvíření a náraz. Stejně jako v případě již zmíněného patentu Hagopiana a kol., se spojený proud suspenze sazí a elastomerního latexu následně koaguluje přidáním roztoku kyseliny nebo soli jako koagulantu.

V různých odvětvích ekonomiky existuje dlouhodobá potřeba elastomerních směsí, ve kterých jsou částice plnidla dispergovány ve vhodném elastomeru, a které mají zlepšenou makrodisperzi, zejména například sazí dispergovaných ve směsi přírodního kaučuku s dalším elastomerem. Jak již bylo uvedeno, zlepšená makrodisperze poskytne odpovídající zlepšené estetické a funkční charakteristiky. Zejména jsou žádané nové elastomerní sloučeniny sazí ve směsi přírodního kaučuku a syntetického elastomeru, kde se zlepšené makrodisperze dosahuje při zachování vyšší molekulové hmotnosti přírodního kaučuku. Předmětem předkládaného vynálezu je naplnění těchto dlouhodobých potřeb.

Podstata vynálezu

Prvním aspektem překládaného vynálezu je způsob výroby směsí elastomerních kompozitů zahrnující nejprve přípravu premixu elastomerního kompozitu tak, že se do mísicí zóny koagulačního

reaktoru zavádí nepřetržitý proud první tekutiny obsahující elastomerní latex. Současně se do mísicí zóny koagulačního reaktoru pod tlakem zavádí nepřetržitý proud druhé tekutiny obsahující částice plnidla. S výhodou má koagulační reaktor podlouhlou koagulační zónu vybíhající z mísicí zóny, přičemž nejvýhodněji má tato koagulační zóna postupně se zvětšující průřez směrem dolů k výstupnímu konci koagulačního reaktoru. Elastomerní latex je buď přírodní, nebo syntetický a tekutina s částicemi plnidla obsahuje saze nebo jiné částice plnidla, které jsou účinné při koagula-
5 laci latexu. Tekutina s částicemi plnidla se zavádí do mísicí zóny, s výhodou jako nepřetržitý proud vstřikované tekutiny o vysoké rychlosti, zatímco latexová tekutina se dodává při nízké rychlosti. Rychlost, průtok a koncentrace částic v tekutině obsahující částice plnidla postačující k tomu, že dojde ke vzniku premixu s elastomerním latexem, přičemž plnivo ve formě částic je účinné pro koagulaci elastomerního latexu a míchání první tekutiny a druhé tekutiny v mísicí zóně je dostatečně energické pro v podstatě úplnou koagulaci elastomerního latexu s plnivem ve formě částic v koagulačním reaktoru. Jinými slovy, rychlost, průtok a koncentrace části v tekuti-
10 ně obsahující plnidlo ve formě částic, jsou dostatečné na to, aby došlo ke vzniku turbulencí v prů- toku směsi alespoň v horní části koagulační zóny, takže se elastomerní latex v zásadě úplně koaguluje s částicemi plnidla před výstupem z reaktoru. V zásadě úplné koagulace tak lze podle preferovaného provedení dosáhnout bez potřeby použití kyseliny nebo soli jako koagulačního činidla. Z koagulačního reaktoru se vypouští v podstatě nepřetržitý proud premixu elastomerního kompozitu; a premix elastomerního kompozitu se smíchá za sucha s dalším elastomerem za vzni-
15 ku směsi elastomerního kompozitu. Takový přídatný elastomer je stejný nebo jiný než elastomer použitý v kroku mokrého míchání. Případně lze během kroku suchého míchání použít i přídatné plnidlo. Takové přídatné plnidlo je stejné nebo jiné než plnidlo ve formě částic použité v kroku míchání za vlhka.

20 V dalším aspektu jsou poskytovány směsi elastomerních kompozitů připravitelné způsobem podle předkládaného vynálezu. V preferovaných provedeních jsou poskytovány nové směsi elas- tomerních kompozitů, které mají makrodisperzi plnidla ve formě částic, molekulovou hmotnost elastomeru, množství částic plnidla, takové plnidlo ve formě částic (včetně, například, plnidla ze sazí s výjimečně velkým specifickým povrchem a nízkou strukturovaností) a/nebo další charakte-
25 ristiky, kterých dosud ještě nikdy nebylo dosaženo. V tomto ohledu mají preferované směsi elas- tomerních kompozitů popsané v předkládaném vynálezu vynikající makrodisperzi, dokonce i u takových plnidel, jako jsou saze, které mají poměr strukturovanosti ku specifickému povrchu DBP : CTAB nižší než 1,2 a dokonce ještě nižší než 1, u elastomerů jako je přírodní kaučuk atd., s malou nebo žádnou degradační molekulové hmotností elastomeru. V dalších aspektech předklá-
30 daného vynálezu jsou poskytovány meziproducty stejně jako konečné produkty, které vznikají ze směsí elastomerních kompozitů vyrobených postupem podle předkládaného vynálezu. Makrodis- perze v předkládaném vynálezu označuje makrodisperzi D[%] plnidla ve formě částic měřenou jako procento nedispergované plochy u poruch větších než 10 mikrometrů. Směsi elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu obsahují přírodní kaučuk, kdy je molekulová hmotnost
35 přírodního kaučuku, což je MW_{sol} (střední hmotnost) části tvořené solem, s výhodou přinejmen- ším 300 000, výhodněji 400 000 a v některých preferovaných provedeních předkládaného vyná- lezu 400 000 až 900 000. Směsi elastomerních kompozitů případně obsahují nastavení olej, jako je 0 dílů na 100 dílů kaučuku až 20 dílů na 100 dílů kaučuku, výhodněji 0 dílů na 100 dílů kauču-
40 ku až 10 dílů na 100 dílů kaučuku nastavovacího oleje a/nebo dalších složek takových, které jsou dobře známé pro své případné využití při zpracování přírodního kaučuku a/nebo dalších elasto- merů se saze a/nebo dalšími plnidly. Jak je diskutováno dále v souvislosti s některými prefero- vanými provedeními, nové směsi elastomerních kompozitů popsané v předkládaném vynálezu mají vysoce žádané fyzikální vlastnosti a funkční charakteristiky. Proto předkládaný vynález
45 představuje značný technologický pokrok.

50 Tyto a další aspekty a výhody různých provedení předkládaného vynálezu budou dále osvětleny v následující podrobné disperzi některých preferovaných provedení.

Přehled obrázků na výkresech

Následující diskuze některých preferovaných provedení se odkazuje na připojené obrázky, na kterých:

- 5
Obr. 1 je ilustrace schematického diagramu průtoku zařízení pro přípravu elastomerní předsměsi podle některého z preferovaných provedení;
- 10
Obr. 2 je bokorys, částečně schematický, preferovaného provedení sestávající z ilustrace schematického diagramu průtoku z obr. 1;
- Obr. 3 je bokorys, částečně schematický, alternativního preferovaného provedení sestávající z ilustrace schematického diagramu průtoku z obr. 1;
- 15
Obr. 4 je bokorys, částečně příčný řez, sestavy míchací hlava/koagulační reaktor provedení obr. 3;
- Obr. 5 je bokorys, částečně příčný řez, odpovídající pohledu obr. 4, ilustrující alternativní preferované provedení;
- 20
Obr. 6 je příčný řez ve směru linie 6–6 obr. 5;
- Obr. 7 je příčný řez mísicí hlavy vhodné pro použití jako alternativní preferované provedení;
- 25
Obr. 8 je graf ukazující specifický povrch a strukturní vlastnosti (CTAB a DBPA) sazí použitých v určitých preferovaných prostředcích předsměsí podle předkládaného vynálezu.
- Obr. 9 až 25 jsou grafy ukazující makrodisperzi, molekulovou hmotnost přírodního kaučuku a/nebo další charakteristiky nových elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu, které obsahují saze uvedené na obr. 8, v některých případech spolu s údaji, které se týkají kontrolních vzorků pro porovnání a které ukazují znatelné zlepšení fyzikálních vlastností a funkčních charakteristik dosahovaných elastomerními kompozity;
- 30
Obr. 26 až 29 jsou grafy ukazující morfologické vlastnosti sazí, tj. strukturovanost (DBPA) a specifický povrch (CTAB) a ukazují oblasti nebo zóny sazí (podle těchto morfologických vlastností), které jsou vhodné pro použití do konkrétního produktu; a
- 35
Obr. 30 a 31 jsou grafy ukazující makrodisperzi a molekulovou hmotnost přírodního kaučuku v nových elastomerních kompozitech podle předkládaného vynálezu, spolu s kontrolními vzorky pro porovnání.
- 40
Je třeba chápat, že připojené obrázky nejsou ve svém měřítku nutně přesné. Některé rysy jsou zvětšené nebo zmenšené z důvodů pohodlí nebo jasnosti ilustrace. Přímé odkazy použité v následující diskuzi jsou založeny na orientaci složek ilustrovaných v obrázcích, pokud není přímo uvedeno jinak nebo pokud z kontextu jasně nevyplyvá jinak. Obecně lze zařízení podle předkládaného vynálezu použít v různých provedeních předkládaného vynálezu v různých uspořádáních. Je na posouzení odborníka v dané problematice, aby na základě popisu předkládaného vynálezu, stanovil vhodné rozměry a orientaci zařízení podle předkládaného vynálezu pomocí rutinních technických zkušeností a zahrnují dobře známých faktorů týkajících se konkrétní zamýšlené aplikace, jako je požadovaný objem výroby, volba materiálu, pracovní cyklus a podobně. Odkazová čísla použitá v jednom obraze jsou v dalších obrázcích použita pro stejnou vlastnost nebo prvek.
- 45
50

Podrobný popis některých preferovaných provedení

Postupem a zařízením popsaným v předkládaném vynálezu se vyrábějí směsi elastomerních kompozitů, které obsahují (i) elastomerní předsměs vyrobenou nepřetržitým postupem, který zahrnuje míchání elastomerního latexu a tekutiny s částicemi plnidla za turbulence a podmínek kontroly toku, které vedou ke koagulaci dokonce i bez použití tradičních koagulačních činidel a (ii) případný elastomer přidaný od takové elastomerní předsměsi v kroku míchání za sucha. To má velké komerční výhody: (A) získá se drť elastomerní předsměsi, což je koagulovaný latex, který se získá v kroku „míchání za vlhka“ podle předkládaného vynálezu, aniž by bylo nutné intenzivní míchání elastomeru s plnidlem za sucha nebo vystavovat tekutý prostředek latex/částice proudu nebo nádrži koagulantu a (B) pak se v kroku „míchání za sucha“, který zahrnuje míchání takové předsměsi s přidávným elastomerem za sucha, získá směs elastomerního kompozitu. Takto lze při rutinním komerčním použití zabránit nákladnému a složitému užití koagulačních roztoků obsahujících kyselinu. Dřívější techniky zahrnují předběžné smíchání latexu a částic, jak je popsáno v již zmíněném patentu Heller a kol. a patentu Hagopian a kol., neuvádějí možnost dosažení koagulace bez vystavení směsi latex/částice působení obvyklého koagulačního roztoku, což vede k nevýhodám, jak ohledně výrobních nákladů, tak při likvidaci odpadů.

Výhodné přizpůsobivosti se dosahuje suchým/vlhkým způsobem míchání, který je v tomto dokumentu popsán pro výrobu směsi elastomerního kompozitu. Zejména tato přizpůsobivost spočívá v možnosti volby elastomeru(ů) použitých v tekutině neboli v kroku „míchání za vlhka“ a ve volbě elastomeru(ů) použitých v následujícím kroku „míchání za sucha“. V krocích míchání za sucha a za vlhka lze použít stejný elastomer (nebo směs elastomerů) nebo lze, alternativně, použít odlišné elastomery, a to v jakýchkoliv vhodných relativních hmotnostních poměrech. Další přizpůsobivost spočívá v tom, že je případně možno během kroku míchání za sucha přidat přidavné plnidlo. Toto přidavné plnidlo je stejné nebo odlišné od plnidla použitého v kroku míchání za vlhka. S výhodou se v preferovaných provedeních postupů popsaných v předkládaném dokumentu, dosažená vynikající makrodisperze částic plnidla v elastomerní předsměsi vznikající v kroku míchání za vlhka udrží nebo dokonce ještě zlepší v následujícím kroku míchání za sucha. Bez vazby na nějakou konkrétní teorii se předpokládá, že přinejmenším u některých preferovaných provedení vzniká suchým/vlhkým postupem popsaným v předkládaném dokumentu polyfázová směs elastomerního kompozitu. To jest, ačkoliv je obtížné tuto směs pomocí technik v současnosti využívaných v průmyslu elastomerů identifikovat nebo pozorovat, předpokládá se, že směs elastomerních kompozitů obsahuje přinejmenším jednu elastomerní fázi vznikající během kroku míchání za sucha. Stupeň promíchání obou fází a stupeň do kterého jsou hraniční vrstvy mezi oběma fázemi více či méně oddělené, bude záviset na mnoha faktorech včetně, například, vzájemné afinity elastomeru z kroku míchání za vlhka a elastomeru z kroku míchání za sucha, množství částic, volbě částicového plnidla(el) a na tom, zda bylo během kroku míchání za sucha přidáno přidavné plnidlo, relativních hmotnostních poměrech elastomeru z kroku míchání za vlhka a elastomeru z kroku míchání za sucha, atd.

Výhodnou přizpůsobivost podle předkládaného vynálezu a její využití pro lepší kontrolu distribuce plniva mezi dvě odlišné elastomerní fáze ve směsi elastomerních kompozitů lze vidět na příkladu směsi elastomerních kompozitů obsahujících přírodní kaučuk, butadienový kaučuk (označený na některých místech ve spisu zkratkou „BR“) a saze jako plnidlo. Pro některé aplikace se preferuje, aby saze jako plnidlo bylo zejména v té fázi elastomerní směsi kompozitů, která je tvořena přírodním kaučukem. Na základě již známých suchých/suchých technik míchání, lze saze smíchat s přírodním kaučukem pomocí míchacích technik za sucha a následně pak přidat, a také za sucha vmíchat, butadienový kaučuk. V tomto případě bude velká část sazí přecházet do fáze tvořené butadienovým kaučukem, protože mají k této fázi velkou afinitu a tím se sníží požadovaná makrodisperze sazí ve fázi tvořené přírodním kaučukem. Ve srovnání s tím, zlepšené funkční charakteristiky srovnatelných směsí elastomerních kompozitů připravených vlhkým/suchým způsobem míchání podle předkládaného vynálezu ukazují, že se ve fázi tvořené přírodním kaučukem udrží více sazí, pokud se saze smísí s přírodním kaučukem v úrovním kroku míchání za vlhka a v následném kroku míchání za sucha se přidá butadienový kaučuk.

- V kroku míchání za vlhka podle předkládaného vynálezu lze rychlosti dodávání latexové tekutiny a tekutiny obsahující částice plnidla do mísicí zóny koagulačního reaktoru přesně měřit, aby se dosáhlo vysokých výtěžků, a ve vznikající drti na výstupním konci koagulačního reaktoru bylo
- 5 minimální množství volného latexu nebo nedispergovaného plnidla. Bez vazby na nějakou konkrétní teorii se v současnosti předpokládá, že v mísicí zóně vzniká kvazimonofázový systém s tím, že zde vzniká koagulovaná pevná hmota a postupuje koagulační zónou. Předpokládá se, že velmi vysoká rychlost dodávání tekutiny obsahující plnidlo do mísicí zóny koagulačního reaktoru a rozdíl rychlosti relativně ku dodávání latexové tekutiny jsou významné pro dosažení turbulence, tj. dostatečně energického rozrušení latexu nárazem proudu tekutiny obsahující částice plnidla, kterým se dosáhne celkového promíchání a disperze částic do latexové tekutiny a koagulace. Velké energie použité při míchání vedou k drti předsměsi s vynikající disperzí spolu s kontrolovanou rychlostí výstupu produktu. Vznikající koagulát se pak přetváří do formy požadovaného výtlačku. Tekutina obsahující částice plnidla a elastomerní latex se s výhodou dodávají nepřetržitě, což znamená, že vzniká nepřetržitý tok koagulované předsměsi z mísicí zóny do výstupního konce koagulačního reaktoru a udržuje se nepřetržitý tok tekutiny na vstupu. Typicky se nepřetržitý tok tekutin na vstupu a současné odebrání koagulované předsměsi udržuje po dobu jedné nebo více hodin, s výhodou například více než 24 hodin a někdy dokonce i týden nebo i více.
- 20 Dále jsou v předkládaném dokumentu diskutována některá preferovaná provedení způsobů a přístrojů určených pro výrobu nových směsí elastomerních kompozitů. Ačkoliv lze do různých preferovaných příkladů podle předkládaného vynálezu použít různá plnidla a elastomery, část následujícího podrobného popisu způsobů a přístrojů podle předkládaného vynálezu bude, v některých příkladech, pro zjednodušení, popisovat předsměs obsahující přírodní kaučuk a saze.
- 25 Odborník v dané problematice bude schopen na základě tohoto popisu využít způsob a přístroj popsany v předkládaném vynálezu uvedeným postupem a vyrobit tak předsměs a směsi elastomerních kompozitů obsahujících mnoho alternativních nebo přídatných elastomerů, plnidel a dalších materiálů. Stručně shrnuto, preferované způsoby výroby elastomerní předsměsi zahrnují nepřetržitě dodávání suspenze sazí nebo jiného plnidla a latexové tekutiny přírodního kaučuku nebo tekutiny jiného vhodného elastomeru do mísicí zóny koagulačního reaktoru. Koagulační zóny vychází z mísicí zóny a s výhodou má směrem dolů od vstupu k výstupu postupně se zvětšující průřez. Suspenze se dodává do mísicí zóny s výhodou jako nepřetržitý proud tekutiny vstřikované velkou rychlostí, zatímco latexová tekutina přírodního kaučuku se dodává relativně nízkou rychlostí. Vysoká rychlost, průtok a koncentrace částic plnidla v suspenzi postačují k tomu, že
- 35 dojde k promíchání a rozrušení latexové tekutiny a k turbulenci toku směsi alespoň v horní části koagulační zóny a v zásadě k úplné koagulaci elastomerního latexu před výstupním koncem. Tak lze podle preferovaných provedení dosáhnout v zásadě úplné koagulace bez nutnosti použít kyseliny nebo solné koagulační činidlo. Preferovaný nepřetržitý způsob výroby elastomerních kompozitů zahrnuje nepřetržitě a současně dodávání latexové tekutiny a suspenze plnidla do mísicí zóny koagulačního reaktoru, čímž vznikne nepřetržitý, poloohrazený tok směsi latexu a suspenze plnidla v koagulační zóně. Drť elastomerního kompozitu ve formě „hádků“ nebo globulí se získává z výstupního konce koagulačního reaktoru jako v zásadě konstantní tok a zároveň se nepřetržitě dodávají proudy latexu a suspenze sazí do mísicí zóny koagulačního reaktoru. Významné je, že tok pístového typu a podmínky, při kterých se využívá atmosférický nebo téměř
- 45 atmosférický tlak na výstupním konci koagulačního reaktoru, jsou velmi výhodné pro snadnou kontrolu a jímání elastomerního kompozitu, stejně jako pro okamžité nebo následující kroky dalšího zpracování. Rychlosti dodávání tekutiny přírodní latexové gumy a suspenze sazí do mísicí zóny koagulačního reaktoru lze přesně změřit tak, aby se dosáhlo vysokého výtěžku s minimálním množstvím volného latexu a nedispergovaných sazí s drtí produktu na výstupním konci koagulačního reaktoru. Bez vazby na nějakou konkrétní teorii se v současnosti předpokládá, že v mísicí zóně vzniká kvazimonofázový systém s tím, že zde vzniká koagulovaná pevná hmota a postupuje koagulační zónou. Velmi vysoká rychlost dodávání tekutiny obsahující plnidlo do mísicí zóny koagulačního reaktoru a rozdíl rychlosti relativně ku dodávání latexové tekutiny jsou významné pro dosažení turbulence, tj. dostatečně energetického rozrušení latexu nárazem proudu tekutiny obsahující částice plnidla, kterým se dosáhne celkového promíchání a disperze částic do
- 55

latexu tekutiny a koagulace. Velké energie použité při míchání vedou k drti předsměsi s vynikající disperzí spolu s kontrolovanou rychlostí výstupu produktu. Vznikající koagulát se pak přetváří do formy požadovaného výtlačku.

- 5 Elastomerní kompozit přepravený popsanou technikou vlhkého míchání a na popsaném zařízení vytvoří elastomerní směsi kompozitů podle předkládaného vynálezu následným suchým mícháním s přídatným elastomerem. Tak lze předkládaný vynález popsat jako postup zahrnující vlhký/suchý způsob, zatímco dosavadní známé techniky využívají suchý/suchý způsob, kdy předsměs vzniká mícháním za sucha přídatný elastomer se vmíchání opět mícháním za sucha. Krok
- 10 míchání za sucha ve vlhkém/suchém způsobu míchání podle předkládaného vynálezu se provádí komerčně dostupnými přístroji a technikami včetně, například, hnětače s protiběžnými rameny a podobně. Přídatný elastomer přidávaný během kroku míchání za sucha ve vlhkém/suchém způsobu míchání popsaném v předkládaném vynálezu je jeden nebo více elastomerů, které jsou stejné nebo odlišné od elastomeru(ů) použitých pro tvorbu předsměsi. Také lze během kroku
- 15 míchání za sucha spolu s elastomerem přidat další složky zahrnující například olejové plnidlo, přídatné plnidlo ve formě částic, vulkanizační prostředky atd., kdy v těchto provedeních, ve kterých se během kroku míchání za sucha přidává přídatné plnidlo ve formě částic, je toto přídatné plnidlo stelné nebo odlišné od plnidla(el) použitého do předsměsi vznikající v kroku míchání za vlhka.
- 20 Uvedená preferovaná zařízení a techniky výroby směsi elastomerních kompozitů jsou v předkládaném vynálezu diskutovány ve shodě s připojenými obrázky, kde nepřetržitě provádění kroku míchání za vlhka určeného pro výrobu elastomerních předsměsí, zahrnuje nepřetržitý, poloohraničený tok elastomerního latexu, například, latexu z přírodního kaučuku (běžný latex nebo
- 25 koncentrát) míchaného se suspenzí plnidla, například vodnou suspenzí sazí, v koagulačním reaktoru zahrnujícím koagulační zónu, jejíž průřez se s výhodou zvětšuje od vstupu směrem k výstupu. Pojem „poloohraničený“ tok označuje velmi výhodný rys. Tak jak se používá v předkládaném vynálezu, znamená tento termín, že průtok kterým prochází směs latexové tekutiny a suspenze plnidla koagulačním reaktorem, je uzavřený nebo v zásadě uzavřený proti proudu
- 30 mísící zóny a otevřený na opačném konci koagulačního reaktoru, tj. na výstupním konci koagulačního reaktoru. Turbulence v horní části koagulační zóny se udržuje nepřetržitě, přinejmenším v kvazi-ustáleném stavu, zároveň s podmínkami pístového toku na otevřeném výstupním konci koagulačního reaktoru. Výstupní konec je „otevřen“ alespoň v tomto významu, že umožňuje výstup koagulátu, obecně za nebo téměř za atmosférického tlaku a, typicky, odkapáváním vlastní
- 35 vahou (případně s krytou nebo cloněnou cestou toku) do vhodných jímacích prostředků, jako je násypka odvodňujícího vytlačovacího lisu. Tak vede poloohraničený tok ke gradientu turbulence rozkládajícímu se axiálně nebo longitudinálně alespoň v části koagulačního reaktoru. Bez vazby na nějakou konkrétní teorii se v současnosti předpokládá, že koagulační zóna je významná pro umožnění velké turbulence při míchání a koagulaci v horní části koagulačního reaktoru a pro
- 40 v zásadě pístový výstupní tok pevného produktu na výstupním konci. Vstřikování suspenze sazí nebo jiného plnidla ve formě nepřetržitého proudu do mísící zóny vede k nepřetržitému procesu, při kterém je možné snadné odebrání drti elastomerní předsměsi vystupující za podmínek v zásadě pístového toku a obecně za atmosférického tlaku na výstupním konci koagulačního reaktoru. Axiální rychlost suspenze ve šterbině pro suspenzi vedouc do mísící zóny a, typicky, na vstupním
- 45 konci koagulační zóny jsou podstatně vyšší než na výstupním konci. Axiální rychlost suspenze bude typicky několik set metrů za sekundu na vstupu do mísící zóny, s výhodou z malého otvoru axiálně orientované plnicího potrubí, což odpovídá preferovanému provedení předkládaného vynálezu, které bude diskutováno dále. Axiální rychlost výsledného toku na vstupním konci koagulačního reaktoru s rozšiřujícím se průřezem je v typické aplikaci například 1,524 m za sekundu až
- 50 6,096 m za sekundu a obvykleji 2,1336 m za sekundu až 4,5722 m za sekundu. Na výstupním konci bude ovšem axiální rychlost drti předsměsi produktu v typické aplikaci 0,3048 m za sekundu až 3,048 m za sekundu a obecněji 0,6096 m za sekundu až 1,524 m za sekundu. Tak se při poloohraničeném turbulentním toku dosahuje velké výhody v tom, že přírodní kaučukový nebo jiný elastomerní latex se koaguluje směsí sazí nebo jiného plnidla dokonce i když pak není dále

upravován v proudu nebo v nádrži kyseliny, roztoku soli nebo jiného koagulantu s tím, že z koagulačního reaktoru vystupuje polotvarovaný produkt vhodný pro další zpracování.

V tomto případě se vyjádření, že koagulační reaktor je „otevřený“ na výstupním konci nechápe tak, že výstupní konec je viditelný nebo snadno dosažitelný rukou. Místo toho je případně trvale nebo uvolnitelně připojený k jímacímu zařízení nebo k zařízení, ve kterém dochází k dalšímu zpracování, jako je diverter (který je diskutován dále) sušák atd. Výstupní konec koagulačního reaktoru je otevřený v tom smyslu, že turbulentní tok v koagulační zóně koagulačního reaktoru, který je pod vysokým tlakem a je jištěn proti jakémukoliv významnému zpětnému toku (tj. protiproudu) v mísící zóně, umožňuje ustavení gradientu tlaku a/nebo rychlosti při postupu vpřed a výstupu z výstupního konce.

V této souvislosti je třeba také poznamenat, že turbulence toku klesá v koagulačním reaktoru směrem k výstupnímu konci. V zásadě pístový tok pevného produktu se ustavuje před výstupním koncem, v závislosti na takových faktorech jako je procento využití kapacity, volba materiálů a podobně. Pokud se zde odkazujeme na to, že tok je v zásadě pístový na nebo předvýstupním koncem koagulačního reaktoru, pak by se to ve světle uvedených skutečností mělo chápat tak, že tok na výstupním konci sestává hlavně nebo úplně z drti předsměsi, což jsou globule nebo „hádky“ koagulované elastomerní předsměsi. Drť je typicky v místě, kde se v koagulační zóně tok stává v zásadě pístovým polotvarovaná do tvaru vnitřního prostoru koagulační zóny. Neustále postupující hmota „hádků“ nebo granulí má s výhodou pístový tok v tom smyslu, že postupuje obecně axiálně směrem k výstupnímu konci a v jakémkoliv časovém bodě v daném průřezu koagulační zóny blízko výstupního konce má téměř jednotnou rychlost tak, že ji lze snadno jímat a dále zpracovávat. Tak lze míchání fází tekutin popsané v předkládaném vynálezu s výhodou provádět za ustálených nebo poloustálených podmínek což vede k velmi jednotnému produktu.

Preferované provedení způsobu a zařízení pro krok míchání za vlhka popsané v předkládaném vynálezu je schematicky vyobrazeno na obr. 1. Odborníkům v dané problematice bude jasné, že různé aspekty konfigurace systému, výběru komponent a podobně, budou záviset d určité míry na konkrétních charakteristikách zamýšleného použití. Tak například takové faktory, jako je maximální kapacita systému a možnost výběru materiálu cvlivní velikost a uspořádání složek systému. Obecně budou odborníci v dané problematice na základě svých schopností a na základě předkládaného vynálezu moci taková rozhodnutí provést. Systém vyobrazený na obr. 1 zahrnuje prostředky pro nepřetržité dodávání tekutiny přírodního kaučukového latexu nebo tekutiny jiného elastomerního latexu za nízkého tlaku a nízké rychlosti do mísící zóny koagulačního reaktoru. Konkrétněji tlakový latexový zásobník 10 zajišťuje dodávání latexu pod tlakem. Alternativně lze použít zásobník latexu vybavený peristaltickým čerpadlem nebo sérií čerpadel nebo jiných vhodných prostředků upravených tak, aby mohly dodávat tekutinu elastomerního latexu přes plnicí potrubí 12 do mísící zóny koagulačního reaktoru 14. Latexová tekutina v zásobníku 10 je buď pod tlakem vzduchu, nebo pod tlakem dusíku a podobně tak, že se latexová tekutina dodává do mísící zóny potrubím pod tlakem 68,95 kPa, výhodněji 13,79 kPa až 55,16 kPa a typicky 34,475 kPa. Tlak latexu při plnění a v potrubích, spojeních atd. je upraven tak, aby v tekoucí latexové tekutině docházelo k co nejmenšímu víření. S výhodou jsou například všechna potrubí hladká se zatáčkami, pokud nějaké jsou, o velkém poměru a s hladkými spoji mezi potrubími. Tlak je zvolen tak, aby se dosáhlo požadované rychlosti toku do mísící zóny, příklad použitelné rychlosti je rychlost, která je nižší než 3,6576 m za sekundu.

Vhodné tekutiny elastomerního latexu zahrnují jak přírodní, tak syntetické elastomerní směsi a směsi latexů. Latex musí ovšem být schopen koagulace s vybraným plnidlem ve formě částic a musí být vhodný pro zamýšlené použití konečného gumového produktu. Odborník v dané problematice bude schopen vybrat vhodný elastomerní latex nebo vhodnou směs elastomerů pro použití ve způsobech a na zařízeních popsaných v předkládaném vynálezu tak, aby bylo dosaženo všech výhod předkládaného vynálezu. Příklady elastomerů zahrnují, ale nejsou tímto výčtem nijak omezeny, kaučuky, polymery (např. homopolymery, kopolymery a/nebo terpolymery), 1,3-butadienu, styrenu, isoprenu, isobutylenu, 2,3-dimethyl-1,3-butadienu, akrylonitrilu, ethylenu

a propylen a podobně. Elastomer má teplotu skelného přechodu (T_g) měřenou pomocí diferenční skanovací kalorimetrie (DSC) -120 až 0 °C. Příklady zahrnují, ale nejsou tímto výčtem nijak omezeny, styrenbutadienový kaučuk (SBR), přírodní kaučuk, a jeho deriváty, jako je chlorovaný kaučuk, polybutadien, polyisopren, poly(styren-kobutadien) a olejem vystavené deriváty, které-
 5 hokoliv z nich. Také lze použít směsi uvedených látek. Latex je případně ve vodné nosné tekutině. Alternativně je nosnou tekutinou uhlovodíkové rozpouštědlo. Ve všech případech musí být elastomerní latexová tekutina vhodná pro kontrolované nepřetržité vedení vhodnou rychlostí, tlakem, a při vhodné koncentraci do mísicí zóny. Zejména vhodné syntetické kaučuky zahrnují: kopolymery obsahující 10 až 70 % hmotnostních styrenu a 90 až 30 % hmotnostních butadienu
 10 jako je kopolymer sestávající z 19 dílů styrenu a 81 dílů butadienu, kopolymer sestávající z 30 dílů styrenu a 70 dílů butadienu, kopolymer sestávající ze 43 dílů styrenu a 57 dílů butadienu a kopolymer sestávající z 50 dílů styrenu a 50 dílů butadienu, polymery a kopolymery konjugovaných dienů, jako je polybutadien, polyisopren, polychloropren, a podobně a kopolymery takových konjugovaných dienů s kopolymerovatelným monomerem obsahujícím ethylenickou skupinu
 15 jako je styren, methylstyren, chlorstyren, akrylonitril, 2-vinylpyridin, 5-methyl-2-vinylpyridin, 5-ethyl-2-vinylpyridin, 2-methyl-5-vinylpyridin, alkylem substituované akryláty, vinylketon, methylisopropylketon, methylvinylether, alfa-methylenkarboxylové kyseliny a jejich ethery a amidy, jako je kyselina akrylová a amid kyseliny dialkylakrylové. Také jsou pro použití podle předkládaného vynálezu vhodné ethylen a další vyšší alfa olefiny jako je propylen, 1-buten a 1-penten.
 20

Jako přídavný elastomer přidávaný během kroku míchání za sucha při vlhkém/suchém způsobu míchání podle předkládaného vynálezu lze použít jakýkoliv elastomer nebo směs elastomerů vhodných pro zamýšlené použití, včetně těch, které již byly uvedeny jako příklady u kroku
 25 míchání za vlhka. Podle některých preferovaných provedení je elastomerní latex používán v kroku míchání za vlhka přírodní kaučukový latex a přídavný elastomer používán v kroku míchání za sucha je butadienový kaučuk (BR). V takových preferovaných provedeních tvoří butadienový kaučuk minoritní část směsi elastomerních kompozitů, nejvýhodněji 10 až 50 % hmotnostních celkového elastomeru ve směsi elastomerních kompozitů. Podle dalších preferovaných
 30 provedení je elastomerní latex používán v kroku míchání za vlhka přírodní kaučukový latex a přídavný elastomer používán v kroku míchání za sucha je styrenbutadienový kaučuk (SBR). V takových preferovaných provedeních tvoří styrenbutadienový kaučuk majoritní část směsi elastomerních kompozitů, nejvýhodněji 50 až 90 % hmotnostních celkového elastomeru ve směsi elastomerních kompozitů. Podle dalších preferovaných provedení je přídavný elastomer
 35 přírodní kaučuk. Podle dalších preferovaných provedení je elastomerní latex používán v kroku míchání za vlhka butadienový kaučukový latex a přídavný elastomer používán v kroku míchání za sucha je styrenbutadienový kaučuk. V takových preferovaných provedeních tvoří styrenbutadienový kaučuk s výhodou 10 až 90 % hmotnostních celkového elastomeru ve směsi elastomerních kompozitů. Podle dalších preferovaných provedení je elastomerní latex používán v kroku
 40 míchání za vlhka butadienový kaučuk latex a přídavný elastomer používán v kroku míchání za sucha je přírodní kaučuk. V takových preferovaných provedeních tvoří přírodní kaučuk minoritní část směsi elastomerních kompozitů, nejvýhodněji 10 až 50 % hmotnostních celkového elastomeru ve směsi elastomerních kompozitů. Podle dalších preferovaných provedení, ve kterých se v kroku míchání za vlhka používá butadienový kaučukový latex, je přídavný elastomer další
 45 butadienový kaučuk. Podle dalších preferovaných provedení, ve kterých se v kroku míchání za vlhka používá butadienový kaučukový latex, je přídavný elastomer další butadienový kaučuk. Podle dalších preferovaných provedení je elastomerní latex používán v kroku míchání za vlhka styrenbutadienový kaučuk a přídavný elastomer je butadienový kaučuk. V takových preferovaných provedeních tvoří butadienový kaučuk s výhodou 10 až 90 % hmotnostních celkového
 50 elastomeru ve směsi elastomerních kompozitů. Podle dalších preferovaných provedení je elastomerní latex používán v kroku míchání za vlhka styrenbutadienový kaučukový latex a přídavný elastomer je přírodní kaučuk. V takových preferovaných provedeních tvoří přírodní kaučuk majoritní část, nejvýhodněji 50 až 90 % hmotnostních celkového elastomeru ve směsi elastomerních kompozitů. V dalších preferovaných provedeních se styrenbutadienový kaučuk používá,

jak v kroku míchání za vlhka, tak v kroku míchání za sucha, což znamená, že tvoří 100 % hmotnostních elastomeru ve směsi elastomerních kompozitů.

5 Jak je uvedeno dále, kaučukové kompozity podle předkládaného vynálezu obsahují, kromě elastomeru a plnidla, vulkanizační prostředky, spojovací prostředek a případně různé látky pomáhající zpracování, olejová nastavovadla a látky bránící degradaci. V tomto ohledu je třeba chápat, že směsi elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu zahrnují vulkanizované kompozity (VR), termoplastické vulkanizáty (TPV), termoplastické elastomery (TPE) a termoplastické polyolefiny (TPO). TPV, TPE a TPO se dále klasifikují podle toho, kolikrát je možno je
10 vytlačovat a tvarovat aniž by ztratily své funkční charakteristiky. Tak lze při výrobě směsi elastomerních kompozitů použít jeden nebo více vulkanizačních prostředků, jak je například síra, donory síry, aktivátory, urychlovače, peroxidy a další systémy, které vyvolají vulkanizaci elastomerního kompozitu.

15 Pokud elastomerní latex použitý v kroku míchání za vlhka zahrnuje přírodní kaučukový latex, je tento přírodní kaučukový latex buď běžný latex, nebo latexový koncentrát (vyrobený například odpařením, odstředěním nebo krémováním). Přírodní kaučukový latex musí ovšem být schopen koagulace se saze. Latex se typicky dodává ve vodné nosné tekutině. Alternativně je nosnou tekutinou uhlovodíkové rozpouštědlo. Ve všech případech musí být elastomerní latexová tekutina
20 vhodná pro kontrolované nepřetržité dodávání vhodnou rychlostí, tlakem a za vhodné koncentrace do mísicí zóny. Dobře známá nestabilita přírodního kaučukového latexu se překonává tak, že se podrobí pouze relativně nízkému tlaku a malému víření, dokud nevstoupí do poloohraničeného turbulentního toku v mísicí zóně po vstupu suspenze sazí velmi vysokou rychlostí a kinetickou energií. V některých preferovaných provedeních se přírodní kaučuk například dodává do mísicí
25 zóny pod tlakem 34,475 kPa a rychlostí 0,9144 m za sekundu až 3,6576 m za sekundu, výhodněji 1,2192 m za sekundu až 1,82888 m za sekundu. Volba vhodné směsi latexu je na základě předkládaného vynálezu a vědomostí o, v průmyslu dobře známých, podmínkách výběru v kompetenci odborníka v dané problematice.

30 Tekutina s plnidlem ve formě částic, například suspenze sazí, se dodává do mísicí zóny na vstupním konci koagulačního reaktoru 14 plnicím potrubím 16. Suspenze sestává z jakéhokoli vhodného plnidla ve vhodné nosné tekutině. Volba tekutiny nosiče závisí na volbě plnidla ve formě částic a na parametrech celého systému. Lze použít vodné i nevodné tekutiny s tím že voda je v mnoha provedeních preferována z hlediska ceny, dostupnosti a vhodnosti použití při výrobě
35 suspenzí sazí a některých dalších plnidel.

Při použití sazí jako plnidla bude volba sazí záviset na zamýšleném použití směsi elastomerních kompozitů. Případně saze jako plnidlo obsahují také další materiál, ze kterého lze vyrobit suspenzi a dodat jej do mísicí zóny postupem který je popsán v předkládaném vynálezu. Vhodná přídavná
40 plnidla zahrnují, například vodivá plnidla, vyztužující plnidla, plnidla obsahující krátká vlákna (typicky mající poměr délky ku šířce nižší než 40), vločky atd. Typická plnidla ve formě částic, která lze použít při výrobě elastomerní předsměsi způsobem a na zařízení popsaném v předkládaném vynálezu, jsou saze, tavený oxid křemičitý, vysrážený oxid křemičitý, obalované saze, chemicky upravené saze, ke kterým jsou připojeny organické skupiny a saze upravené křemíkem,
45 a to buď samostatně, nebo v kombinaci. Vhodné chemicky upravené saze zahrnují saze popsané v mezinárodní přihlášce PCT/US95/16194 (WO9618688), která je zde uvedena jako reference. U sazí upravovaných křemíkem se látky obsahující křemík, jako je oxid nebo karbid křemíku, rozptýlí v agregátu sazí jako vnitřní součást sazí. Běžné saze existují ve formě agregátů s tím, že každý agregát sestává z jediné fáze, kterou je uhlík. Tato fáze existuje ve formě grafitového krystalu a/nebo amorfního uhlíku a obvykle se jedná o směs obou forem. Jak již bylo uvedeno, agregáty sazí lze upravovat pomocí látek obsahujících křemík, jak je oxid křemičitý, a to přinejmenším na části povrchu agregátů sazí. Výsledek se popisuje jako křemíkem obalené saze. Materiály
50 popsané v předkládaném vynálezu jako saze obalované křemíkem nejsou agregáty sazí, které byly pokryty nebo jinak upravovány, ale vlastně představují jiný druh agregátu. U sazí obalovaných křemíkem obsahují agregáty dvě fáze. Jednou fází je uhlík, který je přítomen jako grafitový

krystalit a/nebo amorfni uhlík, zatímco druhou fází je křemík (a případně další látky obsahující křemík). Fáze látek obsahujících křemík v sazích obalovaných křemíkem je vnitřní součástí agregátu, je distribuována přinejmenším v části agregátu. Je cenné, že polyfázové agregáty jsou zcela odlišné od takových sazí obalovaných křemíkem, protože sestávají z předem vytvořených agregátů sazí o jediné fázi, které mají látku obsahující křemík umístěnou na svém povrchu. Takové saze lze povrchově upravit tak, aby byl křemík umístěn na povrchu agregátu sazí. V tomto postupu, se existující agregát upravuje tak, že se pokryje křemíkem (stejně jako případně jinými látkami obsahujícími křemík) na alespoň části povrchu agregátu. Například, se pro umístění amorfniho oxidu křemičitého na povrch agregátů sazí ve vodném roztoku při vyšším pH, jako je 6 nebo i více, používá vodný roztok křemičitanu sodného, což je diskutováno v japonské neprozkoumané otevřené (Kokai) publikaci 63–63755. Konkrétněji lze saze dispergovat ve vodě, čímž se získá suspenze obsahující například 5 % hmotnostních sazí a 95 % hmotnostních vody. Suspenze se zahřeje na teplotu nad 70 °C, jak je 85 až 95 °C a pH se pomocí alkalického roztoku upraví na hodnotu vyšší než 6, jako je 10 až 11. Zvláště se připraví roztok křemičitanu sodného, který obsahuje takové množství křemíku, které je vyžadováno pro umístění na saze, a roztok kyseliny v takovém množství, aby výsledné pH roztoku křemičitanu sodného bylo neutrální. Roztok křemičitanu sodného a kyseliny se po kapkách přidá do suspenze, jejíž pH se pomocí přísad kyseliny nebo báze udržuje na výchozí hodnotě. Stejně tak se udržuje teplota roztoku. Rychlost přidávání roztoku křemičitanu sodného se upraví tak, aby byly přidány 3 % hmotnostní kyseliny křemičité, vztaženo k celkovému množství sazí, za hodinu. Suspenze by se měla míchat během přidávání a po jeho skončení ještě po dobu několika minut (např. 30 minut) až hodin (např. 2 až 3 hodiny). Saze upravené křemíkem lze také získat výrobou sazí v přítomnosti těkavých sloučenin obsahujících křemík. Takové saze se s výhodou vyrábějí v modulárním nebo „stupňovém“ reaktoru na saze s topeništěm, které mají spalovací zónu, za kterou následuje zóna s měnícím se průřezem, zóna dodávání suroviny s omezeným průřezem, a reakční zóna. Chladicí zóna je umístěna za reakční zónou. Typicky je chladicí tekutina, obecně voda, nastříkována do proudu nově vznikajících částic sazí vycházejících z reakční zóny. Při výrobě sazí upravených křemíkem se těkavá sloučenina obsahující křemík vstříkuje do reaktoru na saze v místě nad chladicí zónou. Použitelné sloučeniny jsou sloučeniny těkavé při teplotách, které jsou v reaktoru na saze. Příklady zahrnují, ale nejsou tímto výčtem nijak omezeny, křemičitany, jako je tetraethoxyorthokřemičitan (TEDS) a tetramethoxyorthokřemičitan, silany, jako je tetrachlorsilan a trichlormethylsilan, a těkavé silikonové polymery, jako je oktamethylcyclotetrasiloxan (OMTS). Průtoková rychlost těkavé sloučeniny se stanoví na základě hmotnostních procent křemíku na upravovaných sazích. Hmotnostní procenta křemíku na upravovaných sazích. Hmotnostní procenta křemíku na upravovaných sazích jsou typicky 0,1 až 25 % hmotnostních, s výhodou 0,5 až 10 % hmotnostních a ještě výhodněji 2 až 6 % hmotnostních. Těkavou sloučeninu lze předem smíset se surovinou, ze které se tvoří saze a dodávat ji spolu se surovinou do reakční zóny. Alternativně lze těkavou sloučeninu dodávat do reakční zóny odděleně buď nad, nebo pod místem vstupu suroviny.

Jak již bylo uvedeno, lze použít také různá aditiva a v tomto ohledu je třeba zmínit jako aditiva použitelná se sazemi upravenými křemíkem spojovací prostředky použitelné pro spojování oxidu křemičitého nebo sazí. Saze a mnoho přídatných vhodných plnidel ve formě částic jsou komerčně dostupné a odborníkům v dané problematice jsou známy.

Volba plnidla ve formě částic nebo směsi plnidel ve formě částic bude záviset zejména na zamýšleném použití směsi elastomerních kompozitů. Tak, jak se používá v předkládaném vynálezu, plnidlo ve formě částic zahrnuje jakýkoliv materiál, který lze převést do formy suspenze a dodat do mísící zóny způsobem podle předkládaného vynálezu. Vhodná plnidla ve formě částic zahrnují, například vodivá plnidla, vyztužující plnidla, plnidla obsahující krátká vlákna (typicky mající poměr délky ku šířce nižší než 40), vločky atd. Kromě sazí a plnidel na bázi křemíku, která již byla uvedena, jsou plnidla ve formě jílu, skel, polymerů, jako je aramidová vlákna atd. Je plně v kompetenci odborníka v dané problematice vybrat si vhodné plnidlo ve formě částic určené pro použití ve způsobech a se zařízením podle předkládaného vynálezu tak, aby byla využita zlepšení popsaná v předkládaném vynálezu. Předpokládá se, že do elastomerních kompozitů lze použít

jakékoliv plnidla, která jsou podle předkládaného vynálezu vhodná pro použití s těmito elastomerními kompozity. Samozřejmě lze použít také směsi různých plnidel ve formě částic, které jsou v předkládaném vynálezu diskutovány.

5 Preferovaná provedení předkládaného vynálezu, která jsou v souladu s obr. 1, jsou zejména vhodná pro přípravu tekutiny plnidla ve formě částic, která sestává z vodné suspenze sazí. V souladu se známými principy se rozumí, že saze mající malý specifický povrch na jednotku hmotnosti je třeba použít do suspenze ve vyšší koncentraci, aby se dosáhlo stejné účinnosti koagulace, jako při nižších koncentracích sazí, které mají větší specifický povrch na jednotku hmotnosti. Do míchané mísicí nádrže 18 se dodává voda a saze, např. peletizované saze, čímž se vyrobí výchozí směsná tekutina. Tato směsná tekutina prochází skrz výstupní kanál 20 do potrubí 22 opatřeného čerpacími prostředky 24, jako je diafragmové čerpadlo a podobně. Potrubí 28 pak vede směsnou tekutinu do koloidního mlýnu 32 nebo alternativně do potrubního rozmělnovače a podobně, přes vstupní kanál 30. Saze se dispergují ve vodné nosné tekutině do formy disperzní tekutiny, která prochází skrz výstupní kanál 31 a potrubí 33 do homogenizátoru 34. Čerpací prostředky 36, s výhodou zahrnující čerpadlo s pohyblivou se kavitou a podobně, jsou umístěny na potrubí 33. Homogenizátor 34 jemněji disperguje saze v nosné tekutině tak, že vznikne suspenze sazí, která se dodává do mísicí zóny koagulačního reaktoru 14. Zde je výstupní kanál 37, který tvoří spojení s potrubím 33 z koloidního mlýnu 32. Homogenizátor 34 s výhodou obsahuje, například Microfluidizer[®] systém, který je komerčně dostupný od firmy Microfluidics International Corporation (Newton, Massachusetts, USA). Také jsou vhodné homogenizátory ze série homogenizátorů dostupných od APV Homogenizer Division firm APV Gaulin, Inc. (Wilmington, Massachusetts, USA) jako jsou modely MS18, MS45 a MS120. Komerčně dostupné jsou i další homogenizátory vhodné pro provedení předkládaného vynálezu, což odborník v dané problematice jistě ví. Typicky budou saze ve vodě připravené uvedeným postupem obsahovat přinejmenším 90 % hmotnostních aglomerátů menších než 30 mikrometrů výhodněji přinejmenším 90 % hmotnostních aglomerátů menších než 20 mikrometrů. S výhodou jsou saze rozbity na průměrnou velikost 5 až 15 mikrometrů, např. 9 mikrometrů. Výstupní kanál 38 vede suspenzi sazí z homogenizátoru do mísicí zóny potrubím 16. Suspenze je v kroku homogenizace pod tlakem 68,95 MPa až 103,425 MPa a na výstupu z homogenizátoru pod tlakem 4,137 MPa a více. S výhodou se využívá vyšších koncentrací sazí, aby se snížilo zbytečné přesouvání přebytku vody nebo jiného nosiče. Typicky je preferováno 10 až 30 % hmotnostních sazí. Odborník na základě předkládaného vynálezu zjistí, že obsah sazí (v procentech hmotnostních) v suspenzi a rychlost průtoku suspenze do mísicí zóny je třeba koordinovat s průtokem přírodního kaučukového latexu do mísicí zóny, aby se dosáhlo požadovaného obsahu sazí (v dílech na 100 dílů kaučuku) v předsměsi. Obsah sazí se volí na základě známých poznatků o velikostech a funkčních charakteristikách materiálů tak, aby odpovídal zamýšlenému použití produktu. Typicky se například saze s hodnotou CTAB 10 a více používají v takovém množství, aby se dosáhlo obsahu sazí v předsměsi přinejmenším 30 dílů na 100 dílů kaučuku. Suspenze se s výhodou používá k výrobě předsměsi ihned po přípravě. Tekutinu nesoucí suspenzi a jakékoliv případné skladovací nádrže je třeba udržovat za takových podmínek, aby se udržel dosažený stupeň disperze sazí v suspenzi. To znamená, že je třeba zabránit větší reaglomeraci nebo usazování částic plnidla v suspenzi do té míry, aby to bylo ještě praktické. S výhodou jsou všechna potrubí hladká a spoje potrubí mezi sebou jsou také hladké. Případně se mezi homogenizátor a mísicí zónu vkládá sběrná nádrž, která tlumí tlakové a rychlostní změny suspenze na špičce trysky v mísicí zóně.

Tekutina přírodního kaučukového latexu nebo tekutina jiného elastomerního latexu prochází do mísicí zóny potrubím 12 a suspenze sazí se dodává do mísicí zóny potrubím 16 za takových podmínek, které již byly uvedeny, čímž vzniká nový elastomerní kompozit, konkrétněji drť elastomerní předsměsi. Také lze použít různé prostředky určené pro zahrnutí různých aditiv do elastomerní předsměsi. Aditivní tekutina obsahující jedno nebo více aditiv se dodává do mísicí zóny jako oddělený proud. Jedno nebo více aditiv lze také předem, pokud je to vhodné, smíchat se suspenzí sazí nebo, typičtěji s tekutinou elastomerního latexu. Aditiva lze také vmíchat do předsměsi následně, tj. během kroku míchání za sucha. Odborníkům v dané problematice je dobře známo mnoho aditiv, která zahrnují, například, antioxidanty, antiozonanty, plastifikátory,

látky pomáhající zpracování (např. tekuté polymery, oleje a podobně), pryskyřice, prostředky snižující hořlavost, nastavovací oleje, mazadla a jakékoliv směsi těchto aditiv. Obecně použití a volba takových aditiv je odborníkům v dané problematice dobře známé. Jejich použití v systému popsaném v předkládaném vynálezu bude na základě předkládaného vynálezu snadno pochopitelné. Podle alternativních provedení lze také použít vulkanizační prostředek tak, že vznikne vulkanizovatelný elastomerní kompozit, který lze označit jako vulkanizovatelnou základní sloučeninu.

Drť elastomerní předsměsi prochází z výstupního konce koagulačního reaktoru 14 do vhodného sušicího zařízení. V preferovaném provedení podle obr. 1 se drť předsměsi podrobuje několika-
stupňovému sušení. Nejprve prochází odvodňujícím vytlačovacím lisem 40 a pak dopravníkem
nebo vlastní vahou nebo jinými vhodnými prostředky 41 do sušicího vytlačovacího lisu 42.
V běžných preferovaných provedeních, které jsou v souladu s provedením vyobrazeným na
obr. 1, výroby předsměsi přírodního kaučuku se sazí jako plnidlem se operací odvodnění/suše-
ní typicky sníží obsah vody na 0 až 1 % hmotnostní, výhodněji na 0,0 až 0,5 % hmotnostních.
Vhodné sušáky jsou dobře známé a jsou komerčně dostupné, například vytlačovací sušáky, sušá-
ky s fluidním ložem, horkovzdušné nebo jiné pece a podobně, jako jsou French Mills dostupné
od firmy French Oil Machinery Co., (Piqua, Ohio, USA).

Vysušená drť předsměsi ze sušicího vytlačovacího lisu 42 se dopravuje chladicím dopravníkem
44 do balicího lisu 46. Balicí lis je výhodná volitelná součást zařízení na obr. 1 a vysušená drť
předsměsi se v něm stlačí do formy trvale stlačených bloků nebo jiných tvarů. Typicky se stlačují
množství 11,34 kg až 34,02 kg elastomerní předsměsi do bloků nebo balíků určených pro přepra-
vu nebo další zpracování atd. Alternativně se produkt dodává jako pelety, například po rozřezání
drtě.

Rozměry a konkrétní konstrukce koagulačního reaktoru 14, včetně sestavy mísicí/koagulační
zóny vhodné pro provedení podle obr. 1 budou částečně záviset na takových konstrukčních
faktorech jako je požadovaná výrobní kapacita, dále na volbě materiálů, které se budou zpracová-
vat atd. Jedno preferované provedení je vyobrazeno na obr. 2, kde koagulační reaktor 48 má
mísicí hlavu 50 připojenou ke koagulační zóně 52 s těsněním bránicím průniku tekutiny na spoji
54. Obr. 2 schematicky ilustruje první podsystém 56 pro dodávání elastomerního latexu do mísicí
zóny, podsystém 57 pro dodávání suspenze sazí nebo tekutiny jiného plnidla ve formě částic do
mísicí zóny a podsystém 58 pro případné podávání aditiv tekutiny, stlačeného vzduchu atd. do
mísicí zóny. Mísicí hlava 50 má při plnicí kanály 60, 61 a 62. Plnicí kanál 60 je určen pro tek-
tinu přírodního kaučukového latexu a plnicí kanál 62 je určen pro přímou dodávku plynu a/nebo
aditivní tekutiny. V preferovaném provedení, ve kterém se používá přímé vstřikování aditiv, je
výhodné použití uhlovodíkových aditiv nebo, obecněji, s vodou nemísitelných aditiv. Ačkoliv je
použití emulzních meziproduktů pro vznik aditivních emulzí vhodných pro předběžné smíchání
s elastomerním latexem dobře známo, preferovaná provedení podle předkládaného vynálezu
využívají přímého vstřikování aditiv, čímž se vyloučí nejen potřeba emulzních meziproduktů, ale
také zařízení jako jsou nádrže, zařízení pro dispergování atd., která se dříve používala pro tvorbu
emulzí. Jak je diskutováno dále, plnicí kanál 61, kterým prochází suspenze do mísicí zóny je
s výhodou koaxiální s mísicí zónou a koagulační zónou je s výhodou koaxiální s mísicí zónou
a koagulační zónou koagulačního reaktoru. Ačkoliv je vyobrazen pouze jediný kanál, kterým se
dodává tekutina elastomerního latexu, lze použít jakýkoliv vhodný počet plnicích kanálů kolem
středního plnicího kanálu, kterým prochází suspenze do mísicí zóny. Tak, například v provedení
podle obr. 2 jsou čtyři plnicí kanály, skrz které prochází vnější vzduch nebo vysokotlaký vzduch
nebo i jiný plyn do mísicí zóny. Stlačený vzduch lze dodávat také se suspenzí přes střední axiální
plnicí kanál 61. Pomocné plnicí kanály lze dočasně nebo úplně uzavřít pokud se nepoužívají.

Koagulační zóna 52 koagulačního reaktoru 48 má první část 64, která má axiální délku zvolenou
na základě konstrukčních omezení pro konkrétní zamýšlenou aplikaci. Koagulační zóna má
případně konstantní průřez po celé své axiální délce. Tak může koagulační reaktor tvořit jednodu-
chý, přímý válcovitý kanál od mísicí zóny k výstupnímu konci. S výhodou se z důvodů, které již

byly uvedeny, a které lze vidět z preferovaného provedení vyobrazeného v obrázcích, průřez koagulační zóny 52 zvětšuje postupně směrem od vstupního konce 66 k výstupnímu konci 68. Konkrétněji se průřez zvětšuje v longitudinálním směru od vstupního konce k výstupnímu konci. V provedení podle obr. 2 se průřez koagulační zóny zvětšuje tak, že se zvětší konstantní průřez, který byl v části 64. Odkazy na průměr a průřez koagulačního reaktoru (nebo správněji, koagulační zóny definované v koagulačním reaktoru) a dalších složek, pokud není uvedeno jinak, se týkají průřezu části, ve které dochází k samotoku a vnitřního průměru takové části.

Elastomerní kompozit, konkrétně koagulovaný elastomerní latex ve formě drti předsměsi 72 vychází z koagulačního reaktoru 48 přes diverter 70. Diverter 70 je nastavitelné potrubí připojené ke koagulačnímu reaktoru na výstupním konci 68. Je nastavitelné tak, že propouští drť elastomerní předsměsi 72 do kteréhokoliv v různých jímácích míst. Tato vlastnost výhodně usnadňuje odebrání proudu drti předsměsi z proudu produktu, například pro testování nebo na začátku výrobního běhu, kdy počáteční nestabilita celého procesu může způsobit vznik produktu horší jakosti. Navíc diverter umožňuje vést produkt z koagulačního reaktoru do různých míst pro další zpracování. Podle preferovaného provedení v obr. 1, se drť předsměsi 72 odebírá z koagulačního reaktoru 48 diverterem 70 tak, že se vede do sušáku 40.

Průřez koagulačního reaktoru 48 se zvyšuje v celkovém úhlu α mezi vstupním koncem 66 a výstupním koncem 68. Úhel α je větší než 0° a v preferovaných provedeních je menší než 45° , s výhodou menší než 15° a nejvýhodněji od $0,5^\circ$ až 5° . Úhel α , je poloviční úhel, protože se měří od střední longitudinální osy koagulační zóny k bodu A na vnějším obvodu koagulační zóny na konci koagulačního reaktoru. V tomto ohledu je třeba chápat, že průřez horní části koagulačního reaktoru, tj. části blízko vstupního konce 66, se s výhodou zvětšuje dostatečně pomalu, aby se dosáhlo kvasi-tvarování koagula na základě principů, které již byly diskutovány. Příliš velký úhel rozšiřování koagulační zóny může vést k tomu, že elastomerní předsměs nevzniká v požadované formě drti globulí nebo hádků a jednoduše stříká kolem koagulačního reaktoru. Příliš pomalé zvětšování otvoru koagulačního reaktoru může v některých provedeních vést k zpětnému toku nebo lepení surovin a produktů reakce v mísící hlavě. V dolní části koagulační zóny, ve které se latex koaguluje a tok se stává pískovým, může být koagulační zóna prodloužena se zvětšením nebo i bez zvětšení průřezu. Proto je třeba v předkládaném vynálezu odkaz na koagulační zónu v preferovaných provedeních, která má zvětšující se průřez, chápat jako odkaz na tu část koagulační zóny, ve které průtok není pístový.

Průřez koagulační zóny (tj. přinejmenším v její horní části, jak je uvedeno výše) je možné spíše než kontinuálním způsobem zvyšovat po krocích, jak je ilustrováno v provedení podle obr. 2. V provedení vyobrazeném na obr. 3 je nepřetržitý systém na výrobu elastomerní předsměsi způsobem a na zařízení podle předkládaného vynálezu, který zahrnuje sestavu mísící hlavy/koagulační zóny, ve které se průřez koagulační zóny zvyšuje po krocích. S výhodou jsou jednotlivé části koagulační zóny, při takovém krokovém uspořádání hladce připojeny k předcházejícím částem. To znamená, že dohromady tvoří hladký s obecně nepřetržitý povrch koagulační zóny, která je opakem ostrého nebo okamžitého zvýšení průměru při přechodu z jedné části do další. Koagulační zóna se na obr. 3 zvětšuje ve třech krocích tak, že vzniknou čtyři odlišné části neboli podzóny 74 až 77. V souladu s principy konstrukce, které již byly diskutovány se průřez koagulační zóny 53 zvětšuje od vstupního konce 66 do bodu A na výstupním konci 68 o celkový úhel, který umožňuje ovládání průtoku v horní části koagulačního reaktoru. První část 74 lze brát jako část, která zahrnuje (a) část o konstantním průměru mísící hlavy 50, která je ihned za mísící zónou a (b) část o stejném nebo podobném průměru, která je k ní připojena spojem 54 na vstupním konci 66. Tato první část konstantní průřez D_1 a axiální rozměr neboli délku L_1 . V této první části by měla délka L_1 být větší než trojnásobek průměru D_1 , výhodněji větší než pětinašobek D_1 a nejvýhodněji 12 až 18 krát D_1 . Typicky bude tato část mít délku patnáctkrát D_1 . Každá následující část má s výhodou konstantní průřez, který je dvakrát větší než v předcházející části. Tak, například část 75 má konstantní průřez, který je dvakrát větší než v části 74. Podobně je průřez části 76 dvakrát větší než v části 75 a průřez v části 77 je dvakrát větší než v části 76. V každé části 75 až 77 je délka s výhodou větší než trojnásobek jejího průměru, výhodněji troj-

násobek než sedminásobek jejího průměru a obecně pětinasobek jejího průměru. Tak, například v části 76 je longitudinální rozměr L_3 s výhodou pětinasobek jejího průměru D_3 .

Sestava mísicí hlavy a koagulační zóny odpovídající provedení podle obr. 3 je na obr. 4. vyobrazena v částečně příčném řezu. Mísicí hlava je připojena ke koagulační zóně 53 přes spojení 54. Tím je definována mísicí zóna, ve které vícenásobné plnicí kanály 60, 61 a 62 tvoří spojení s prodlouženým, v zásadě válcovitým, kanálem 80, který je koaxiální s částí koagulační zóny 53. Pro použitelnost způsobu a zařízení podle předpokládaného vynálezu není nezbytné přesně definovat hranice mísicí zóny a/nebo koagulační zóny. V konstrukci oblasti spojení kanálů jsou možné různé variace, což je odborníkovi v dané problematice na základě předkládaného vynálezu zřejmé. V tomto ohledu je jako obecně preferované doporučení v provedeních typu ilustrovaného v obr. 4, například to, že špička suspenze 67 je obecně před začátkem válcovité části 80 a je longitudinálně vycentrována ve spojení plnicích kanálů. V takových provedeních je s výhodou minimálně průřez definovaný pomocí myšleného kuželu od špičky suspenze 67 k vnějšímu obvodu na začátku válcovité části 80 s výhodou větší než, nebo alespoň stejně jako, průřez latexového plnicího kanálu 60. S výhodou má kanál 80 a přinejmenším horní část koagulační zóny, ve které dochází k turbulenci před úplnou koagulací elastomerního latexu, kruhový průřez. Prostředky pro dodávání suspenze sazí nebo tekutiny s jinými plnidlem ve formě částic zahrnují plnicí potrubí 82 procházející koaxiálně s mísicími komůrkou do špičky šterbiny pro suspenzi 67, která je otevřena směrem ke koagulační zóně. To je velmi výhodná vlastnost preferovaných provedení podle předkládaného vynálezu. Suspenze sazí, jak již bylo uvedeno, se dodává do mísicí zóny relativně velmi velkou rychlostí vůči rychlosti dodávání latexu a axiální uspořádání úzkého otvoru plnicího potrubí 82 vede k vynikajícímu vytvoření turbulence v toku. Průměr D_m kanálu 80 (který, jak bylo uvedeno, je s výhodou stejný jako průměr D_1 následující části koagulační zóny 74) je s výhodou přinejmenším dvakrát větší než vnitřní průměr plnicího potrubí suspenze 82, výhodněji čtyřikrát až osmkrát větší než průměr plnicího potrubí 82 a typicky sedmkrát až osmkrát větší než tento průměr. Plnicí potrubí 82 je těsnějším bránicím průniku tekutiny spojeno se vstupním bodem 83 před koncem plnicího kanálu 61 mísicí hlavy 50. Průměr axiálního plnicího potrubí 82 je větší než vyžaduje průtoková rychlost a axiální rychlost suspenze procházející skrz špičku šterbiny pro suspenzi 67 do mísicího prostoru. Správný nebo požadovaný objem a rychlost odborník v dané problematice na základě předkládaného vynálezu snadno zjistí a tato rychlost a objem budou částečně funkcí koncentrace a volby materiálů. Provedení, jako jsou ta, která jsou popsána v předkládaném vynálezu a vyobrazena na obrázcích, ve kterých je plnicí potrubí pro suspenzi sazí odnímatelné, poskytují požadovanou možnost přizpůsobení výroby v různou dobu pro různé předsměsi. Plnicí potrubí použité v jedné výrobě lze odstranit a nahradit potrubím s větším nebo s menším otvorem vhodným pro následující výrobu. Na tlak a rychlost, kterými suspenze opouští plnicí potrubí, se lze odkazovat jako na nástřik nebo vstřik do mísicí zóny. To je třeba chápat tak, že přinejmenším v některých provedeních se suspenze vysokotlakově vstřikuje do prostoru, který je již v zásadě zaplněn tekutinou. Tak se jedná o nástřik ve smyslu okamžité distribuce způsobené průchodem skrz špičku šterbiny pro suspenzi a ne nezbytně ve smyslu volně letících kapiček materiálu šířících se po jednoduché trajektorii nástřiku.

Přídavné plnicí kanály 60 a 62 tvoří spojení s 84 a 85 s tím, že kanál 60 a kanál 80, který je pod ním, jsou v úhlu β . Úhel β má v mnoha provedeních hodnotu, která je větší než 0° a menší než 180° . Typicky je β například 30° až 90° . Je třeba zamezit zápornému tlaku a tedy bublinám v tekutině latexu procházející kolem špičky šterbiny pro suspenzi 67, kterou vysokou rychlostí vstupuje suspenze, protože to by vedlo k nejednotnému promíchání, následkem čehož by vznikl nejednotný produkt předsměsi. Aby se zabránilo vzniku jakéhokoliv takového vakua lze vstřikovat nebo jinak dodávat do mísicí zóny vzduch nebo jiný plyn. Navíc je žádoucí, aby prodloužené plnicí potrubí pro přírodní kaučukový latex vedoucí do vstupu 86 plnicího kanálu 60 působilo jako zásobník latexové tekutiny. V preferovaném provedení podle obr. 4 kříží latexový plnicí kanál 60 mísicí zónu vedle špičky šterbiny pro suspenzi 67.

Suspenze sazí nebo jiné tekutiny s plnidlem ve formě částic se typicky dodává iniciím potrubím 82 tlakem vyšším než 2,0685 MPa, jako je 3,4475 až 34,475 MPa, např. 6,895 MPa. S výhodou

se tekutina suspenze dodává do mísicí zóny špičkou šterbiny pro suspenzi 67 rychlostí vyšší než 30,48 za sekundu, s výhodou 30,48 m za sekundu až 243,84 m za sekundu, ještě výhodněji 60,96 m za sekundu až 152,4 m za sekundu, například 106,68 m za sekundu. Šipka 51 v obr. 41 představuje obecný směr toku elastomerního latexu a toku pomocného materiálu skrz kanály 60 a 62 do kanálu 80 pod špičkou šterbiny pro suspenzi 67. Tak se tekutiny latexu a suspenze 5 dodávají do mísicích zón velmi odlišnými rychlostmi odpovídajícími údajům, které již byly uvedeny. Bez vazby na nějakou konkrétní teorii se v současnosti předpokládá, že tento rozdíl vede k tomu, že je latex rozptýlen v celé mísicí zóně což vede k dobré makrodisperzi a koagulaci.

Alternativní preferovaná provedení jsou vyobrazena na obr. 5 a obr. 6, ve kterých je jediné axiální plnicí potrubí 82 z provedení podle obr. 4 nahrazeno vícenásobnými axiálně přesahujícími plnicími potrubími 90 až 92. Lze použít ještě větší množství plnicích potrubí, například 6 až 8 axiálně přesahujících plnicích potrubí. S výhodou se možnosti přizpůsobení výroby dosahuje použitím různých plnicích potrubí o různém průměru pro výrobu různých prostředků. Také lze 15 ovšem použít více plnicích potrubí najednou, čímž se dosáhne dobré turbulence v mísicí zóně a koagulační zóně koagulačního reaktoru.

Alternativní provedení mísicí hlavy je ilustrováno na obr. 7. Mísicí hlava 150 definuje mísicí zónu 179. Do axiálního plnicího kanálu 161 ústí plnicí trubice 182 upravená na dodávání suspenze 20 sazí nebo jiného plnidla ve formě částic vysokou rychlostí do mísicího prostoru 179. Je vidět, že střední otvor v plnicím potrubí 182 končí ve špičce šterbiny pro suspenzi 167. Oblast o konstantním průměru 168 je těsně před špičkou šterbiny pro suspenzi 167 vedoucí do oblasti s větším otvorem 169. S výhodou je axiální rozměr oblasti 168 dvojnásobek až šestinásobek, např. pětinašobek jejího průměru. Druhý plnicí kanál 160 tvoří spojení 184 s mísicí zónou 179 v úhlu 90° pro 25 plnění tekutiny elastomerního latexu do mísicí zóny. Průřez plnicího kanálu 160 pro latexovou tekutinu je podstatně větší než průřez špičky šterbiny pro suspenzi 167 a prostoru 168. Bez vazby na nějakou konkrétní teorii se předpokládá, že axiální prodloužení oblasti šterbiny poskytuje výhodnou stabilitu toku suspenze skrz plnicí potrubí 182 do mísicí zóny 179. Bylo zjištěno, že 30 otvor plnicího potrubí 182 dobře funguje s úkosem 20°, což znamená, že kónická oblast 169, která mu předchází, že zvětšuje v úhlu 20°. Pod mísicí zónou 179 je prodloužená koagulační zóna. V souladu s principy, které již byly uvedeny je nutné, aby tato koagulační zóna byla pouze mírně prodloužena. To znamená, že její axiální rozměr je pouze mírně větší než její průměr. S výhodou se ovšem používá postupně se zvětšující koagulační zóna.

Jak již bylo uvedeno, koagulace elastomerní předsměsi je v zásadě úplná na nebo ještě před 35 koncem koagulačního reaktoru. To znamená, že ke koagulaci dochází bez nutnosti přidat koagulační roztok nebo něco podobného. Ke koagulaci může dojít již v mísicí zóně. Z toho důvodu lze pro tyto účely mísicí zónu pokládat celou nebo alespoň její část za koagulační zónu. Také odkaz na v zásadě úplnou koagulaci před výstupem elastomerní předsměsi z koagulačního reaktoru 40 nevylučuje možnost dalšího zpracování v následných krocích, které jsou nutné pro zamýšlené použití konečného produktu. V tomto ohledu znamená v zásadě úplná koagulace uvedená v preferovaných provedeních nového způsobu podle předkládaného vynálezu určeného pro přírodní kaučukový latex, že přinejmenším 95 % hmotnostních kaučukového uhlovodíku latexu je koagulováno, výhodněji přinejmenším 97 % hmotnostních a nejvýhodněji je koagulováno 99 % hmotnostních. 45

Ve vlhkém/suchém způsobu podle předkládaného vynálezu se předsměs (nebo jiný elastomerní kompozit) vyráběná v roku míchání za vlhka případně podrobí jakémukoliv vhodnému následnému 50 zpracování ještě před přidáním přídatného elastomeru v kroku míchání za sucha. Vhodná zařízení pro krok míchání za sucha jsou komerčně dostupná a odborníkům budou na základě předkládaného vynálezu zřejmá. Vhodná zařízení pro míchání za sucha zahrnují, například hnětače s protiběžnými rameny, mlýny, válcové mixery atd. Koagulum z kroku míchání za vlhka se bez dalšího zpracování nebo po zpracování vloží do hnětače s protiběžnými rameny nebo jiného 55 mísicího zařízení spolu s přídatným elastomerem, a to v jakémkoliv vhodném pořadí a relativních poměrech vhodných pro zamýšlené použití. Odborník v dané problematice bude schopen

na základě předkládaného vynálezu stanovit vhodné pořadí přidávání a relativních poměrů produktu z kroku míchání za vlhka a přidavného elastomeru. Podobně bude odborník v dané problematice schopen na základě předkládaného vynálezu vybrat vhodné přidavné složky pro přidání během kroku míchání za sucha, které jsou vhodné pro zamýšlené použití, například nastavovací olej, vulkanizační prostředky a další aditiva jejichž použití do elastomerních kompozitů a směsí elastomerních kompozitů typu, který je zde obecně popsán, je známé.

Způsob a zařízení popsaná v předkládaném vynálezu jsou určena pro výrobu směsí elastomerních kompozitů, které mají vynikající fyzikální a funkční charakteristiky. Nové směsi elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu zahrnují předsměsi vyrobené popsánymi způsoby a na popsáných zařízeních stejně jako meziprodukty a konečné produkty vyrobené z těchto předsměsí. Významné je, že z přírodního kaučukového latexu (latexový koncentrát nebo běžný latex), spolu s plnidlem ze sazí různého druhu, lze vyrobit elastomerní předsměs, která má vynikající fyzikální a funkční charakteristiky. Úspěšně byly použity saze, které se v současnosti široce komerčně využívají pro takové účely jako je výroba pneumatik, stejně jako saze, které jsou pokládány za nevhodné pro komerční využití posud známými postupy na dosud známých zařízeních. Tyto saze jsou pokládány za nevhodné z důvodu jejich velkého specifického povrchu a malé strukturovanosti což vede k tomu, že jsou nepraktické při snaze dosáhnout přijatelné úrovně makrodisperze v běžných komerčně používaných množstvích a/nebo při snaze uchovat molekulovou hmotnost elastomeru, a proto jsou velmi preferované pro některé aplikace nových směsí elastomerních kompozitů popsáných v předkládaném vynálezu. O takové směsi elastomerního kompozitu bylo zjištěno, že má vynikajícím způsobem dispergovány saze v elastomeru. Navíc byly tyto dobré výsledky dosaženy bez potřeby zařízení koagulačního kroku, který zahrnuje upravovací nádrž nebo proud roztoku kyseliny nebo jiného koagulantu. Tak se sníží nejen výrobní náklady a zabránění se zkomplikování výroby zařazením kroku koagulace, ale není potřeba zpracovávat roztoky vycházející z tohoto kroku.

Předchozí známé techniky hnětení za sucha nedosahovaly rovnoměrné disperze plnidla ve směsi elastomerních kompozitů aniž by došlo k značné degradaci molekulové hmotnosti, a proto nebylo možné vyrobit nové prostředky z přírodního kaučuku, které lze vyrobit postupem podle některých provedení předkládaného vynálezu. V tomto ohledu jsou v předkládaném vynálezu popsány nové směsi elastomerních kompozitů, které mají vynikající makrodisperzi sazí v přírodním kaučuku, dokonce i se sazemi, které mají poměr strukturovanosti ku specifickému povrchu DBPA : CTAB nižší než 1,2 a dokonce ještě nižší než 1,0, při zachování vysoké molekulové hmotnosti přírodního kaučuku. Znamé techniky míchání v minulosti neumožňovaly dosažení takové vynikající makrodisperze sazí aniž by došlo ke ztelné degradaci molekulové hmotnosti přírodního kaučuku, a proto jimi nebylo možno vyrobit nové předsměsi a další elastomerní prostředky podle předkládaného vynálezu. Preferované nové směsi elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu, které mají takovou makrodistibuci sazí, které nebylo dosud dosaženo, lze použít místo známých elastomerních materiálů, které mají horší makrodisperzi. Tak lze směsi elastomerních kompozitů popsané v předkládaném vynálezu využít běžnými technikami jako vulkanizované sloučeniny. O takových nových vulkanizovaných sloučeninách bylo v preferovaných provedeních zjištěno, že mají fyzikální a funkční charakteristiky obecně srovnatelné a v některých případech významně lepší než jiné srovnatelně vulkanizované sloučeniny obsahující předsměs s horší makrodisperzí. Směs elastomerních kompozitů lze podle předkládaného vynálezu vyrobit za snížené doby míchání, nižšího energetického vstupu a/nebo dalších úspor výrobních nákladů.

Struktura sazí se pro účely předkládaného vynálezu měří jako hodnota adsorpce dibutylftalátu (DBPA), vyjádřená v centimetrech krychlových DBPA na 100 gramů sazí, postupem uvedeným v ASTM D2414. Specifický povrch sazí se měří jako CTAB vyjádřeno jako čtvereční metry na gram sazí, postupem uvedeným v ASTM D3765-85. Je zřejmé, že další faktory ovlivňující úroveň disperze dosažitelné postupy a zařízením podle předkládaného vynálezu jsou koncentrace sazí v suspenzi, celková vstupní energie, kterou vstupuje suspenze, a energetický výstup energie, kterou vstupuje suspenze, a energetický výstup během míchání proudů tekutin atd.

Kvalita makrodisperze sazí v předsměsi přírodního kaučuku popsaného v předkládaném vynálezu je významně lepší než u dosud známých předsměsí při srovnatelné molekulové hmotnosti MW_{sol} (střední hmotnost). V některých preferovaných provedeních se dosahuje vynikající distribuce sazí s MW_{sol} stejnou jako u přírodního kaučuku ve stavu běžného latexu (např. 1 000 000), což je situace jaké dosud nebylo dosaženo. Kvalita disperze je zejména významná v uvedených preferovaných provedeních při použití sazí s nízkou strukturovaností a velkým specifickým povrchem, např. DBPA méně než 110 cm³ na 100 g, CTAB vyšší než 45 m²/g až 65 m²/g a poměru DBPA : CTAB nižším než 1,2 a s výhodou nižším než 1,0.

10

Příklady provedení vynálezu

Testovací postupy

V dále uvedených příkladech a srovnávacích příkladech byly použity následující testovací postupy.

1. Vázaný kaučuk: Vzorek o hmotnosti 0,5 g ± 0,025 g byl zvážen a umístěn do uzavřené baňky se 100 ml toluenu a za laboratorní teploty uchován po dobu 24 hodin. Pak byl toluen nahrazen 100 ml čerstvého toluenu a baňka byla skladována po dobu 4 dnů. Vzorek pak byl vyjmut z rozpouštědla a sušen na vzduchu v odtahu digestoře za laboratorní teploty po dobu 24 hodin. Vzorek pak byl dále sušen ve vakuové pídce za laboratorní teploty po dobu dalších 24 hodin. Pak byl vzorek zvážen a vázaný kaučuk vypočten ze ztráty hmotnosti.

2. MW_{sol} : Tak jak se používá v předkládaném vynálezu a v nárocích, MW_{sol} označuje střední molekulovou hmotnost solové části přírodního kaučuku. Pro měření molekulové hmotnosti byly použity standardní techniky GPC, a to následujícím postupem:

2.1 Dvě kolony 10 μm 10⁶ Å, kolem 10 μm 500 Å a kolona 10 μm se směsným ložem od firmy Polymer Laboratories, UK.

2.2 Detekce: v ultrafialové oblasti při 215 nm.

2.3 Rozpouštědlo: tetrahydrofuran (THF).

2.4 Koncentrace: nominálně 2 mg/ml v THF.

2.5 Vzorky byly ponechány rozpouštět v THF stabilizovaném THF po dobu 3 dnů.

2.6 Roztoky byly odstředěny, aby se odstranil veškerý gel a odstředěná tekutina byla nanesena na kolonu.

2.7 Příprava vzorků: příprava vzorků je navržena pro přípravu solů o koncentracích 0,5 až 0,05 % hmotnostních tak, aby se získala správná odezva detektoru pro přesné měření rozdělení molekulové hmotnosti. V závislosti na množství plnidla se hmotnost vzorku upravuje podle následující rovnice:

$$\text{hmotnost vzorku} = (100 + \text{množství plnidla [díly na 100 dílů kaučuku]}) \times 20/100 \text{ mg} \pm 2 \text{ mg}$$

Vzorky byly umístěny do vialek chráněných proti UV záření a rozpouštěny ve 4 ml stabilizovaného tetrahydrofuranu (THF) obsahujícího 0,02 % hmotnostních butylovaného hydroxytoluenu (BHT) po dobu tří dnů. Tekutina nad pevnou látkou po rozpouštění obsahující většinou sol byla převedena do Teflonové zkumavky na odstřeďování a odstřeďována na odstředivce Avanti 30 (Beckman) po dobu 60 minut při 26 000 otáčkách za minutu (což odpovídá maximální intenzitě podle 57 500 g). Při této intenzitě pole se gelová fáze usadí, čímž vznikne tekutina bez gelu. Ten-

to roztok bez gelu byl zředěn v poměru 1 : 5 opět za použití stabilizovaného THF. Takto připravené vzorky byly převedeny do GPC vialek a umístěny do Waters 717 Auto-Sampler (Waters Corporation, Milford, Massachusetts, USA), čímž byly připraveny na testování pomocí GPC.

- 5 Stanovení molekulové hmotnosti. Pak byla stanovena střední molekulová hmotnost solové části MW_{sol} . Pomocí software Millenium (dostupného od firmy Waters Corporation, Milford, Massachusetts, USA) byla definována základní linie v režimu „od minima k minimu“ v časových přírůstcích 15 minut a 35 minut. Tento časový přírůstek je vhodný pro sadu kolon popsanou v bodě 2.1 s průtokem mobilní fáze 0,75 ml za minutu. Jakmile bylo dosaženo rozumné základní linie je možné zjistit rozdělení. Retenční čas byl převeden na molekulovou hmotnost. Z komerčně dostupných standardů (EasiCal, Polymer Laboratories, UK) byly vyrobeny roztoky polystyrenů obsahujících série molekulových hmotností o velmi úzkém rozdělení. Převedení molekulové hmotnosti polystyrenu na ekvivalentním způsobu kalibrace podle Benoita a spolupracovníků. Hydrodynamický poloměr je úměrný molekulové hmotnosti produktu krát vnitřní viskozita.
- 10 Po převedení polystyrenových molekulových hmotností na polyisoprenové ekvivalenty zobrazuje kalibrační křivka absolutní molekulovou hmotnost proti retenčnímu času. Standardy byly analyzovány za stejných podmínek jako vzorky a integrovány tak, aby bylo možno převést příslušné molekulové hmotnosti na retenční čas na základě nejlepší shody s výsledky získanými za standardů. Jakmile je jednou časové rozdělení správně převedeno na molekulovou hmotnost, příslušné průměry střední molekulové hmotnosti se vypočtou pomocí software Waters Millenium.
- 20 3. Mooneyova viskozita: Byly použity standardní postupy pro ML (1 + 4) při 100 °C.
4. Podmínky vulkanizace testovaných vzorků: Testované vzorky byly vulkanizovány při teplotě 150 °C po dobu uvedenou dále:
 - 4.1 Pevnost fólie: 20 minut.
 - 4.2 Zkouška odrazové pružnosti: 23 minut.
 - 30 4.3 Tvrdost: 23 minut.
 - 4.4 Zahřívání: 25 minut.
- 35 5. Disperze: Byl použit způsob Cabotova disperzního diagramu se subjektivním hodnocením 50x zvětšených optických mikrogramů. (Způsob podle ASTM D2663).
6. Napětí-přetvoření: Testováno podle BS903: A2 a ISO 37.
- 40 7. Tvrdost: Testováno podle ISO 48 (1994), teplota 23 °C.
8. Zkouška odrazové pružnosti: Testováno podle BS 903: A8 (1990), způsob A, teplota 23 °C (jako testovací kusy byly použity tvarované kotouče velikosti 8 mm).
- 45 9. Zahřívání: testováno podle ASTM D623, způsob A.
 - 9.1 Výchozí teplota: 23 °C.
 - 9.2 Statické zařízení: 10,88616 kg.
 - 50 9.3 Zdvih: 0,5715 cm.
 - 9.4 Frekvence: 30 Hz.
 - 55 9.5 Běží po dobu 30 minut.

10. Tan δ : měřeno na Rheometrics® model RDS II. Uváděné hodnoty jsou maxima deformace kmitů. Deformace kmitů při 0 °C, 30 °C a 60 °C, 1 ASTM D3629–94.

5

Příklad A

10 Elastomerní předsměs byla vyrobena podle předkládaného vynálezu. Konkrétně byla vyrobena elastomerní předsměs obsahující standardní přírodní kaučukový běžný latex Z Malajsie s 52,5 díly plnidla, které sestává ze sazí komerčního typu N234 dostupných od firmy Cabot Corporation na 100 dílů kaučuku. Vlastnosti přírodního kaučukového běžného latexu jsou uvedeny v tabulce 1.

15 Tabulka 1

Vlastnosti přírodního kaučukového latexu

aditiva	% suchého kaučuku	% celkových pevných složek	% popeloviny	dusík % . 10 ⁻⁴	těkavé mastné kyseliny	ML (1+4) při 100 °C
0,15 % HNS ^a 0,3 % NH ₃ , ZnO, TMTD ^b	28,4	34,2	0,38	0,366	0,052	68

20 a HNS: hydroxylaminový neutrální sulfát, stabilizátor Mooneyovy viskozity.

b. ZnO/TMTD: použito pro biologickou ochranu, typicky 0,025 % hmotnostních ve směsi 1:1.

25 Úplné složení prostředku je uvedeno v tabulce 2 a je reprezentativní pro komerční běhoun nákladní pneumatiky, o kterém je známo, že má vynikající odolnost proti reverzi během vulkanizace.

Tabulka 2

30 Přípravek předsměsi

Složka	Díly hmotnostní
Kaučuk	100
Saze	52,5
35 ZnO	4,0
Kyselina stearová	2,0
6PPD (antioxidant)	2,0
Zlepšení stálosti na slunci (vosk)	2,0
Ennerflex 74 (aromatický olej)	3,0
40 Celkem	165,5

45 Zařízení pro výrobu elastomerní předsměsi bylo stejné jako zařízení popsané výše podle obrázků 1 a 7. Špička šterbiny pro suspenzi (viz odkaz č. 167 v obr. 7) měla poměr 0,9906 mm s prostorem (viz odkaz č. 168 v obr. 7) axiální délky 5,08 mm. Koagulační zóna měla průměr 4,7752 mm a axiální délku 25,019 mm o konstantním průměru mezi mísicí zónou a jejím výstupním koncem. Příprava předsměsi je podrobněji popsána dále:

1. Příprava suspenze sazí.

Nelisované balíky sazí byly smíchány s deionizovanou vodou v zásobníku na suspenzi sazí vybavené míchadlem. Míchadlo rozruší pelety na fragmenty a vznikne surová suspenze o obsahu 12,5 % hmotnostních sazí. Během výroby se tato suspenze nepřetržitě čerpá vzduchovým diafragmovým čerpadlem do koloidního mlýna, kde dochází k úvodní disperzi. Suspenze pak byla čerpadlem s pohybující se kavitou vedena do homogenizátoru, konkrétně model M3 homogenizátoru firmy APV Gaulin, Inc. Homogenizátor produkuje jemnou suspenzi. Rychlost toku suspenze z homogenizátoru do mísicí zóny byla nastavena pomocí rychlosti homogenizátoru, kdy homogenizátor působí jako vysokotlaké vytěšňovací čerpadlo. Rychlost toku suspenze byla sledována pomocí hmotnostního průtokoměru Micromotion®. Suspenze sazí byla dodávána do homogenizátoru pod tlakem 344,75 kPa až 689,5 kPa a tlak při homogenizaci byl 27,58 MPa tak, že byla suspenze vstříkována do mísicí zóny průtokem 1,86 kg za minutu až 2,00 kg za minutu a rychlostí 39,62 m za sekundu.

2. Přívod latexu.

Latex byl vložen do plnicích tlakových nádrží o objemu 454,6 l. Před plněním byla do latexu přidána emulze antioxidantu. Přidané antioxidanty sestávaly z 0,3 dílu a 100 dílů kaučuku tris-(nonylfenyl)fosfitu (TNPP) a 0,4 dílu na 100 dílů kaučuku Santoflex® 134 (směs alkyl-aryl p-fenylendiaminů). Každý z antioxidantů byl připraven jako emulze 15 % hmotnostních pomocí 3 dílů olejanu draselného na 100 dílů antioxidantu s tím, že výsledné pH emulze bylo pomocí hydroxidu draselného upraveno na hodnotu 10. Dále byly přidány 3 díly nastavovacího oleje na 100 dílů kaučuku. Pro posun kaučuku ze zásobní nádrže do mísicí zóny koagulačního reaktoru byl použit tlakový vzduch (351,65 kPa). Průtok byl 1,45 kg za minutu až 1,54 kg za minutu a rychlost 1,16 m za sekundu, což bylo automaticky měřeno a ovládáno pomocí hmotnostního průtokoměru Micromotion® a pomocí ventilu na potrubí vedoucí kaučuk. Požadované množství sazí 52,5 dílu na 100 dílů kaučuku bylo získáno udržováním vhodného poměru průtoku latexu ku průtoku sazí.

3. Smíchání sazí a latexu.

Saze a latex byly smíchány strháváním latexu do suspenze sazí. Během strhávání byly saze těsně vmíchány do latexu a vzniklá směs koagulována. Z koagulačního reaktoru vystupovali měkkí, velmi houbovití „hádci“ koagula.

4. Odvodnění.

Vlhká drť vystupující z koagulačního reaktoru obsahovala 79 % hmotnostních vody. Vlhká drť byla odvodněna na obsah 5 % hmotnostních až 10 % hmotnostních vody pomocí odvodňovacího vytlačovacího lisu (Fench Oil Mill Machinery Company; průměr 8,89 cm). Ve vytlačovacím lisu byla drť stlačena a voda z drti vymačkána pomocí žlábkovaného válce vytlačovacího lisu.

5. Sušení a chlazení.

Odvodněná drť byla převedena do druhého vytlačovacího lisu, kde byla opět stlačena a zahřáta. Voda byla z drti odvětrána přes desku formy vytlačovacího lisu. Produkt vychází s teplotou 149 °C a obsahem vlhkosti 0,5 až 1 % hmotnostní. Horká, suchá drť byla rychle ochlazená (během 20 sekund) na 38 °C pomocí vibračního dopravníku s nuceným větráním. Výsledná suchá drť obsahovala 66 % hmotnostních pevných podílů kaučuku a 33 % hmotnostních sazí.

Příklad B

5 Kontrolní předsměs byla vyrobena hnětením za sucha. Kontrola měla stejné složení jako prostředek z příkladu A (viz tabulka 2) s tou výjimkou, že přírodní kaučuk byl SMR 10 místo latexu. Byl připraven předhnětením kaučuku v hnětači s protiběžnými rameny OOC (3 kg) při 50 ot./min při použití 10 dílů sazí na 100 dílů kaučuku. Předhnětení se provádělo po dobu 3 minut při celkové dodávce energie 800 MJ/m².

Porovnání příkladu A a příkladu B

10 Předsměs z příkladu A a kontrolní předsměs z příkladu B byly míchány ve dvoustupňové mísicí operaci v hnětači s protiběžnými rameny OOC (3 kg). V tabulce 3 je uveden rozvrh míchání v prvním stupni. Je vidět, že předsměs z příkladu A měla tento rozvrh upravený.

15 Tabulka 3

Čas [minuty]	Příklad A	Příklad B
0,0	Všechny složky	Předhnětený kaučuk
0,5		Saze a olej
1,0	Šablonování	
1,5		Zbylé složky
2,0		
2,5		Šablonování
3,0		
X	skládka po 700 MJ/m ³	skládka po 1000 MJ/m ³

20 V druhém stupni byly přidány vulkanizační prostředky podle tabulky 4 a následoval další míchací cyklus 500 MJ/m³.

Tabulka 4

25 Konečný stupeň přidávání vulkanizačního prostředku

složka	Díly hmotnostní
Sloučenina ze stupně 1	165,5
Goodyear Winstay 100 (antioxidant)	1,0
30 TBBS (urychlovač síry)	1,8
Síra	1,0
Celkem	169,3

35 Tak byla energie dodána do hnětače s protiběžnými rameny při míchání předsměsi podle příkladu A 53 % energie dodané do hnětače s protiběžnými rameny pro předhnětení a míchání kontrolního materiálu podle příkladu B. Kromě snížené potřeby energie, bylo zjištěno, že materiál podle příkladu A má velmi dobrou makrodisperzi a molekulová hmotnost (střední hmotnost) jeho solové části MW_{sol} byla podstatně vyšší než u kontroly.

40 Tato data jsou shrnuta v tabulce 5.

Tabulka 5

Údaje o míchání a vulkanizaci

Vzorek	Energie míchání (MJ/m ³)				ML (1+4, 100 °C)		MW
	Předhnětení	Stupeň 1	Konečný stupeň	Celkem	Stupeň 1	Konečný stupeň	Střední hmotnost
Příklad A	0	694	500	1194	102	72	444 900
Příklad B	800	956	500	2265	92	67	327 000

5

Další výsledky testování pro vulkanizovaný (nevyzrálý) materiál podle příkladu A a pro kontrolní materiál jsou uvedeny v tabulce 6.

10

Tabulka 6

Další údaje o testování

Vzorek	Tvrdost	100% modul pružnost [MPa]	300% modul pružnosti [MPa]	Pevnost v tahu [MPa]		
Příklad A	71	2,82	16,1	28,7		
Příklad B	72	3,12	16,2	28,5		
Vzorek	Protažení při přetržení	Odrasová pružnost [%]	Zahřívání [°C]	Maximální tan delta		
				0 °C;	30 °C;	60 °C
Příklad A	526	56,5	70,5	0,203	0,240	0,290
Příklad B	511	57,6	76,5	0,206	0,236	0,286

15

Příklad C

Elastomerní předsměs byla vyrobena podle předkládaného vynálezu. Konkrétně byla vyrobena elastomerní předsměs obsahující standardní přírodní kaučukový běžný latex z Malajsie s 55 díly plnidla, které sestává ze sazí komerčního typu Regal® 660 dostupných od firmy Cabot Corporation na 100 dílů kaučuku. Složení prostředku (s výjimkou minoritních aditiv do latexu) je uvedeno v tabulce 7.

25

Tabulka 7

Přípravek předsměsi

Složka	Díly hmotnostní
Kaučuk	100
Saze	55
Santoflex 134 (antioxidant)	0,4
TNPP (antioxidant)	0,3
Celkem	155,7

35

Zařízení pro výrobu elastomerní předsměsi bylo stejné jako zařízení popsané výše podle obrázku 1, 3 a 7. Úzká část šterbiny pro suspenzi (viz odkaz č. 167 v obr. 7) měla průměr 0,635 mm s prostorem (viz odkaz č. 168 v obr. 7) axiální délky 5,08 mm. Koagulační zóna (viz č. 53 v obr. 3) zahrnovala první část o průměru 4,775 mm a axiální délce 25,019 mm (která je částečně v mísici

hlavě a částečně v prodloužené části, která je k ní připojena); druhou část o průměru 6,756 mm a axiální délce 40,64 mm; třetí část o průměru 9,55 mm a axiální délce 57,302 mm a čtvrtou část o průměru 13,513 mm a axiální délce 81,026 mm. Mezi těmito částmi jsou krátké hladké axiální spoje. Příprava předsměsi je podrobněji popsána dále:

5

1. Příprava suspenze sazí.

Nelisované balíky sazí byly smíchány s deionizovanou vodou v zásobníku na suspenzi sazí vybaveném míchadlem. Míchadlo rozruší pelety na fragmenty a vznikne surová suspenze o obsahu 14,9 % hmotnostních sazí. Surová suspenze byla recyklována do potrubí rozměšovače. Během výroby se tato suspenze nepřetržitě čerpá vzduchovým diafragmovým čerpadlem do koloidního mlýna, kde dochází k úvodní disperzi. Suspenze pak byla čerpadlem s pohybující se kavitou vedena do homogenizátoru, konkrétně Microfluidizer Model M210 firmy Microfluidics International Corporation, ve kterém dochází ke stlačování a smýkání, čímž vzniká jemná suspenze. Rychlost toku suspenze z mikrofluidizátoru do mísicí zóny byla nastavena pomocí rychlosti mikrofluidizátoru, kdy mikrofluidizátor působí jako vysokotlaké vytěšňovací čerpadlo. Rychlost toku suspenze byla sledována pomocí hmotnostního průtokoměru Micromotion®. Suspenze sazí byla dodávána do mikrofluidizátoru pod tlakem 896,35 kPa a tlak na výstupu byl 20,685 MPa směrem do sběrné nádrže nastavené na výstupní tlak 3102,75 kPa tak, že suspenze byla vstřikována do mísicí zóny průtokem 1,77 kg za minutu a rychlostí 91,44 m za sekundu.

20

2. Přívod latexu.

Latex byl vložen do nádrže, konkrétně do plnicího bubnu o objemu 208,18 l. Před plněním byla do latexu přidána emulze antioxidantu. Přidané antioxidanty sestávaly z 0,3 dílu na 100 dílů kaučuku tris (nonylfenyl)fosfitu (TNPP) a 0,4 dílu na 100 dílů kaučuku Santoplex® 134 (směs alkylaryl p-fenylendiaminů). Každý z antioxidantů byl připraven jako emulze 40 % hmotnostních pomocí 4 dílů olejanu draselného na 100 dílů antioxidantu s tím, že výsledné pH emulze bylo pomocí hydroxidu draselného upraveno na hodnotu 10. Pro posun kaučuku ze zásobní nádrže do mísicí zóny koagulačního reaktoru bylo použito peristaltické čerpadlo. Průtok latexu byl 1,45 kg za minutu až 1,50 kg za minutu a rychlost 1,19 m za sekundu, což bylo automaticky měřeno a ovládáno pomocí hmotnostního průtokoměru Endress + Hauser (Greenwood, Indiana, USA). Požadované množství sazí 55 dílů na 100 dílů kaučuku bylo získáno udržováním vhodného poměru průtoku latexu ku průtoku sazí.

35

3. Smíchání sazí v latexu.

Saze a latex byly smíchány strháváním latexu do suspenze sazí. Během strhávání byly saze těsně vmíchány do latexu a vzniklá směs koagulována. Z koagulačního reaktoru vystupovali měkkí, velmi houbovití „hádcí“ koagula.

40

4. Odvodnění.

Vlhká drť vystupující z koagulačního reaktoru obsahovala 78 % hmotnostních vody. Vlhká drť byla odvodněna na obsah 12 % hmotnostních až 13 % hmotnostních vody pomocí odvodňovacího vytlačovacího lisu (French Oil Mill Machinery Company; průměr 8,89 cm). Ve vytlačovacím lisu byla drť stlačena a voda byla z drti vymačkána pomocí žlábkovaného válce vytlačovacího lisu.

50

5. Sušení a chlazení.

Odvodněná drť byla převedena do druhého vytlačovacího lisu, kde byla opět stlačena a zahřáta. Voda byla z drti odvětrána přes desku formy vytlačovacího lisu. Produkt vychází s teplotou 138 až 188 °C a obsahem vlhkosti 0,3 až 4 % hmotnostní. Horká, suchá drť byla rychle ochlazená (během 20 sekund) na 38 °C pomocí vibračního dopravníku s nuceným větráním.

55

Příklady D a E

- 5 Byly připraveny dvě kontrolní předsměsi získané hnětením za sucha. Kontroly měly stejné složení jako prostředek z příkladu C (viz tabulka 7) s tou výjimkou, že v příkladu D byla kaučuk RSS1 NR místo latexu. V příkladu E byl kaučuk SMR 10 NR. Byly připraveny předhnětení kaučuku v hnětači s protiběžnými rameny BR. Kaučuk podle příkladu D byl hněten při 118 ot./min po dobu 10 minut. Kaučuk podle příkladu E byl hněten při 77 ot./min. po dobu 4 minut.

10

Porovnání příkladu C, D a E

Předsměs z příkladu C a dvě kontrolní předsměsi z příkladu D a E byly míchány v hnětači s protiběžnými rameny BR. V tabulce 8 je uveden rozvrh míchání.

15

Tabulka 8

Rozvrh míchání

20

Předsměs	Předhnětení	Míchání stupeň I	Stupeň II (konečné) míchání
Příklad C	Žádné	Žádné	hnětač s protiběžnými rameny BR, 77 ot. /min, 4,5 minuty
Příklad D	hnětač s protiběžnými rameny BR, 118 ot./min, 10 minut	hnětač s protiběžnými rameny BR, 77 ot./min. 3 minuty	hnětač s protiběžnými rameny BR, 77 ot./min., 4,5 minuty
Příklad E	hnětač s protiběžnými rameny BR, 77 ot./min, 4 minuty	hnětač s protiběžnými rameny BR, 77 ot. /min, 8 minut	hnětač s protiběžnými rameny BR, 77 ot./min. 4,5 minuty

Složení produktů je uvedeno v tabulce 9

25 Tabulka 9

Složka	Díly hmotnostní
Předsměs z příkladu 4 nebo z příkladu nebo stupeň 1 míchání za sucha	5155
30 Azo 66 (oxid zinečnatý)	4,0
Hystrene 5016 (kyselina stearová)	2,0
Santoflex 13 (antioxidant)	2,0
Zlepšení stálosti na slunci (vosk)	2,0
Wingstay 100 (antioxidant)	1,0
35 Santocure (urychlovač síry)	1,8
Síra	1,0
Celkem	168,8

- 40 Všechny tři směsi vykazovaly dobrou vulkanizaci s minimální verzí. Kromě snížené potřeby energie, bylo zjištěno, že materiál podle příkladu C má znatelně lepší makrodiperzi než kontroly získané mícháním za sucha a molekulová hmotnost (střední hmotnost) jeho solové části MW_{sol} byla podstatně vyšší než u kontrol. Tato data jsou shrnuta v tabulce 10.

Tabulka 10

Vlastnosti předsměsi a směsi

5

	Příklad C	Příklad D	Příklad E
Vlastnosti předsměsi			
Mooneyova viskozita ML (1+4) při 100 °C	125	124	126
Vázaný kaučuk [%]	50	32	44
MW _{sol} (x 10 ⁻⁶)	0,678	0,466	0,463
Procenta nedispergované plochy [D %]	0,12	1,48	2,82
Vlastnosti směsi			
Tvrdość	62	65	62
100% modul pružnosti [MPa]	1,648	2,172	1,862
300% modul pružnosti [MPa]	7,495	8,701	8,384
Pevnost v tahu [MPa]	30,765	28,263	29,952
Prodloužení [%]	675	591	600
Maximální tan delta při 60 °C (deformace kmitů)	0,189	0,237	0,184
Rychlost růstu trhliny (cm na milion cyklů)	0,8	5,0	5,8

Dodatkové příklady a srovnání

- 10 Vysoce preferované elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu byly vyrobeny způsobem a na zařízení, které již bylo v předkládaném vynálezu popsáno. Zejména byly vyrobeny nové prostředky předsměsi z přírodního kaučukového latexu a plnidla ve formě sazí, které mají znatelně lepší makrodisperzi a/nebo molekulovou hmotnost přírodního kaučuku než bylo do této doby u známých prostředků vyráběných ze stejných nebo podobných výchozích látek možné. Obr. 8
- 15 vyobrazuje specifický povrch a strukturu různých plnidel ve formě sazí, která se používají do těchto preferovaných prostředků předsměsi, konkrétně jsou vyobrazeny CTAB specifický povrch vyjádřený ve čtverečních metrech na gram sazí podle ASTM D3765–85 a hodnota adsorpce dibutylftalátu (DBPA) vyjádřená v centimetrech krychlových DBP na sto gramů sazí podle ASTM D2414. Je vidět, že obr. 8 lze rozdělit do tří odlišných oblastí sazí. Oblast I obsahuje saze, které
- 20 mají nízkou strukturovanost a velký specifický povrch a které je nejobtížnější dispergovat pomocí tradičních způsobů míchání za sucha a přírodním kaučuku a dalších elastomerech. Proto nejsou saze v oblasti I komerčně používány stejně často jako ostatní typy sazí. Předsměsi a vulkanizované elastomerní prostředky vyrobené ze sazí v oblasti I za použití tradičních způsobů míchání za sucha mají špatnou makrodisperzi a typicky nižší MW_{sol}. Saze z oblasti II mají vyšší strukturovanost než saze z oblasti I. Typicky se u nich po prodloužené době míchání takovým způsobem,
- 25 že není MW_{sol} přírodního kaučuku znatelně snížena, dosahuje rozumně dobré disperze v přírodním kaučuku pro produkty typu pneumatik a podobně. Saze z oblasti III obr. 8 mají relativně ke své struktuře malý specifický povrch. Proto je lze použít za přijatelné disperze v přírodním kaučuku pro míchání za sucha, ale opět za nežádoucího snížení MW_{sol}. Disperze sazí všech třech oblastí obr. 8, konkrétně, makrodisperze, se významně zlepší v elastomerních kompozitech podle
- 30 předkládaného vynálezu a lze ji na základě preferovaných provedení předkládaného vynálezu dosáhnout při znatelně vyšší MW_{sol} přírodního kaučuku.

Kontrolní vzorky 1 až 443

- 35 Kontrolní vzorky předsměsi byl připraven mícháním za sucha podle následujících postupů, aby bylo možné je porovnat s elastomerními kompozity podle předkládaného vynálezu.

1. Hnětení přírodního kaučuku

- 5 Aby bylo možno připravit kontrolní vzorky suchých předsměsí, které mají široké rozmezí molekulových hmotností, byly balíky komerčního přírodního kaučuku (RSS1, SMR CV a SMR 10) předhněteny v hnětači s protiběžnými rameny BR za následujících podmínek (faktor plnění: 0,75).

Tabulka 11

10 Podmínky hnětení přírodního kaučuku

Kód vzorku	Hnětení	Otáčky rotoru [ot./min]	Chladicí voda	Doba hnětení [min]
M1	Ne			
M2	Ano	77	Zapnuta	4
M3	Ano	118	Zapnuta	6
M4	Ano	118	Zapnuta	10

2. Míchání sazí s předhněteným přírodním kaučukem

- 15 Aby byly získány suché předsměsi přírodního kaučuku s různým stupněm kvality makrodisperze byly v hnětači s protiběžnými rameny BR použity následující postupy míchání. Faktor plnění byl 0,70. Složky předsměsí a postupy míchání jsou popsány v následující tabulce 12.

20 Tabulka 12

Prostředek suché předsměsi z přírodního kaučuku

Složka	Díly hmotnosti na 100 dílů kaučuku
Přírodní kaučuk	100
Saze	viz následující tabulky
Olej	viz následující tabulky
Santofex (antioxidant)	0,4
TNPP (antioxidant)	0,3
Postu míchání: 0 minut: přidání předhněteného přírodního kaučuku (77 ot./min., 45 °C) 1 minuta: přidání sazí, olej a antioxidantů	

- 25 Pro různé doby míchání, které jsou uvedeny v tabulce 13, byly pro vzorky míchané ze sucha M1 a M4 z předhněteného přírodního kaučuku dosaženo různých úrovní makrodisperze. Například vzorek s kódem M2D1 v tabulce 13 ukazuje, že kontrolní vzorek předhněteného přírodního kaučuku M2 (viz tabulka 11) byl míchán po dobu 10 minut tak, aby měl složení podle tabulky 12.

30

Tabulka 13

Do míchání

5

Kód vzorku suché předsměsi přírodního kaučuku	Předhnětený přírodní kaučuk	Doba míchání
M1D4	M1	4
M1D3	M1	6
M1D2	M1	8
M1D1	M1	10
M2D4	M2	4
M2D3	M2	6
M2D2	M2	8
M2D1	M2	10
M3D4	M3	4
M3D3	M3	6
M3D2	M3	8
M3D1	M3	10
M4D4	M4	4
M4D3	M4	6
M4D2	M4	8
M4D1	M4	10

3. Konečné míchání kontrolních vzorků předsměsi přírodního kaučuku

10

Aby bylo možno zhodnotit funkční charakteristiky směsi bylo do kontrolních vzorků předsměsi přírodního kaučuku připravených hnětáním za sucha podle tabulky 13 přidány složky uvedené v tabulce 14.

Tabulka 14

15

Přídavné složky pro konečné míchání

Složka	Díly hmotnosti
Azo 66 (oxid zinečnatý)	4,0
Hystrene 5016 (kyselina stearová)	2,0
Santoflex 13 (antioxidant)	2,0
Zlepšení stálosti na slunci (vosk)	2,0
Wingstay 100 (antioxidant)	1,0
Santocure NS (urychlovač síry)	1,8
Síra	1,0

20

Směsi byly vulkanizovány standardním postupem vulkanizace při teplotě 150 °C dokud nedošlo prakticky k úplné vulkanizaci, což typicky trvá 10 minut až 30 minut. V tomto ohledu je třeba uvést, že pro všechny kontrolní vzorky byly použity stejné postupy konečného míchání včetně složení uvedeného v tabulce 14, stejně jako pro všechny vzorky elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu připravených postupem, který je popsán dále (viz „Příklady preferovaných provedení“) a které byly vulkanizovány a byly u nich testovány vlastnosti směsi a funkční charakteristiky.

25

V následujících tabulkách 15 až 23 jsou uvedeny molekulové hmotnosti solu MW_{sol} a makrodisperze $D[\%]$ kontrolních vzorků 1 až 443. Vzorky jsou seskupeny do tabulek podle volby sazí.

V dané tabulce jsou vzorky seskupeny podle volby přírodního kaučuku a na základě množství sazí a oleje. V hlavičce tabulky jsou uvedeny tyto informace ve formě standardní nomenklatury. Tak například hlavička v tabulce 15 „N330/55 dílů na 10 dílů kaučuku/0“ znamená 55 dílů na 100 dílů kaučuku sazí N330 bez oleje. Dále je v hlavičce uvedena volba přírodního kaučuku. Konkrétně byly kontrolní vzorky 1 až 450 vyrobeny ze standardního typu přírodního kaučuku RSS1, SMRCV a SMR10. Technický popis těchto kaučuků je běžně dostupný, například v Rubber Word Magazine's Blue Book vydané nakladatelstvím Lippincott a Peto, Inc. (Akron, Ohio, USA). Molekulová hmotnost MW_{sol} přírodního kaučuku před předhnětením (M1) a po různých dobách předhnětení (M2 až M4) je také uvedena v tabulkách 15 až 23.

10

Tabulka 15

Kód	N 330/55/0					
	RSS1			SMRCV		
	Vzorek č.	MW_{sol} (K)	D (%)	Vzorek č.	MW_{sol} (K)	D (%)
M1		1300			971	
M2		932			725	
M3		664			596	
M4		485			482	
M1D1	1	465	4,24	17	426	4,35
M1D2	2	571	3,70	18	457	3,89
M1D3	3	706	4,79	19	486	4,86
M1D4	4	770	4,52	20	535	4,78
M2D1	5	445	3,66	21	380	2,44
M2D2	6	490	2,68	22	398	3,71
M2D3	7	512	3,68	23	433	4,30
M2D4	8	581	3,93	24	498	5,81
M3D1	9	373	1,33	25	342	3,79
M3D2	10	402	2,50	26	358	4,35
M3D3	11	407	2,98	27	371	5,55
M3D4	12	452	3,35	28	408	5,01
M4D1	13	311	3,63	29	311	3,66
M4D2	14	337	3,40	30	325	5,31
M4D3	15	362	5,03	31	344	5,91
M4D4	16	382	5,23	32	369	5,67

15

Tabulka 16

Kód	Black Pearl 800/55/0					
	RSS1			SMRCV		
	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)
M1		1041			859	
M2		786			662	
M3		663			491	
M4		527			420	
M1D1	113	507	12,20	129	418	5,15
M1D2	114	551	15,10	130	482	4,94
M1D3	115	700	10,20	131	515	6,93
M1D4	116	786	5,72	132	583	8,74
M2D1	117	420	5,65	133	403	2,60
M2D2	118	441	6,50	134	438	2,74
M2D3	119	549	7,70	135	434	2,83
M2D4	120	606	5,88	136	530	3,88
M3D1	121	387	3,26	137	366	2,38
M3D2	122	409	2,98	138	378	2,83
M3D3	123	456	3,61	139	399	3,04
M3D4	124	483	4,61	140	431	2,39
M4D1	125	339	2,13	141	311	2,22
M4D2	126	367	2,23	142	332	2,27
M4D3	127	360	2,60	143	344	2,27
M4D4	128	403	1,96	144	390	2,73

5 Tabulka 17

Kód	N351/33/20		
	RSS1		
	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)
M1		1300	
M2		803	
M3		601	
M1D1	401	854	2,08
M1E2	402	969	3,41
M1D3	403	1140	3,68
M1D4	404	1130	4,91
M2D1	405	648	1,15
M2D2	406	658	2,16
M2D3	407	675	2,98
M2D4	408	721	4,70
M3D1	409	532	1,10
M3D2	410	537	2,17
M3D3	411	535	2,45
M3D4	412	558	4,06

Tabulka 18A

kód	Regal 250/55/0					
	RSS1			SMRCV		
	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)
M1		1332			1023	
M2		896			748	
M3		604			581	
M4		408			504	
M1D1	33	585	6,95	49	609	1,93
M1D2	34	669	8,03	50	634	3,29
M1D3	35	759	10,5	51	581	2,21
M1D4	36	896	14,1	52	702	4,09
M2D1	37	580	2,71	53	539	2,14
M2D2	38	502	2,61	54	569	2,72
M2D3	39	631	3,61	55	587	4,75
M2D4	40	557	5,43	56	595	6,25
M3D1	41	457	1,53	57	466	2,88
M3D2	42	476	2,09	58	449	3,19
M3D3	43	493	2,32	59	464	4,53
M3D4	44	495	3,54	60	500	5,89
M4D1	45	372	1,53	61	423	2,89
M4D2	46	382	2,09	62	433	3,42
M4D3	47	381	2,32	63	437	3,42
M4D4	48	403	3,54	64	447	4,73

5 Tabulka 18B

Kód	Regal 250/65/0			Regal 250/75/0			Regal 250/55/10		
	RSS1			RSS1			RSS1		
	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)
M1		1138			1138			1138	
M2		901			901			901	
M3		660			650			550	
M4	483				433			483	
M1D1	65	570	1,50	81	539	2,87	97	661	1,89
M1D2	66	622	3,25	82	524	4,50	98	702	2,69
M1D3	57	707	7,50	83	585	4,17	99	741	3,14
M1D4	68	788	4,77	84	753	14,35	100	822	5,24
M2D1	69	534	1,62	85	484	4,32	101	593	0,91
M2D2	70	548	4,19	86	512	2,96	102	572	3,48
M2D3	71	585	4,31	98	557	4,71	103	642	4,23
M2D4	72	621	6,21	88	505	4,85	104	864	5,35
M3D1	73	459	3,54	89	429	2,27	105	507	2,65
M3D2	74	469	5,79	90	446	2,68	106	544	2,96
M3D3	75	511	5,30	91	456	3,46	107	535	3,69
M3D4	76	541	9,13	92	491	6,22	108	524	3,27
M4D1	77	380	2,34	93	368	2,11	109	416	1,85
M4D2	78	392	2,85	94	372	3,13	110	413	3,18
M4D3	79	399	4,59	95	375	2,92	111	418	6,96
M4D4	80	395	4,57	96	388	2,92	112	441	6,46

Tabulka 19

Kód	N326/55/0						Kód	S6740/55/0		
	RSS1			SMRCV				RSS1		
	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D(%)		Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)
M1		1200			1060				1080	
M2		1030			934				837	
M3		724			777				724	
M4		635			644				532	
M1D1	145	550	3,49	161	644	1,15	M1D1	412	515	1,24
M1D2	146	636	3,54	162	661	1,32	M1D2	413	556	1,32
M1D3	147	650	5,89	163	697	1,35	M1D3	414	633	1,41
M1D4	148	724	4,79	164	732	2,01	M1D4	415	732	1,43
M2D1	149	517	3,16	165	590	1,50	M2D1	416	433	0,86
M2D2	150	572	2,41	166	621	1,56	M2D2	417	451	0,90
M2D3	151	613	3,11	167	641	2,22	M2D3	418	495	1,53
M2D4	152	696	4,37	168	676	2,31	M2D4	419	542	2,15
M3D1	153	489	2,78	169	551	1,22	M3D1	420	405	0,25
M3D2	154	521	1,93	170	550	1,62	M3D2	421	418	0,50
M3D3	155	504	3,14	171	563	2,06	M3D3	422	447	0,75
M3D4	156	538	2,81	172	578	2,68	M3D4	423	459	0,73
M4D1	157	415	1,74	173	487	1,96	M4D1	424	371	0,21
M4D2	158	447	2,17	174	495	2,22	M4D2	425	387	0,42
M4D3	159	466	3,13	175	505	2,99	M4D3	426	382	0,30
M4D4	160	469	2,93	176	526	3,37	M4D4	427	396	0,56

5 Tabulka 20

Tabulka 21 (B)

Kód	N110/55/0						Kód	S6740/55/0		
	RSSI			SMRCV				SMRCV		
	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D(%)		Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)
M1		937			730		M1		876	
M2		764			653		M2		754	
M3		569			541		M3		574	
M4		449			463		M4		444	
M1D1	369	360	1,24	385	334	1,28	M1D1	428	433	0,25
M1D2	370	426	2,50	386	339	1,60	M1D2	429	441	0,36
M1D3	371	490	2,69	387	372	1,42	M1D3	430	467	0,34
M1D4	372	618	4,68	388	413	2,80	M1D4	431	540	0,84
M2D1	373	340	0,69	389	309	0,72	M2D1	432	399	0,35
M2D2	374	356	0,85	390	314	1,17	M2D2	433	399	0,41
M2D3	375	395	0,90	391	342	1,27	M2D3	434	422	0,62
M2D4	376	433	1,17	392	380	2,94	M2D4	435	469	0,44
M3D1	377	295	0,81	393	271	0,94	M3D1	436	340	0,44
M3D2	378	313	1,27	394	292	0,93	M3D2	437	363	0,81
M3D3	379	333	1,20	395	314	1,43	M3D3	438	377	0,89
M3D4	380	353	1,35	396	351	1,77	M3D4	439	403	0,86
M4D1	381	255	1,12	397	260	0,74	M4D1	440	363	0,65
M4D2	382	269	1,14	398	267	0,93	M4D2	441	328	1,05
M4D3	383	287	1,30	399	284	1,49	M4D3	442	342	1,52
M4D4	384	316	1,67	400	297	1,83	M4D4	443	360	1,99

Tabulka 22 (A)

Kód	Regal 660/55/0								
	RSS1			SMRC			SMR10		
	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)
M1		1110			836			746	
M2		844			709			632	
M3		609			584			492	
M4		522			513			416	
M1D1	177	674	8,35	193	564	1,87	209	501	9,54
M1D2	178	792	7,89	194	611	2,50	210	572	6,68
M1D3	179	891	8,53	195	708	3,08	211	581	7,37
M1D4	180	576	7,46	196	571	2,31	212	594	7,18
M2D1	181	598	8,56	197	520	5,28	213	463	2,82
M2D2	182	602	3,89	198	558	4,85	214	483	4,57
M2D3	183	697	6,40	199	603	2,88	215	565	3,92
M2D4	184	559	5,71	200	541	4,25	216	550	5,58
M3D1	185	473	2,03	201	486	2,79	217	395	2,13
M3D2	186	506	1,66	202	482	2,76	218	393	1,98
M3D3	187	562	1,94	203	504	3,54	219	443	2,49
M3D4	188	559	4,33	204	525	2,41	220	449	1,90
M4D1	189	401	2,18	205	415	3,16	221	335	1,49
M4D2	190	425	1,72	206	418	2,92	222	345	1,71
M4D3	191	466	1,48	207	445	2,80	223	363	1,78
M4D4	192	449	3,57	208	465	3,13	224	374	2,35

5 Tabulka 22 (B)

Kód	Regal 660/45/0			Regal 660/65/0			Regal 660/65/10		
	RSS1			RSS1			RSS1		
	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)
M1		1245			1245			1245	
M2		876			876			876	
M3		625			625			625	
M4		482			482			482	
M1D1	225	646	3,45	241	553	14,55	257	639	1,63
M1D2	226	697	3,04	242	638	14,09	258	699	3,55
M1D3	227	762	7,70	243	691	13,64	259	814	5,44
M1D4	228	830	6,75	244	790	11,25	260	764	11,25
M2D1	229	574	4,79	245	469	5,88	261	572	2,77
M2D2	230	589	3,02	246	507	7,31	262	580	4,39
M2D3	231	636	6,41	247	558	9,72	263	610	5,51
M2D4	232	575	6,55	248	543	10,59	264	538	7,29
M3D1	233	471	2,66	249	420	5,48	265	474	4,10
M3D2	234	481	5,17	250	426	6,97	266	485	5,72
M3D3	235	510	7,78	251	468	8,81	267	502	6,24
M3D4	236	518	7,89	252	471	9,55	268	495	7,13
M4D1	237	388	3,20	253	333	5,19	269	390	5,02
M4D2	238	392	5,65	254	344	6,06	270	365	5,88
M4D3	239	397	5,14	255	344	5,59	271	240	7,45
M4D4	240	403	7,54	256	361	8,54	272	388	7,59

Tabulka 23 (A)

Kód	N234/55/0								
	RSS1			SMRCV			SMR10		
	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)
M1		1160			845			743	
M2		811			711			621	
M3		595			577			445	
M4		466			477			388	
M1D1	273	350	1,88	289	312	0,61	305	325	0,78
M1D2	274	476	3,40	290	317	0,64	306	363	1,66
M1D3	275	469	2,70	291	361	1,03	307	400	1,89
M1D4	276	665	2,70	292	419	1,56	308	459	1,73
M2D1	277	323	0,40	293	304	0,76	309	294	0,54
M2D2	278	371	0,73	294	306	0,72	310	321	1,24
M2D3	279	398	0,74	295	318	0,74	311	354	1,28
M2D4	280	464	1,42	296	357	1,30	312	363	1,39
M3D1	281	278	0,47	297	260	0,53	313	260	0,69
M3D2	282	304	0,83	298	272	0,65	314	268	0,48
M3D3	283	323	0,82	299	295	0,58	315	289	1,38
M3D4	284	360	1,06	300	302	1,14	316	303	0,78
M4D1	285	251	0,61	301	244	0,53	317	236	1,00
M4D2	286	266	0,51	302	253	0,81	318	239	0,77
M4D3	287	273	0,64	303	266	0,62	319	257	0,72
M4D4	288	282	0,53	304	296	0,88	320	268	1,30

5 Tabulka 23 (B)

Kód	N234/45/0			N234/65/0			N234/65/10		
	RSS1			RSS1			RSS1		
	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)	Vzorek č.	MW _{sol} (K)	D (%)
M1		1185			1185			1185	
M2		828			828			828	
M3		623			623			623	
M4		452			452			452	
M1D1	321	507	7,33	337	336	3,44	353	395	5,51
M1D2	322	598	8,15	338	458	5,09	354	478	7,68
M1D3	323	731	8,97	339	479	8,17	355	555	9,46
M1D4	324	772	12,02	340	705	9,90	356	637	839
M2D1	325	486	3,48	341	255	3,22	357	637	8,39
M2D2	326	479	5,44	342	288	3,34	368	352	1,23
M2D3	327	527	5,51	343	295	4,65	359	394	1,35
M2D4	328	566	7,70	344	393	5,45	360	449	2,37
M3D1	329	419	0,88	345	237	1,50	361	292	0,86
M3D2	330	423	1,24	346	252	1,78	362	286	1,14
M3D3	331	431	2,55	347	270	2,88	363	313	2,19
M3D4	332	458	4,03	348	304	3,92	364	340	2,51
M4D1	333	341	0,52	349	226	1,18	365	265	0,83
M4D2	334	338	1,13	350	214	1,81	366	273	0,99
M4D3	335	319	1,37	351	233	2,97	367	291	1,39
M4D4	336	354	2,06	352	253	3,83	368	307	2,41

Příklady preferovaných provedení

- 10 Byly připraveny přidavné vzorky elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu. Konkrétně byla podle předkládaného vynálezu za použití zařízení a postupů popsanych v příkladu A vyrobena série elastomerních kompozitů z přírodního kaučuku č. 1 až 32. Elastomerní kompozity obsahovaly přírodní kaučukový běžný latex z Malajsie jehož vlastnosti jsou uvedeny v tabulce 24. Elastomerní kompozice dále obsahovaly saze s morfologickými vlastnostmi (struktura a specifický povrch) z oblasti I, II a III na obr. 8. Konkrétně byly použity následující saze: Regal® 660, N234, N236, N110, Regal® 250, N330, Black Pearl® 800, Sterling® 6740 a N351. Množství sazi bylo 30 dílů na 100 dílů kaučuku až 75 dílů na 100 dílů kaučuku, nastavovací olej byl použit v množství 0 dílů na 100 dílů kaučuku až 20 dílů na 100 dílů kaučuku. Výrobní podrobnosti pro jednotlivé vzorky elastomerního kompozitu 1 až 32 jsou uvedeny v tabulce 25.

20

Zařízení a postupy použité pro výrobu elastomerních kompozitů č. 1 až č. 32 byly stejné jako v příkladu A, včetně sloužení předsměsi uvedeného v tabulce 2. Podrobněji popis zařízení a postupů použitých pro elastomerní kompozity č. 1 až č. 32 je následující.

5 1. Zařízení

Vzorky č. 1 až č. 32 byly vyrobeny na zařízení pro výrobu předsměsi, které bylo stejné jako zařízení popsané výše podle obrázků 1, 4 a 7. Průměr úzké části (špičky) šterbiny pro suspenzi (viz odkaz č. 167 v obr. 7) a délka prostoru (viz odkaz č. 168 v obr. 7) jsou uvedeny v tabulce 25 pro každý ze vzorků č. 1 až č. 32. Koagulační zóna zařízení měla čtyři zóny k výstupnímu konci. Průměr a axiální délka každé ze čtyř zón (první zóna je částečně v mísící hlavě a částečně k přesahu, který je k ní připojen) jsou uvedeny v tabulce 25. Mezi zónami jsou krátká axiální hladká spojení.

15 2. Příprava suspenze sazí.

Nelisované balíky sazí byly smíchány s deionizovanou vodou v zásobníku na suspenzi sazí vybaveném míchadlem. Míchadlo rozruší pelety na fragmenty a vznikne surová suspenze sazí. Koncentrace sazí (v procentech hmotnostních) v suspenzi je pro každý vzorek uvedena v tabulce 25. Během výroby se tato suspenze nepřetržitě čerpá vzduchovým diafragmovým čerpadlem do rozmělnovače, kde dochází k úvodní disperzi. Suspenze pak byla čerpána vzduchovým diafragmovým čerpadlem do koloidního mlýna, kterým je pak suspenze pomocí čerpadla s pohyblivou se kavitou vedena do homogenizátoru, konkrétně Microfluidizer Model M210 firmy Microfluidics, International Corporation. V mikrofluidizátoru vzniká jemná suspenze. Rychlost toku suspenze z mikrofluidizátoru do mísící zóny byla nastavena pomocí tlaku v mikrofluidizátoru, kdy mikrofluidizátor působí jako vysokotlaké vytěšňovací čerpadlo. Rychlost toku suspenze byla sledována pomocí hmotnostního průtokoměru Micromotion®. Tlak, kterým se saze dodávají do homogenizátoru a výstupní tlak homogenizátoru (všechny tlaky jsou v kPa) jsou pro každý vzorek uvedeny v tabulce 25. Z homogenizátoru se suspenze sazí vede do sběrné nádrže nastavené tak, aby snížila jakékoliv změny tlaku suspenze na špičce šterbiny pro suspenzi v mísící zóně. Tlak na špičce šterbiny pro suspenzi a průtok, kterým se suspenze vede do mísící zóny jsou pro každý vzorek uvedeny v tabulce 25.

3. Přívod latexu.

Latex byl vložen do plnicího bubnu o objemu 208,8 l. Před plněním byla do latexu přidána emulze antioxidantu. Přidané antioxidanty sestávaly z tris(nonylfenyl)fosfitu (TNPP) a Santoflex® 134 (směs alkyl-aryl p-fenylendiaminů) v množstvích, která jsou uvedena v tabulce 25. Každý z antioxidantů byl připraven jako emulze 40 % hmotnostních pomocí 4 dílů olejanu draselného na 100 dílů antioxidantu s tím, že výsledné pH emulze bylo pomocí hydroxidu draselného upraveno na hodnotu 10. Pokud byl přidáván nějaký nastavovací olej, je jeho množství uvedeno v tabulce 25. Pro posun kaučuku ze zásobního bubnu do mísící zóny koagulačního reaktoru bylo použito peristaltické čerpadlo. Průtok latexu byl a rychlost jsou uvedeny v tabulce 25. Tok latexu byl automaticky měřen a pomocí hmotnostních průtokoměru Endress + Hauser. Požadované množství sazí bylo získáno udržováním vhodného poměru průtoku latexu ku průtoku sazí.

45 4. Smíchání sazí a latexu.

Saze a latex byly smíchány strháváním latexu do suspenze sazí. Během strhávání byly saze těsně vmíchány do latexu a vzniklá směs koagulována. Z koagulačního reaktoru vystupovali měkkí, velmi houbovití „hádci“ koagula.

5. Odvodnění.

5 Vlhká drť vystupující z koagulačního reaktoru obsahovala množství vody uvedené v tabulce 25. Vlhká drť byla odvodněna pomocí odvodňovacího vytlačovacího lisu (French Oil Mill Machinery Company; průměr 8,89 cm). Ve vytlačovacím lisu byla vlhká drť stlačena a voda z ní byla vymačkána pomocí žlábkovaného válce vytlačovacího lisu.

6. Sušení a chlazení.

10 Odvodněná drť byla převedena do druhého vytlačovacího lisu, kde byla opět stlačena a zahřáta. Voda byla z drti odvětrána přes desku formy vytlačovacího lisu. Produkt vychází s teplotou a obsahem vlhkosti, který je uveden v tabulce 25. Horká, suchá drť byla rychle ochlazená (během 20 sekund) na 38 °C pomocí vibračního dopravníku s nuceným větráním.

15

Tabulka 24

Vlastnosti přírodního kaučukového latexu

20

Typ latexu	Zdroj	Aditiva	% suchého kaučuku	% celkových pevných látek	% popeloviny	dusík % . 10 ⁻⁴	těkavé mastné kyseliny
Koncentrát	TITI Latex SDN, BHD	0,35 % NH ₃ , ZnO, TMTD, 0,1 % HHS	60	62,0	0,15	0,29	0,022
Běžný latex	RRIM ^a , 9P94	0,15 % HNS ^c , 0,3 % HN ₃ , ZnO, TMTD ^b	28,4	34,2	0,38	0,366	0,052

a. RRI je Rubber Research Institute of Malaysia (Kaučukářský výzkumný ústav v Malajsií)

b. ZnO/TMTD: použito pro biologickou ochranu, typicky 0,025 % hmotnostních ve směsi 1:1.

25

c. HNS: hydroxylaminový neutrální sulfát, stabilizátor Mooneyovy viskozity.

Tabulka 25

Vzorek podle předkládaného vynálezu č.	Cahotiv elastomerní kompozit				Špička šěrby pro suspenzi		Mikrofluidizátor			
	Typ latexu	Saze		Množství v dílech na 100 dílů kaučuku	Množství oleje na 100 dílů kaučuku	Průměr [mm]	Délka [mm]	prostoru	Vstupní tlak [MPa]	Výstupní tlak [MPa]
		Typ	Množství v dílech na 100 dílů kaučuku							
1	běžný latex	N330	55	0	0,635	12,7			0,6895	20,685
2	běžný latex	N330	55	0	0,9906	25,4			2,0685	0
3	běžný latex	N330	55	0	0,9906	25,4			2,0685	0
4	běžný latex	Regal 250	55	0	0,635	12,7			1,2411	24,1325
5	běžný latex	Regal 250	65	0	0,635	12,7			2,0685	68,95
6	běžný latex	Regal 250	75	0	0,635	12,7			1,379	89,635
7	běžný latex	Regal 250	65	10	0,635	12,7			1,72375	82,74
8	běžný latex	Black pearl 800	55	0	0,635	12,7			1,379	27,58
9	běžný latex	N326	55	0	0,635	25,4			1,72375	20,685
10	běžný latex	Regal 660	55	0	0,635	25,4			--	--
11	běžný latex	Regal 660	45	0	0,635	12,7			1,379	86,1875
12	běžný latex	Regal 660	65	0	0,635	12,7			1,379	103,425
13	běžný latex	Regal 660	65	10	0,635	12,7			1,379	82,74
14	běžný latex	N234	55	0	0,635	25,4			1,2411	37,9225
15	běžný latex	N234	55	0	0,635	12,7			--	99,9775
16	běžný latex	N234	55	0	0,635	12,7			--	99,9775
17	běžný latex	N234	55	0	0,635	12,7			--	99,9775
18	běžný latex	N234	45	0	0,635	12,7			1,379	89,635
19	běžný latex	N234	65	0	0,635	12,7			1,5169	89,635
20	běžný latex	N234	65	10	0,635	12,7			2,0685	99,9775
21	běžný latex	N110	55	0	0,635	25,4			0,8274	31,0275
22	latexový konc.	N351	33	20	0,635	12,7			1,72375	86,1875
23	běžný latex	Sterling 6740	55	0	0,635	12,7			1,72375	82,74
24	běžný latex	N234	48	5	0,5842	12,7			1,72375	75,845
25	běžný latex	N234	53	5	0,5842	12,7			1,72375	75,845
26	běžný latex	N234	56	5	0,5842	12,7			1,72375	75,845
27	běžný latex	N234	63	5	0,5842	12,7			1,72375	75,845
28	běžný latex	N234	68	5	0,5842	12,7			1,72375	75,845
29	latexový konc.	N234	49	5	0,5842	12,7			--	--
30	latexový konc.	N234	54	5	0,5842	12,7			--	75,845
31	latexový konc.	N234	63	5	0,5842	12,7			--	75,845
32	latexový konc.	N234	65	5	0,5842	12,7			--	75,845

Tabulka 25 (pokračování)

Vzorek podle předkládaného vynálezu č.	Koagulační zóna												Koncentrace sazí v suspenzi [% hmotnostní]
	První část			Druhá část			Třetí část			Čtvrtá část			
	Průměr [mm]	Délka [mm]		Průměr [mm]	Délka [mm]		Průměr [mm]	Délka [mm]		Průměr [mm]	Délka [mm]		
1	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		15,2
2	4,826	27,94		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		14,9
3	4,826	27,94		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		14,9
4	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		19,0
5	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		21,0
6	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		21,0
7	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		21,0
8	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		15,0
9	4,826	27,94		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		14,8
10	4,826	27,94		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		14,8
11	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		15,2
12	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		15,2
13	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		15,2
14	4,826	27,94		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		14,8
15	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		13,7
16	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		13,7
17	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		13,7
18	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		14,8
19	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		14,8
20	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		14,8
21	4,826	27,94		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		11,8
22	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		15,0
23	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		14,7
24	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		13,5
25	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		13,5
26	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		13,5
27	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		13,5
28	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		13,5
29	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		12,8
30	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		12,8
31	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		12,8
32	4,826	76,2		6,858	40,64		9,652	58,42		13,462	81,28		12,8

Tabulka 25 (pokračování)

Vzorek podle předkládaného vynálezu č.	Tlak na špičce šterbiny suspenze [MPa]	Průtok suspenze [kg/min]	Rychlost suspenze [m/s]	Mísicí zóna			Průtok latexu [kg/min]	Rychlost latexu [m/s]
				TNPP [dílů kaučuku] na 100 dílů kaučuku]	Antioxidant			
					[dílů na 100 dílů kaučuku]	na Santoflex [dílů na 100 dílů kaučuku]		
1	9,653	2,087	102,41	0,3	0,4	2,132	2,072	
2	2,930	2,812	75,29	0,3	0,4	3,130	4,023	
3	2,930	2,812	75,29	0,3	0,4	3,130	4,023	
4	10,343	2,087	104,85	0,3	0,4	3,039	2,957	
5	10,343	2,359	112,78	0,3	0,4	2,994	2,987	
6	10,860	2,359	112,78	0,3	0,4	2,676	2,591	
7	10,687	2,359	112,78	0,3	0,4	3,129	3,048	
8	11,032	2,359	115,82	0,3	0,4	2,223	2,164	
9	4,137	1,905	93,88	0,3	0,4	1,814	1,768	
10	--	1,814	89,31	0,3	0,4	1,633	1,585	
11	10,343	2,313	113,69	0,3	0,4	3,175	3,078	
12	8,964	2,087	106,98	0,3	0,4	2,087	2,042	
13	9,481	2,223	109,12	0,3	0,4	2,087	2,103	
14	6,206	2,404	111,56	0,3	0,4	2,177	2,103	
15	9,653	2,585	128,02	0,3	0,4	2,449	2,377	
16	9,653	2,585	128,02	0,3	0,4	2,449	2,377	
17	9,653	2,585	128,02	0,3	0,4	2,449	2,377	
18	11,032	2,359	116,13	0,3	0,4	2,948	2,865	
19	11,377	2,404	118,26	0,3	0,4	2,041	1,981	
20	11,204	2,404	118,26	0,3	0,4	2,087	2,042	
21	6,206	2,404	120,09	0,3	0,4	1,860	1,798	
22	10,687	2,313	113,69	0,3	0,4	2,313	2,316	
23	10,687	2,359	116,13	0,3	0,4	2,585	1,920	
24	15,652	2,313	135,33	0,3	0,4	2,767	2,682	
25	15,514	2,313	135,33	0,3	0,4	2,495	2,408	
26	15,652	2,313	135,33	0,3	0,4	2,268	2,195	
27	15,583	2,313	135,33	0,3	0,4	2,177	2,012	
28	--	2,313	135,33	0,3	0,4	1,905	1,859	
29	16,203	2,404	141,12	0,3	0,4	1,179	1,097	
30	16,272	2,404	141,12	0,3	0,4	1,043	1,036	
31	16,203	2,404	141,12	0,3	0,4	0,953	0,945	
32	16,686	2,404	141,12	0,3	0,4	0,907	0,914	

Tabulka 25 (pokračování)

Vzorek podle předkládaného vynálezu č.	Odvodnění				Sušení a chlazení	
	Výchozí [% hmotnostní]	vlhkost	drti	Konečná [% hmotnostní]	Teplota produktu [°C]	Vlhkost [% hmotnostní] produktu
1	77,6			6,5	155,6	0,3
2	78,7			--	232,2	0,2
3	76,7			7,8	204,4	0,2
4	74,9			--	176,7	0,3
5	78,2			7,9	154,4	0,2
6	76,4			11,4	--	0,2
7	75,6			8,6	168,3	0,3
8	77,7			6,5	154,4	0,2
9	77,9			6,9	173,9	0,2
10	77,6			--	--	0,4
11	76,7			9,7	129,4	0,5
12	79,7			--	168,3	0,2
13	79,1			--	--	0,9
14	77,9			8,4	165,6	0,1
15	79,2			--	sušeno v píce	--
16	79,2			10,3	sušeno v píce	--
17	79,2			11,2	sušeno v píce	--
18	79,0			15,0	187,8	0,4
19	80,0			3,6	162,8	0,3
20	79,5			9,4	173,9	0,5
21	80,5			9,5	176,7	0,2
22	85,1			9,1	137,8	0,3
23	78,1			8	165,6	0,6
24	77,4			--	193,3	0,3
25	77,8			--	198,9	0,4
26	78,1			--	204,4	0,7
27	78,4			--	210	0,4
28	78,7			--	215,6	1,1
29	71,2			--	204,4	0,6
30	72,3			--	215,6	0,4
31	73,3			--	204,4 až 232,2	0,9
32	74,1			--	204,4 až 232,2	0,2

Je třeba poznamenat, že vzorky 2 a 3 byly vyrobeny bez tlaku na výstupu z mikrofluidizátoru, čímž byla stanovena makrodisperze za nepřítomných podmínek zpracování.

- 5 Vynikající makrodisperzi sazí ve výsledných předsměsích ukazuje jejich kvalitní makrodisperze a molekulová hmotnost solové části MW_{sol} . Tabulka 26 ukazuje hodnoty MW_{sol} a makrodisperze pro vzorky 1 až 32 podle předkládaného vynálezu spolu se sazemi a olejem (pokud byl použit) použitý v každém ze vzorků. Množství sazí a oleje je v tabulce 26 uvedeno jako díly na 100 dílů kaučuku.

10

Tabulka 26

Solová molekulová hmotnost a nedispergovaná plocha vzorků podle předkládaného vynálezu

Vzorek podle předkládaného vynálezu č.	Sazí/množství/olej	MW_{sol} (v tisících)	D [%]
1	N330/55/0	305	0,26
2	N330/55/0	726	0,54
3	N330/55/0	544	0,40
4	R250/55/0	876	0,08
5	R250/65/0	670	0,16
6	R250/75/0	655	0,03
7	R250/65/10	519	0,02
8	Bp800/55/0	394	0,14
9	N326/55/0	666	0,20
10	R660/55/0	678	0,12
11	R660/45/0	733	0,05
12	R660/65/0	568	0,04
13	R660/65/10	607	0,02
14	N234/55/0	433	0,15
15	N234/55/0	1000	0,10
16	N234/55/0	500	0,15
17	N234/55/0	550	0,10
18	N234/45/0	495	0,17
19	N234/65/0	359	0,20
20	N234/65/10	350	0,11
21	N110/55/0	612	0,17
22	N351/33/20	800	0,10
23	S6740/55/0	630	0,10
24	N234/48/5	569	0,05
25	N234/53/5	485	0,12
26	N234/56/5	447	0,12
27	N234/63/5	403	0,13
28	N234/68/5	378	0,16
29	N234/49/5	618	0,12
30	N234/54/5	482	0,16
31	N234/63/5	390	0,17
32	N234/65/5	325	0,20

- 15 Výsledky pro všechny vzorky podle předkládaného vynálezu, které obsahují množství sazí 55 dílů na 100 dílů kaučuku jsou uvedeny v semilogaritmickém vyjádření na obr. 9 spolu s hodnotami makrodisperze a MW_{sol} pro odpovídající série popisných kontrolních vzorků z přírodního kaučuku, které byly vyrobeny technikami míchání za sucha. Každému vzorku podle předkládaného vynálezu, který obsahuje 55 dílů na 100 dílů kaučuku, sazí, přísluší v obr. 9 přinejmenším jeden
- 20 bod, spolu se všemi kontrolními vzorky, které mají obsah sazí 55 dílů na 100 dílů kaučuku. (Kontrolní vzorky 401 až 412, které jsou také uvedeny v obr. 9, obsahují 33 dílů na 100 dílů kaučuku sazí N351 a 20 dílů nastavovacího oleje.) Z tabulky 26 a z obr. 9 je vidět, že vzorky podle předkládaného vynálezu mají vynikající makrodisperzi. Konkrétně mají vzorky podle předkládaného vynálezu hodnoty D [%] obecně nižší než 0,2 %, dokonce i při hodnotách MW_{sol} vyšších než 0,85
- 25 $\times 10^6$, zatímco kontrolní vzorky nikdy nedosahují tak vynikající makrodisperze při jakémkoliv

- 5 MW_{sol}. Údaje uvedené na obr. 9 tak jasně ukazují, že kvalita makrodisperze nových elastomerních kompozitů v širokém rozmezí MW_{sol} je významně lepší ve srovnání s hodnotami dosažitelnými při použití srovnatelných složek, ale pomocí dosud známých způsobů míchání za sucha. Významy symbolů použitých pro různé body v obr. 9 a stejných symbolů použitých v následujících obr. 9 a stejných symbolů použitých v následujících obr. 10 až obr. 25 jsou následující.

Obrázek 9

Kvalita disperze a MW solu předsměsí z přírodního kaučuku

10

- ✕ kontrolní vzorky 177 až 224
- ▲ kontrolní vzorky 273 až 320
- ⊞ kontrolní vzorky 145 až 176
- ▲ kontrolní vzorky 369 až 400
- kontrolní vzorky 33 až 64
- ✕ kontrolní vzorky 1 až 32
- kontrolní vzorky 113 až 144
- ◇ kontrolní vzorky 412 až 443
- ◆ kontrolní vzorky 401 až 412
- vzorky podle předkládaného vynálezu

Obrázek 10

15

Kvalita disperze a MW solu předsměsí z přírodního kaučuku (Oblast I)

- ✕ kontrolní vzorky 177 až 224
- vzorek podle předkládaného vynálezu 10
- ⊞ kontrolní vzorky 145 až 176
- ⋈ vzorek podle předkládaného vynálezu 9
- kontrolní vzorky 33 až 64
- vzorek podle předkládaného vynálezu 4
- ✕ kontrolní vzorky 1 až 32
- vzorek podle předkládaného vynálezu 1
- kontrolní vzorky 113 až 144
- vzorek podle předkládaného vynálezu 8

Obrázek 11

Kvalita disperze a MW solu předsměsi z přírodního kaučuku (Oblast II)

- ▲ kontrolní vzorky 273 až 320
- vzorek podle předkládaného vynálezu 14
- ▲ kontrolní vzorky 369 až 400
- ▣ vzorek podle předkládaného vynálezu 21

Obrázek 12

Kvalita disperze a MW solu předsměsí z přírodního kaučuku (Oblast III)

- kontrolní vzorky 401 až 412
- ◆ vzorek podle předkládaného vynálezu 22
- ◆ kontrolní vzorky 412 až 443
- ▣ vzorek podle předkládaného vynálezu 23

Obrázek 13

Kvalita disperze a MW solu předsměsi z přírodního kaučuku (Saze N330, 55 dílů na 100 dílů kaučuku)

- kontrolní vzorky 1 až 32
- vzorky podle předkládaného vynálezu 1 až 3

Obrázek 14

Kvalita disperze a MW solu předsměsi z přírodního kaučuku (Saze Real 250)

- kontrolní vzorky 33 až 64
- vzorek podle předkládaného vynálezu 4
- kontrolní vzorky 65 až 80
- ▣ vzorek podle předkládaného vynálezu 5
- ◆ kontrolní vzorky 81 až 96
- ▲ vzorek podle předkládaného vynálezu 6
- ◆ kontrolní vzorky 97 až 112
- ▲ vzorek podle předkládaného vynálezu 7

Obrázek 15

Kvalita disperze a MW solu předsměsi z přírodního kaučuku (Saze Black Pearl 800, 55 dílů na 100 díl kaučuku)

5

- kontrolní vzorky 113 až 144
- vzorek podle předkládaného vynálezu 8

Obrázek 16

10 Kvalita disperze a MW solu předsměsi z přírodního kaučuku (Saze N326, 55 dílů na 100 dílů kaučuku)

- kontrolní vzorky 145 až 176
- vzorek podle předkládaného vynálezu 9

15 Obrázek 17

Kvalita disperze a MW solu předsměsi z přírodního kaučuku (Saze Regal 660)

- kontrolní vzorky 177 až 227
- vzorek podle předkládaného vynálezu 10
- kontrolní vzorky 225 až 240
- vzorek podle předkládaného vynálezu 11
- ◇ kontrolní vzorky 241 až 256
- ▲ vzorek podle předkládaného vynálezu 12
- ◆ kontrolní vzorky 257 až 272
- ▲ vzorek podle předkládaného vynálezu 13

20

Obrázek 18

Kvalita disperze a MW solu předsměsi z přírodního kaučuku (Saze N234)

- kontrolní vzorky 273 až 320
- vzorky podle předkládaného vynálezu 14 až 17
- kontrolní vzorky 337 až 352
- vzorek podle předkládaného vynálezu 19
- ◇ kontrolní vzorky 321 až 336
- ▲ vzorek podle předkládaného vynálezu 18
- ◆ kontrolní vzorky 353 až 368
- ▲ vzorek podle předkládaného vynálezu 20

25

Obrázek 19

Kvalita disperze a MW solu předsměsí z přírodního kaučuku (Saze N110, 55 dílů na 100 dílů kaučuku)

5

- kontrolní vzorky 369 až 400
- vzorek podle předkládaného vynálezu 21

Obrázek 20

10 Kvalita disperze a MW solu předsměsí z přírodního kaučuku (Saze N351, 33 dílů na 100 dílů kaučuku)

- kontrolní vzorky 401 až 412
- vzorek podle předkládaného vynálezu 22

15 Obrázek 21

Kvalita disperze a MW solu předsměsí z přírodního kaučuku (Saze Sterling 6470, 55 dílů na 100 dílů kaučuku)

20

- kontrolní vzorky 412 až 443
- vzorek podle předkládaného vynálezu 23

Obrázek 22

25 Vliv MW solu a rychlost růstu trhlin (Směsi přírodního kaučuku obsahující saze N324 v množství 55 dílů na 100 dílů kaučuku)

- kontrolní vzorky 273 až 288
- vzorek podle předkládaného vynálezu 16

Obrázek 23

30

Vliv MW soli na rychlost růstu trhlin (Směsi přírodního kaučuku obsahující saze N326 v množství 55 dílů na 100 dílů kaučuku)

- kontrolní vzorky 146 až 160
- vzorek podle předkládaného vynálezu 9

35

Obrázek 24

Vliv MW solu na rychlost růstu trhlin (Směsi přírodního kaučuku obsahující saze Regal 660 v množství 55 dílů na 100 dílů kaučuku)

40

- kontrolní vzorky 177 až 192
- vzorek podle předkládaného vynálezu 10

Obrázek 25

Maximální $\tan \delta$ (deformace kmitů při 60 °C) směsí přírodního kaučuku obsahujícího saze N234 v různých množstvích

5

- vzorky podle předkládaného vynálezu 24 až 28
- ⊕ vzorky podle předkládaného vynálezu 29 až 32
- kontrolní vzorky 444 až 450

Obrázek 30

- 10 Kvalita disperze a MW solové části předsměsí z přírodního kaučuku obsahujících agregáty duální fáze (saze/křemík)

- kontrolní vzorky 451 až 458
- vzorek podle předkládaného vynálezu 33
- ⊕ kontrolní vzorky 459 až 466
- vzorek podle předkládaného vynálezu 34

- 15 Obrázek 31

Kvalita disperze a MW solové části předsměsí z přírodního kaučuku obsahujících směs sazí a křemíku

- kontrolní vzorky 491 až 498
- vzorek podle předkládaného vynálezu 38
- ⊕ kontrolní vzorky 483 až 490
- vzorek podle předkládaného vynálezu 37
- ⊕ kontrolní vzorky 475 až 482
- vzorek podle předkládaného vynálezu 36

20

- kontrolní vzorky 467 až 474
- vzorek podle předkládaného vynálezu 35

Hodnoty makrodisperze pro elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu uvedené na obr. 9 jsou popsány následujícími rovnicemi:

25

$$(1) D[\%] < 0,2 \%$$

pokud je MW_{sol} nižší než $0,45 \times 10^6$; a

30

$$(2) \log(D) < \log(0,2) + 2,0 \times [MW_{sol} - (0,45 \times 10^6)] \times 10^{-6} \text{ pokud je } 0,45 \times 10^6 < MW_{sol} < 1,1 \times 10^6.$$

Z uvedených skutečností plyne, že makrodisperze $D[\%]$ v rovnici (1) jsou procenta nedispergované plochy měřená jako poruchy větší než 10 mikrometrů. Z obr. 9 je zřejmé, že $D[\%]$ rovné 0,2 % je hranice kvality makrodisperze pro všechny saze v oblasti I, II a III pro

35

suché předsměsi přírodního kaučuku. To znamená, že žádná z předsměsí hnětených za sucha nedosahuje kvality makrodisperze 0,2 % při jakékoliv MW_{sol} , dokonce i po míchání, které vede k degradaci MW_{sol} pod $0,45 \times 10^6$, jak je popsáno v rovnici (1). Když je MW_{sol} kontrolních vzorků suché předsměsi uvedených v obr. 9 mezi $0,45 \times 10^6$, jak je popsáno v rovnici (1). Když je MW_{sol} kontrolních vzorků suché předsměsi uvedených v obr. 9 mezi $0,45 \times 10^6$ a $1,1 \times 10^6$, kvalita disperze je ještě horší ačkoliv, naopak kvalita disperze vzorků podle předkládaného vynálezu, které mají MW_{sol} v tomto rozsahu zůstává vynikající. Žádné z preferovaných provedení uvedených v obr. 9, které mají MW_{sol} mezi $0,45 \times 10^6$ a $1,1 \times 10^6$ nepřesahuje preferovaný limit makrodisperze 0,2 %. V tomto ohledu je třeba poznamenat, že body pro preferovaná provedení, které jsou uvedeny v obr. 9 (a v dalších obrázcích dále) ležící na ose X (tj. na hodnotě $D[\%]$ 0,1 %) mají hodnotu kvality makrodisperze 0,1 % nebo případně ještě lepší (tj. nižší).

Vzorky se sazí v oblasti I

Vzorky podle předkládaného vynálezu obsahující saze, které mají morfologické vlastnosti (tj. strukturovanost a specifický povrch) v oblasti I na obr. 8 a odpovídající kontrolní vzorky vyrobené z takových sazí v oblasti I jsou porovnány v semilogaritmickém vyjádření na obr. 10. Konkrétně obr. 10 ukazuje hodnoty makrodisperze a MW_{sol} pro vzorky podle předkládaného vynálezu a odpovídající kontrolní vzorky obsahující saze Regal® 660, N326, Regal® 250, N330 a Black Pearl® 800 v množství 30 dílů na 100 dílů kaučuku až 75 dílů na 100 dílů kaučuku a nastavovací olej v množství 0 dílů na 100 dílů kaučuku až 20 dílů na 100 dílů kaučuku. Z obr. 10 je vidět vynikající disperze sazí u všech vzorků podle předkládaného vynálezu, které představují preferovaná provedení elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu. Všechny vzorky podle předkládaného vynálezu jsou na obr. 10 s výhodou pod linií 101, zatímco všechny kontrolní vzorky mají horší disperzi a jsou nad linií 101. Ve skutečnosti preferovaná provedení uvedená na obr. 10, dokonce i když obsahují saze z oblasti I, které se nejobtížněji dispergují, spadají všechna pod hodnotu $D[\%]$ nižší než 0,3 %. Nejpreferovanější provedení mají všechna hodnotu $D[\%]$, která nepřesahuje 0,2 %, dokonce i když hodnota MW_{sol} přesahuje $0,7 \times 10^6$. Data uvedená na obr. 10 tak jasně ukazují, že kvalita makrodisperze nových elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu obsahujících saze z oblasti I je v širokém rozmezí MW_{sol} významně lepší ve srovnání s hodnotami dosažitelnými při použití srovnatelných složek, ale pomocí dosud známých způsobů míchání za sucha. Hodnoty makrodisperze pro elastomerní kompozice podle předkládaného vynálezu uvedené na obr. 10 jsou popsány následujícími rovnicemi:

$$(3) \quad D[\%] < 1,0 \%$$

podle je MW_{sol} nižší než $0,7 \times 10^6$; a

$$(4) \quad \log(D) < \log(1,0) + 2,5 \times [MW_{sol} - (0,7 \times 10^6)] \cdot 10^{-6} \text{ pokud je } 0,7 \times 10^6 < MW_{sol} < 1,1 \times 10^6.$$

Z uvedených skutečností plyne, že $D[\%]$ jsou procenta redispergované plochy měřená jako poruchy větší než 10 mikrometrů a 1 % je hranice kvality makrodisperze pro všechny saze v oblasti I pro suché předsměsi přírodního kaučuku podle předkládaného vynálezu. To znamená, že žádná z předsměsí hnětených za sucha nedosahuje kvality makrodisperze 1,0 % nebo lepší při jakékoliv MW_{sol} , dokonce i po míchání, které vede k degradaci MW_{sol} pod $0,7 \times 10^6$, jak je popsáno v rovnici (3). Když je MW_{sol} pod $0,7 \times 10^6$, jak je popsáno v rovnici (3). Když je MW_{sol} kontrolních vzorků suché předsměsi uvedených v obr. 10 mezi $0,7 \times 10^6$ a $1,1 \times 10^6$, kvalita disperze je ještě horší. Naopak, kvalita disperze vzorků podle předkládaného vynálezu, které mají MW_{sol} v tomto rozsahu zůstává vynikající. Preferované provedení uvedené v obr. 10 mající MW_{sol} mezi $0,7 \times 10^6$ a $1,1 \times 10^6$ spadá pod preferovaný limit makrodisperze 0,2 %. V tomto ohledu je třeba poznamenat, že elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze z oblasti I poskytují do této doby nedosažitelnou rovnováhu mezi kvalitou makrodisperze a MW_{sol} .

Vzorky ze sazí z oblasti II

Vzorky podle předkládaného vynálezu obsahující saze, které mají morfologické vlastnosti (tj. strukturovanost a specifický povrch) v oblasti II na obr. 8 a odpovídající kontrolní vzorky vyrobené z takových sazí z oblasti II jsou porovnány v semilogaritmickém vyjádření na obr. 11. Konkrétně obr. 11 ukazuje hodnoty makrodisperze a MW_{sol} pro vzorky podle předkládaného vynálezu a odpovídající kontrolní vzorky obsahující saze N234 a N110 v množství 40 dílů na 100 dílů kaučuku až 70 dílů na 100 dílů kaučuku a nastavovací olej v množství 0 dílů na 100 dílů kaučuku až 10 dílů na 100 dílů kaučuku. Z obr. 11 je vidět vynikající disperze sazí u všech vzorků podle předkládaného vynálezu, které představují preferovaná provedení elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu. Všechny vzorky podle předkládaného vynálezu jsou na obr. 10 s výhodou pod linií 111, zatímco všechny kontrolní vzorky mají horší disperzi a jsou nad linií 111. Ve skutečnosti preferovaná provedení uvedená na obr. 11 obsahující saze z oblasti II všechna spadají pod hodnotou $D[\%]$ nižší než 0,3 %. Nejpreferovanější provedení mají všechna hodnotu $D[\%]$, která nepřesahuje 0,2 % při jakékoliv hodnotě MW_{sol} . Data uvedená na obr. 11 tak jasně ukazují, že kvalita makrodisperze nových elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu obsahujících saze z oblasti II je v širokém rozmezí MW_{sol} významně lepší ve srovnání s hodnotami dosažitelnými při použití srovnatelných složek, ale pomocí dosud známých způsobů míchání za sucha. Hodnoty makrodisperze pro elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu uvedené na obr. 11 jsou popsány následujícími rovnicemi:

$$(5) \quad D[\%] < 0,3 \%$$

pokud je MW_{sol} nižší než $0,35 \times 10^6$; a

$$(6) \quad \log(D) < \log(0,3) + 2,8 \times [MW_{sol} - (0,35 \times 10^6)] \times 10^{-6} \text{ pokud je } 0,35 \times 10^6 < MW_{sol} < 1,1 \times 10^6.$$

Z uvedených skutečností plyne, že hodnota $D[\%]$ 0,30 % je hranice kvality makrodisperze pro všechny saze v oblasti II pro suché předsměsi přírodního kaučuku podle předkládaného vynálezu a $0,35 \times 10^6$ je hranice hodnoty MW_{sol} . To znamená, že žádná z předsměsí hnětených za sucha nedosahuje kvality makrodisperze 0,30 % nebo lepší při jakékoliv MW_{sol} , dokonce i po míchání, které vede k degradaci MW_{sol} pod $0,35 \times 10^6$, jak je popsáno v rovnici (5). Když je MW_{sol} kontrolních vzorků suché předsměsi uvedených v obr. 11 mezi $0,35 \times 10^6$ a $1,1 \times 10^6$, kvalita disperze je ještě horší. Naopak, kvalita disperze vzorků podle předkládaného vynálezu, které mají MW_{sol} v tomto rozsahu zůstává vynikající. Preferovaná provedení uvedená v obr. 11 mají MW_{sol} mezi $0,35 \times 10^6$ a $1,1 \times 10^6$ spadají pod preferovaný limit makrodisperze 0,2 %. V tomto ohledu je třeba poznamenat, že elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze z oblasti II poskytují do této doby nedosažitelnou rovnováhu mezi kvalitou makrodisperze a MW_{sol} .

Vzorky ze sazí z oblasti III

Vzorky podle předkládaného vynálezu obsahující saze, které mají morfologické vlastnosti (tj. strukturovanost a specifický povrch) v oblasti III na obr. 8 a odpovídající kontrolní vzorky vyrobené z takových sazí z oblasti III jsou porovnány v semilogaritmickém vyjádření na obr. 12. Konkrétně obr. 12 ukazuje hodnoty makrodisperze a MW_{sol} pro vzorky podle předkládaného vynálezu a odpovídající kontrolní vzorky obsahující saze N351 a Sterling 6740 v množství 30 dílů na 100 dílů kaučuku až 70 dílů na 100 dílů kaučuku a nastavovací olej v množství 0 dílů na 100 dílů kaučuku až 20 dílů na 100 dílů kaučuku. Z obr. 12 je vidět vynikající disperze sazí u všech vzorků podle předkládaného vynálezu, které představují preferovaná provedení elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu. Všechny vzorky podle předkládaného vynálezu jsou na obr. 12 s výhodou pod linií 121, zatímco všechny kontrolní vzorky mají horší disperzi a jsou nad linií 121. Ve skutečnosti preferovaná provedení uvedená na obr. 12 obsahují saze z oblasti III

všechna spadají pod hodnotu $D[\%]$ nižší než 0,1 % dokonce i při hodnotě MW_{sol} , která přesahuje $0,3 \times 10^6$ a dokonce i $0,7 \times 10^6$. Data uvedená na obr. 12 tak jasně ukazují, že kvalita makrodisperze nových elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu obsahují saze z oblasti III jak v širokém rozmezí MW_{sol} významně lepší ve srovnání s hodnotami dosažitelnými při použití srovnatelných složek, ale pomocí dosud známých způsobů míchání za sucha. Hodnoty makrodisperze pro elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu uvedené na obr. 12 jsou popsány následujícími rovnicemi:

$$(7) \quad D[\%] < 0,1 \%$$

pokud je MW_{sol} nižší než $0,35 \times 10^6$; a

$$(8) \quad \log(D) < \log(0,1) + 2,0 \times [MW_{sol} - (0,30 \times 10^6)] \times 10^{-6} \text{ pokud je } 0,30 \times 10^6 < MW_{sol} < 1,1 \times 10^6.$$

Z uvedených skutečností plyne, že hodnota $D[\%]$ 0,1 % je hranice kvality makrodisperze pro všechny saze v oblasti III pro suché předsměsi přírodního kaučuku podle předkládaného vynálezu a $0,30 \times 10^6$ je hranice hodnoty MW_{sol} . To znamená, že žádná z předsměsí hnětených za sucha neobsahuje kvality makrodisperze 0,1 % při jakékoliv MW_{sol} , dokonce i po míchání, které vede k degradaci MW_{sol} pod $0,35 \times 10^6$, jak je popsáno v rovnici (7). Když je MW_{sol} kontrolních vzorků suché předsměsi uvedených v obr. 12 mezi $0,30 \times 10^6$ a $1,1 \times 10^6$, kvalita disperze je ještě horší. Naopak, kvalita disperze vzorků podle předkládaného vynálezu, které mají MW_{sol} v tomto rozsahu zůstává vynikající. Preferovaná provedení uvedená v obr. 12 mající MW_{sol} mezi $0,30 \times 10^6$ a $1,1 \times 10^6$ spadají pod preferovaný limit makrodisperze 0,2 % a ve skutečnosti je hodnota $D[\%]$ rovna nebo nižší než 0,1 %. V tomto ohledu je třeba poznamenat, že elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze z oblasti III poskytují do této doby nedosažitelnou rovnováhu mezi kvalitou makrodisperze a MW_{sol} .

Porovnání dodatkových vzorků

Hodnoty makrodisperze pro vzorky podle předkládaného vynálezu jsou graficky uvedeny v semilogaritmickém vyjádření na obr. 13 až obr. 21, jako funkce své hodnoty MW_{sol} stejně jako v obr. 8 až obr. 12. Konkrétně jsou v obr. 13 až obr. 21 uvedeny všechny vzorky podle předkládaného vynálezu obsahující částice sazí (s omezením na konkrétní množství sazí v případech, ve kterých je to uvedeno) dohromady v jediném semilogaritmickém vyjádření spolu s odpovídajícími kontrolními vzorky. (Viz výše uvedenou legendu, ve které jsou uvedena čísla vzorků podle předkládaného vynálezu a kontrolních vzorků obsažených v každém obrázku.) Tak obr. 13 ukazuje kvalitu disperze a MW_{sol} vzorku podle předkládaného vynálezu a kontrolních vzorků obsahujících 55 dílů na 100 dílů kaučuku sazí N330. Data uvedená na obr. 13 jasně ukazují, že kvalita makrodisperze nových elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu obsahujících saze N330 je v širokém rozmezí MW_{sol} významně lepší ve srovnání s hodnotami dosaženými u kontrolních vzorků. Makrodisperze pro elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze N330 uvedené na obr. 13 je popsána následujícími rovnicemi:

$$(9) \quad D[\%] < 1 \%$$

pokud je $MW_{sol} < 0,6 \times 10^6$; a

$$(10) \quad \log(D) < \log(1) + 2,5 \times [MW_{sol} - (0,6 \times 10^6)] \times 10^{-6} \text{ pokud je } 0,6 \times 10^6 < MW_{sol} < 1,1 \times 10^6.$$

Žádná z předsměsí hnětených za sucha nedosahuje kvality makrodisperze 1,0 % při jakékoliv MW_{sol} , dokonce i po míchání, které vede k degradaci MW_{sol} pod $0,6 \times 10^6$ (viz rovnice 9). U kontrolních vzorků obsahujících 55 dílů sazí N330 na 100 dílů kaučuku, ve kterých je MW_{sol} $0,6 \times 10^6$ až $1,1 \times 10^6$ je hodnota $D[\%]$ ještě vyšší, dokonce až 4 % nedispergované plochy.

Obr. 14 ukazuje kvalitu disperze a MW_{sol} vzorku podle předkládaného vynálezu a kontrolních vzorků obsahujících saze Regal[®] 250. Vybrané vzorky podle předkládaného vynálezu a kontrolní vzorky uvedené v obr. 14 obsahují olej. Data uvedená na obr. 14 jasně ukazují, že kvalita makrodisperze nových elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu obsahujících saze Regal[®] 250 je v širokém rozmezí MW_{sol} významně lepší ve srovnání s hodnotami dosaženými u kontrolních vzorků. Makrodisperze pro elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahují saze Regal[®] 250 uvedené na obr. 14 je popsána následujícími rovnicemi.

$$(9) \quad D [\%] < 1 \%$$

pokud je $MW_{sol} < 0,6 \times 10^6$; a

$$(10) \quad \log(D) < \log(1) + 2,5 \times [MW_{sol} - (0,6 \times 10^6)] \times 10^{-6} \text{ pokud je } 0,6 \times 10^6 < MW_{sol} < 1,1 \times 10^6.$$

Žádná z předsměsí hnětených za sucha nedosahuje kvality makrodisperze 1,0 % při jakémkoliv MW_{sol} , dokonce i po míchání, které vede k degradaci MW_{sol} pod $0,6 \times 10^6$. Naopak elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze Regal[®] 250 a mající MW_{sol} vyšší než $0,6 \times 10^6$ mají vynikající makrodisperzi, jako je hodnota $D[\%]$ nižší než 0,2 %. Vlastnosti směsí a funkční charakteristiky vzorků podle předkládaného vynálezu a kontrolních vzorků uvedených na obr. 14, obsahujících saze Regal[®] 250, jsou uvedeny v tabulce 27. Z té je vidět, že vzorek č. 4 podle předkládaného vynálezu má výjimečně vysokou odolnost proti růstu trhliny, což vyplývá z velmi nízké hodnoty rychlosti růstu trhliny, která je 0,92 cm na milion cyklů. Vzorek podle předkládaného vynálezu je mnohem lepší než odpovídající kontrolní vzorky. Předpokládá se, že je to způsobeno hlavně lepší MW_{sol} a makrodisperzí sazí ve vzorku podle předkládaného vynálezu.

Tabulka 27

Vlastnosti směsí z přírodního kaučuku obsahujících saze Regal®250 v množství 55 dílů na 100 dílů kaučuku

Vzorek č.	Mooney ML(1+4) při 100 °C	Tvrdost	E100 [MPa]	E300 [MPa]	Tah [MPa]	Prodloužení [%]
kontrolní vzorek 33	60,63	55,35	1,250	6,894	28,202	675,0
kontrolní vzorek 34	73,58	57,80	1,621	8,921	27,430	595,0
kontrolní vzorek 35	81,49	58,65	1,680	8,724	28,293	613,0
kontrolní vzorek 36	84,04	59,95	1,684	8,383	27,306	614,0
kontrolní vzorek 37	57,35	56,75	1,508	8,688	28,406	502,0
kontrolní vzorek 38	60,10	57,05	1,494	8,320	27,743	620,0
kontrolní vzorek 39	68,28	57,25	1,554	8,662	28,504	621,0
kontrolní vzorek 40	77,40	59,10	1,759	9,176	27,987	597,0
kontrolní vzorek 41	44,40	56,25	1,489	8,376	27,847	618,0
kontrolní vzorek 42	47,96	56,50	1,479	8,294	27,194	613,0
kontrolní vzorek 43	49,84	57,05	1,526	8,474	27,706	611,0
kontrolní vzorek 44	50,10	56,60	1,451	7,867	27,982	638,0
kontrolní vzorek 45	36,82	52,90	1,224	6,777	26,136	533,0
kontrolní vzorek 46	38,23	54,50	1,370	7,661	26,618	629,0
kontrolní vzorek 47	35,35	54,60	1,372	7,653	26,692	505,0
kontrolní vzorek 48	40,58	55,50	1,410	7,860	27,312	632,0
vzorek podle před- kládaného vynálezu 4	71,97	57,00	1,504	8,483	27,830	611,0

Vzorek č.	Odpružení	Rychlost růstu trhliny [cm na milion cyklů]	Otěr [g]	tan δ při 0 °C	tan δ při 60 °C
kontrolní vzorek 33	64,50	2,00	0,191	0,167	0,091
kontrolní vzorek 34	64,55	1,83	0,182	0,166	0,083
kontrolní vzorek 35	63,75	2,38	0,192	0,150	0,091
kontrolní vzorek 36	63,30	1,42	0,180	0,162	0,091
kontrolní vzorek 37	64,65	3,00	0,168	0,176	0,100
kontrolní vzorek 38	63,45	2,99	0,163	0,184	0,099
kontrolní vzorek 39	63,90	2,17	0,186	0,170	0,092
kontrolní vzorek 40	62,30	1,69	0,182	0,175	0,093
kontrolní vzorek 41	64,20	2,84	0,190	0,189	0,102
kontrolní vzorek 42	64,20	3,24	0,182	0,168	0,103
kontrolní vzorek 43	64,50	3,52	0,177	0,183	0,101
kontrolní vzorek 44	63,90	3,50	0,179	0,185	0,104
kontrolní vzorek 45	63,80	3,86	0,199	0,197	0,104
kontrolní vzorek 46	64,30	3,94	0,191	0,184	0,107
kontrolní vzorek 47	64,35	3,81	0,192		0,106
kontrolní vzorek 48	63,65	3,46	0,180	0,182	0,110
vzorek podle před- kládaného vynálezu 4	64,70	0,92	0,190	0,148	0,096

5

Obr. 15 ukazuje kvalitu disperze a MW_{sol} vzorku podle předkládaného vynálezu a kontrolních vzorků obsahujících saze Black Pearl®800 v množství 55 dílů na 100 dílů kaučuku. Data uvedená na obr. 15 jasně ukazují, že kvalita makrodisperze nových elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu obsahujících saze Black Pearl®800 v množství 55 dílů na 100 dílů kaučuku je významněji lepší ve srovnání s hodnotami dosaženými u kontrolních vzorků. Hodnoty makrodisperze pro elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze Black Pearl®800 uvedené na obr. 15 jsou popsány následujícími rovnicemi:

$$(11) D[\%] < 1,5 \%$$

15

pokud je $MW_{sol} < 0,65 \times 10^6$; a

(12) $\log(D) < \log(1,5) + 2,5 \times [MW_{sol} - (0,65 \times 10^6)] \times 10^{-6}$ pokud je $0,65 \times 10^6 < MW_{sol} < 1,1 \times 10^6$.

- 5 Žádný z kontrolních vzorků nedosahuje kvality makrodisperze 1,0 % nebo lepší při jakékoliv MW_{sol} , dokonce i po míchání, které vede k degradaci MW_{sol} pod $0,65 \times 10^6$. Naopak elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze Black Pearl[®] 800 a mající MW_{sol} vyšší než $0,65 \times 10^6$ mají vynikající makrodisperzi, jako je hodnota $D[\%]$ nižší než 0,2 %. Vlastnosti směsí a funkční charakteristiky vzorků podle předkládaného vynálezu a kontrolních vzorků uvedených na obr. 15, obsahujících saze Black Pearl[®] 800, jsou uvedeny v tabulce 28. Z té je
- 10 vidět, že vzorek č. 8 podle předkládaného vynálezu má výjimečně vysokou odolnost proti růstu trhliny, což vyplývá z velmi nízké hodnoty rychlosti růstu trhliny, která je pouze 0,27 cm na milion cyklů. Vzorek podle předkládaného vynálezu je mnohem lepší než odpovídající kontrolní vzorky. Předpokládá se, že je to způsobeno hlavně lepší MW_{sol} a makrodisperzí sazí ve vzorku podle předkládaného vynálezu.

15

Tabulka 28

Vlastnosti z přírodního kaučuku obsahujících saze Black Pearl®800 v množství 55 dílů na 100 dílů kaučuku

Vzorek č.	Mooney ML(1+4) při 100 °C	Tvrđost	E100 [MPa]	E300 [MPa]	Tah [MPa]	Prodloužení [%]
kontrolní vzorek 113	110,5	66,4	2,379	9,191	26,739	598
kontrolní vzorek 114	109,0	67,3	2,530	9,839	27,808	605
kontrolní vzorek 115	106,4	67,2	2,503	9,039	26,856	610
kontrolní vzorek 116	105,7	69,0	2,220	8,288	26,580	626
kontrolní vzorek 117	110,6	67,1	2,179	9,653	28,821	616
kontrolní vzorek 118	118,9	67,1	2,137	9,618	27,352	607
kontrolní vzorek 119	11,9	67,1	2,131	9,122	28,607	634
kontrolní vzorek 120	110,6	67,6	2,572	8,191	28,952	653
kontrolní vzorek 121	114,7	65,3	1,979	8,701	29,848	667
kontrolní vzorek 122	110,6	65,8	1,986	8,433	29,076	659
kontrolní vzorek 123	115,0	67,5	1,931	8,839	28,069	624
kontrolní vzorek 124	116,5	66,5	2,131	9,570	28,725	623
kontrolní vzorek 125	113,4	65,4	1,937	8,784	27,428	631
kontrolní vzorek 126	101,4	66,8	1,931	8,426	29,000	656
kontrolní vzorek 127	105,5	66,4	1,806	7,929	28,663	670
kontrolní vzorek 128	110,7	66,8	2,013	8,970	29,021	643
vzorek podle před- kládaného vynálezu 8	131,3	62,5	1,565	8,901	23,567	532

Vzorek č.	Odpružení	Rychlost růstu trhliny [cm na milion cyklů]	Otěr [g]	tan δ při 0 °C	tan δ při 60 °C
kontrolní vzorek 113	44,7	3,14	0,148	0,281	0,184
kontrolní vzorek 114	45,0	2,72	0,125	0,274	0,185
kontrolní vzorek 115	47,0	2,54	0,163	0,233	0,171
kontrolní vzorek 116	46,6	2,41	0,194	0,244	0,163
kontrolní vzorek 117	40,9	4,56	0,086	0,327	0,214
kontrolní vzorek 118	41,8	2,80	0,112	0,335	0,225
kontrolní vzorek 119	41,7	4,33	0,091	0,321	0,216
kontrolní vzorek 120	42,1	3,89	0,095	0,301	0,207
kontrolní vzorek 121	39,2	3,38	0,075	0,312	0,256
kontrolní vzorek 122	38,7	4,58	0,108	0,344	0,236
kontrolní vzorek 123	40,2	4,79	0,103	0,329	0,232
kontrolní vzorek 124	41,7	3,78	0,102	0,321	0,209
kontrolní vzorek 125	38,9	3,40	0,076	0,352	0,248
kontrolní vzorek 126	38,1	5,57	0,070	0,355	0,241
kontrolní vzorek 127	38,2	4,79	0,073	0,346	0,254
kontrolní vzorek 128	39,4	3,40	0,113	0,357	0,23
vzorek podle před- kládaného vynálezu 8	44,8	0,27	0,130	0,297	0,199

5

Obr. 16 ukazuje kvalitu disperze a MW_{sol} vzorku podle předkládaného vynálezu a kontrolních vzorků obsahujících saze M326 v množství 55 dílů na 100 dílů kaučuku. Data uvedená na obr. 16 jasně ukazují, že kvalita makrodisperze nových elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu obsahujících saze N326 je významně lepší ve srovnání s hodnotami dosaženými u kontrolních vzorků. Hodnoty makrodisperze pro elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze N326 uvedené na obr. 16 jsou popsány následujícími rovnicemi:

(13) $D[\%] < 1 \%$

15 pokud je $MW_{sol} < 0,7 \times 10^6$; a

(14) $\log(D) < \log(1) + 2,5 [W_{sol} - (0,7 \times 10^6)] \times 10^{-6}$ pokud je $0,7 \times 10^6 < MW_{sol} < 1,1 \times 10^6$.

- Žádný z kontrolních vzorků nedosahuje kvality makrodisperze 1,0 % nebo lepší při jakékoliv MW_{sol} , dokonce i po míchání za sucha, které vede k degradaci MW_{sol} pod $0,7 \times 10^6$. Naopak elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahují saze N326 a mají MW_{sol} vyšší než $0,7 \times 10^6$ mají vynikající makrodisperzi, jako je hodnota $D[\%]$, která nepřevyšuje 0,2 %.
- 5 Vlastnosti směsí a funkční charakteristiky vzorků podle předkládaného vynálezu a kontrolních vzorků uvedených na obr. 16, obsahujících saze N326, jsou uvedeny v tabulce 29. Z té je vidět, že vzorek č. 9 podle předkládaného vynálezu má výjimečně vysokou odolnost proto růstu trhliny, což vyplývá z velmi nízké hodnoty rychlosti růstu trhliny, která je pouze 0,77 cm na milion cyklů. Vzorek podle předkládaného vynálezu je mnohem lepší než odpovídající kontrolní vzorky.
- 10 Předpokládá se, že je to způsob hlavně lepší MW_{sol} a makrodisperzí sazí ve vzorku podle předkládaného vynálezu.

Tabulka 29

- 15 Vlastnosti směsí z přírodního kaučuku obsahujících saze N326 v množství 55 dílů na 100 dílů kaučuku

Vzorek č.	Mooney ML(1+4) při 100 °C	Tvrdost	E100 [MPa]	E300 [MPa]	Tah [MPa]	Prodloužení [%]
kontrolní vzorek 145	64,5	60,5	1,993	11,811	27,035	548
kontrolní vzorek 146	88,2	62,4	2,344	12,425	28,228	553
kontrolní vzorek 147	91,7	63,3	2,696	13,218	27,518	528
kontrolní vzorek 148	96,8	64,3	2,248	11,473	27,890	572
kontrolní vzorek 149	62,4	61,5	2,137	12,156	27,780	552
kontrolní vzorek 150	67,7	62,6	2,248	12,790	27,960	551
kontrolní vzorek 151	76,5	60,6	1,979	11,315	27,683	575
kontrolní vzorek 152	79,4	63,6	2,268	11,859	27,442	559
kontrolní vzorek 153	57,2	60,1	1,944	11,191	27,359	579
kontrolní vzorek 154	57,2	62,8	2,441	13,025	26,746	525
kontrolní vzorek 155	57,3	62,2	2,227	12,156	27,408	556
kontrolní vzorek 156	60,1	61,9	2,137	11,494	27,015	564
kontrolní vzorek 157	45,1	61,2	2,262	12,052	25,980	533
kontrolní vzorek 158	50,1	60,6	2,172	11,997	26,318	546
kontrolní vzorek 159	53,2	61,3	2,110	11,549	26,794	553
kontrolní vzorek 160	50,5	62,6	2,282	12,080	26,780	549
vzorek podle před- kládaného vynálezu 9	77,8	60,9	1,910	10,777	28,731	593

Vzorek č.	Odpružení	Rychlost růstu trhliny [cm na milion cyklů]	Otěr [g]	$\tan \delta$ při 0 °C	$\tan \delta$ při 60 °C
kontrolní vzorek 145	57,8	2,84	0,0952	0,225	0,129
kontrolní vzorek 146	58,1	2,52	0,0887	0,217	0,126
kontrolní vzorek 147	57,6	2,03	0,0945	0,205	0,123
kontrolní vzorek 148	56,3	1,63	0,0927	0,221	0,129
kontrolní vzorek 149	57,2	3,39	0,0827	0,234	0,142
kontrolní vzorek 150	56,8	2,77	0,0866	0,234	0,150
kontrolní vzorek 151	55,6	2,61	0,0933	0,241	0,149
kontrolní vzorek 152	54,5	2,79	0,0857	0,249	0,155
kontrolní vzorek 153	55,4	3,12	0,0911	0,258	0,170
kontrolní vzorek 154	56,0	3,35	0,0858	0,241	0,147
kontrolní vzorek 155	55,4	3,63	0,0811	0,254	0,152
kontrolní vzorek 156	54,9	3,55	0,0906	0,261	0,153
kontrolní vzorek 157	55,5	3,02	0,0931	0,284	0,149
kontrolní vzorek 158	55,4	3,81	0,0914	0,249	0,150
kontrolní vzorek 159	54,9	3,23	0,0933	0,240	0,158
kontrolní vzorek 160	55,2	3,19	0,0942	0,246	0,163
vzorek podle před- kládaného vynálezu 9	58,4	0,77	0,0939	0,225	0,136

Obr. 17 ukazuje kvalitu disperze v MW_{sol} vzorku podle předkládaného vynálezu a kontrolních vzorků obsahujících saze Regaltm 660. Vybrané vzorky podle předkládaného vynálezu a kontrolní vzorky uvedené v obr. 17 obsahují olej. Data uvedená na obr. 17 jasně ukazují, že kvalita makrodisperze nových elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu obsahujících saze Regaltm 660 je v širokém rozmezí hodnot MW_{sol} významně lepší ve srovnání s hodnotami dosaženými kontrolními vzorků. Hodnoty makrodisperze pro elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze Regal[®] 660 uvedené na obr. 17 jsou popsány následujícími rovnicemi:

$$(15) D[\%] < 1 \%$$

pokud je $MW_{sol} < 0,6 \times 10^6$;

$$(16) \log(D) < \log(1) + 2,5 \times [MW_{sol} - (0,6 \times 10^6)] \times 10^{-6} \text{ pokud je } 0,6 \times 10^6 < MW_{sol} < 1,1 \times 10^6.$$

Žádný z kontrolních vzorků nedosahuje kvality makrodisperze 1,0 % nebo lepší při jakékoliv MW_{sol} , dokonce i po míchání za sucha, které vede k degradaci MW_{sol} pod $0,6 \times 10^6$. Naopak elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze Regal[®] 660 a mající MW_{sol} vyšší než $0,6 \times 10^6$ mají vynikající makrodisperzi, jako je hodnota $D[\%]$, která je nižší než 0,2 %. Vlastnosti směsí a funkční charakteristiky vzorků podle předkládaného vynálezu a kontrolních vzorků uvedených na obr. 17, obsahujících saze Regal[®] 660, jsou uvedeny v tabulce 30. Z té je vidět, že vzorek č. 10 podle předkládaného vynálezu má výjimečně vysokou odolnost proti růstu trhliny, což vyplývá z velmi nízké hodnoty rychlosti růstu trhliny, která je pouze 0,69 cm na milion cyklů. Vzorek podle předkládaného vynálezu je mnohem lepší než odpovídající kontrolní vzorky. Předkládá se, že je to způsobeno hlavně lepší MW_{sol} a makrodisperzí sazí ve vzorku podle předkládaného vynálezu.

Tabulka 30

Vlastnosti směsí z přírodního kaučuku obsahujících saze Regal 660 v množství 55 dílů na 100 dílů kaučuku

Vzorek č.	Mooney ML(1+4) při 100 °C	Tvrdość	E100 [MPa]	E300 [MPa]	Tah [MPa]	Prodloužení [%]
kontrolní vzorek 177		61,0	1,469	6,495		702
kontrolní vzorek 178	87,6	63,2	1,600	6,502	27,594	694
kontrolní vzorek 179	87,1	64,9	1,965	7,819	27,690	644
kontrolní vzorek 180	85,6	64,0	1,869	8,260	27,980	618
kontrolní vzorek 181	80,1	61,0	1,420	6,516	28,256	661
kontrolní vzorek 182	93,4	59,0	1,324	5,757	27,056	733
kontrolní vzorek 183	89,0	61,0	1,482	6,343	28,504	698
kontrolní vzorek 184	83,4	62,4	1,538	5,867	29,207	694
kontrolní vzorek 185	70,1	60,0	1,227	5,475	25,980	717
kontrolní vzorek 186	69,8	60,3	1,351	6,343	27,932	666
kontrolní vzorek 187	76,7	63,5	1,145	5,971	28,663	720
kontrolní vzorek 188	72,1	62,0	1,317	6,088	28,835	704
kontrolní vzorek 189	54,3	61,2	1,531	7,440	29,235	674
kontrolní vzorek 190	55,7	61,1	1,331	6,495	28,442	692
kontrolní vzorek 191		65,0				
kontrolní vzorek 192	61,1	60,4	1,317	6,219	28,883	710
vzorek podle před- kládaného vynálezu 10	88,1	62,9	1,717	8,288	29,593	634

Vzorek č.	Odpružení	Rychlost růstu trhliny [cm na milion cyklů]	Otěr [g]	tan δ při 0 °C	tan δ při 60 °C
kontrolní vzorek 177	54,6				0,131
kontrolní vzorek 178	55,6	2,34	0,1649	0,194	0,129
kontrolní vzorek 179	53,7	2,78	0,1620	0,200	0,140
kontrolní vzorek 180	52,9	2,98	0,1385	0,220	0,153
kontrolní vzorek 181	51,0	3,41	0,1189	0,267	0,185
kontrolní vzorek 182	49,9	3,11	0,1076	0,270	0,194
kontrolní vzorek 183	50,1	3,15	0,1086	0,264	0,192
kontrolní vzorek 184	48,0	3,11	0,1085	0,284	0,208
kontrolní vzorek 185	47,5	4,59	0,0937	0,306	0,209
kontrolní vzorek 186	48,5	4,06	0,1008	0,295	0,211
kontrolní vzorek 187	47,7	3,53	0,1041	0,297	0,198
kontrolní vzorek 188	47,8	3,79	0,0986	0,285	0,207
kontrolní vzorek 189	47,5	3,71	0,0957	0,305	0,203
kontrolní vzorek 190	46,8	4,14	0,0962	0,300	0,200
kontrolní vzorek 191	47,4				0,226
kontrolní vzorek 192	46,5	4,78	0,0897	0,301	0,226
vzorek podle před- kládaného vynálezu 10	48,2	0,69	0,0942	0,271	0,178

5

Obr. 18 ukazuje kvalitu disperze a MW_{sol} vzorku podle předkládaného vynálezu a kontrolních vzorků obsahujících saze N234. Vybrané vzorky podle předkládaného vynálezu a kontrolní vzorky uvedené v obr. 18 obsahují olej. Data uvedená na obr. 18 jasně ukazují, že kvalita makrodisperze nových elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu obsahuje saze N234 je v širokém rozmezí hodnot MW_{sol} významně lepší ve srovnání s hodnotami dosaženými u kontrolních vzorků. Hodnoty makrodisperze pro elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze N234 uvedené na obr. 18 jsou popsány následujícími rovnicemi:

(17) $D[\%] < 0,3 \%$

15

pokud je $MW_{sol} < 0,35 \times 10^6$; a

(18) $\log(D) < \log(0,3) + 2,8 \times [MW_{sol} - (0,35 \times 10^6)] \times 10^{-6}$ pokud je $0,35 \times 10^6 < MW_{sol} < 1,1 \times 10^6$.

- Žádný z kontrolních vzorků nedosahuje kvality makrodisperze 0,3 % nebo lepší při jakékoliv MW_{sol} , dokonce i po míchání za sucha, které vede k degradaci MW_{sol} pod $0,35 \times 10^6$. Naopak elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze N234 a mající MW_{sol} vyšší než $0,35 \times 10^6$ mají vynikající makrodisperzi, jako je hodnota D[%], která není vyšší než 0,3 % nebo dokonce 0,2 %. Vlastnosti směsí a funkční charakteristiky vzorku č. 14 podle předkládaného vynálezu a různých kontrolních vzorků uvedených na obr. 18, obsahujících saze N234, jsou uvedeny v tabulce 31. Z té je vidět, že vzorek č. 14 podle předkládaného vynálezu má výjimečně vysokou odolnost proti růstu trhliny, což vyplývá z velmi nízké hodnoty rychlosti růstu trhliny, která je pouze 2,08 cm na milion cyklů.

Tabulka 31

- Vlastnosti směsí z přírodního kaučuku obsahujících saze N234 v množství 55 dílů na 100 dílů kaučuku

Vzorek č.	Mooney ML(1+4) při 100 °C	Tvrdost	E100 [MPa]	E300 [MPa]	Tah [MPa]	Prodloužení [%]
kontrolní vzorek 273	94,5		2,661	14,321	25,636	511
kontrolní vzorek 274	121,6		3,199	15,852	27,063	501
kontrolní vzorek 275	121,4		3,889	17,548	27,539	472
kontrolní vzorek 276	132,2		3,523	15,576	27,332	520
kontrolní vzorek 277	79,6		3,227	16,913	26,594	469
kontrolní vzorek 278	96,3		3,661	17,231	26,711	469
kontrolní vzorek 279	108,6		2,799	14,693	26,635	532
kontrolní vzorek 280	120,3		3,282	15,672	26,560	502
kontrolní vzorek 281	76,4		3,833	18,775	27,766	451
kontrolní vzorek 282	89,8		3,813	17,748	26,863	465
kontrolní vzorek 283	93,6		3,489	16,658	26,663	475
kontrolní vzorek 284	106,7		3,627	16,438	26,118	484
kontrolní vzorek 285	73,3		3,647	17,830	26,415	444
kontrolní vzorek 286	79,2		3,661	17,748	26,587	456
kontrolní vzorek 287	77,8		3,751	17,141	26,435	461
kontrolní vzorek 288	82,8		3,344	15,824	26,194	499
vzorek podle před- kládaného vynálezu 14	82,6		3,448	16,824	26,773	531
Vzorek č.	Odpružení	Rychlost růstu trhliny [cm na milion cyklů]	Otěr [g]	tan δ při 0 °C	tan δ při 60 °C	
kontrolní vzorek 273	45,9	2,14	0,0563	0,285	0,183	
kontrolní vzorek 274	47,2	1,84	0,0583	0,274	0,173	
kontrolní vzorek 275	46,1	1,70	0,0538	0,284	0,172	
kontrolní vzorek 276	46,9	1,21	0,0620	0,270	0,173	
kontrolní vzorek 277	47,1	2,22	0,0628	0,305	0,173	
kontrolní vzorek 278	45,8	2,40	0,0634	0,299	0,196	
kontrolní vzorek 279	45,4	2,00	0,0680	0,306	0,198	
kontrolní vzorek 280	44,2	1,81	0,0645	0,298	0,198	
kontrolní vzorek 281	46,3	3,10	0,0598	0,293	0,174	
kontrolní vzorek 282	46,5	2,33	0,0537	0,307	0,182	
kontrolní vzorek 283	46,4	2,41	0,0594	0,309	0,186	
kontrolní vzorek 284	44,2	1,99	0,0579	0,304	0,190	
kontrolní vzorek 285	47,0	2,99	0,0554	0,295	0,178	
kontrolní vzorek 286	45,6	2,85	0,0551	0,294	0,172	
kontrolní vzorek 287	45,4	2,83	0,0569	0,305	0,187	
kontrolní vzorek 288	44,0	2,39	0,0647	0,316	0,198	
vzorek podle před- kládaného vynálezu 14	45,1	2,08	0,0698	0,310	0,198	

Obr. 19 ukazuje kvalitu disperze a MW_{sol} vzorku podle předkládaného vynálezu a kontrolních vzorků obsahujících saze N110 v množství 55 dílů na 100 dílů kaučuku. Data uvedená na obr. 19

jasně ukazují, že kvalita makrodisperze nových elastomerních kompozitů podle předkládaného
vynálezu obsahujících saze N110 je v širokém rozmezí hodnot MW_{sol} významně lepší ve srovná-
ní s hodnotami dosaženými u kontrolních vzorků. Hodnoty makrodisperze pro elastomerní kom-
pozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze N110 uvedené na obr. 19 jsou popsány nás-
ledujícími rovnicemi:

$$(19) D[\%] < 0,5 \%$$

pokud je $MW_{sol} < 0,35 \times 10^6$; a

$$(20) \log(D) < \log(0,5) + 2,5 \times [MW_{sol} - (0,6 \times 10^6)] \times 10^{-6} \text{ pokud je } 0,35 \times 10^6 < MW_{sol} < 1,1 \times 10^6.$$

Žádný z kontrolních vzorků nedosahuje kvality makrodisperze 0,5 % nebo lepší při jakékoliv
 MW_{sol} , dokonce i po míchání za sucha, které vede k degradaci MW_{sol} pod $0,35 \times 10^6$. Naopak
elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze N110 a mající MW_{sol} vyšší
než $0,35 \times 10^6$ mají vynikající makrodisperzi, jak je hodnota $D[\%]$ nižší než 0,2 %.

Obr. 20 ukazuje kvalitu disperze a MW_{sol} vzorku 22 podle předkládaného vynálezu a kontrolních
vzorků obsahujících saze N351 v množství 33 dílů na 100 dílů kaučuku. Data uvedená na obr. 20
jasně ukazují, že kvalita makrodisperze nových elastomerních kompozitů podle předkládaného
vynálezu obsahujících saze N351 je v širokém rozmezí hodnot MW_{sol} významně lepší ve srovná-
nání s hodnotami dosaženými u kontrolních vzorků. Hodnoty makrodisperze pro elastomerní kom-
pozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze N351 uvedené na obr. 20 jsou popsány nás-
ledujícími rovnicemi:

$$(21) D[\%] < 0,3 \%$$

pokud je $MW_{sol} < 0,55 \times 10^6$; a

$$(22) \log(D) < \log(0,3) + 2,0 \times [MW_{sol} - (0,55 \times 10^6)] \times 10^{-6} \text{ pokud je } 0,55 \times 10^6 < MW_{sol} < 1,1 \times 10^6.$$

Žádný z kontrolních vzorků nedosahuje kvality makrodisperze 1,0 % nebo lepší při jakékoliv
 MW_{sol} , dokonce i po míchání za sucha, které vede k degradaci MW_{sol} pod $0,35 \times 10^6$. Naopak
elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze N351 a mající MW_{sol} vyšší
než $0,35 \times 10^6$ mají vynikající makrodisperzi, jako je hodnota $D[\%]$ nižší než 0,2 %.

Obr. 21 ukazuje kvalitu disperze a MW_{sol} vzorku č. 21 podle předkládaného vynálezu a kontrol-
ních vzorků obsahujících saze Sterling® 6740 v množství 55 dílů na 100 dílů kaučuku. Data uve-
dená na obr. 21 jasně ukazují, že kvalita makrodisperze nových elastomerních kompozitů podle
předkládaného vynálezu obsahujících saze Sterling® 6740 je v širokém rozmezí hodnot MW_{sol}
významně lepší ve srovnání s hodnotami dosaženými u kontrolních vzorků. Hodnoty makrodis-
perze pro elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze Sterling® 6740
uvedené na obr. 21 jsou popsány následujícími rovnicemi:

$$(23) D[\%] < 0,1 \%$$

pokud je $MW_{sol} < 0,3 \times 10^6$; a

$$(24) \log(D) < \log(0,1) + 2,0 \times [MW_{sol} - (0,3 \times 10^6)] \times 10^{-6} \text{ pokud je } 0,3 \times 10^6 < MW_{sol} < 1,1 \times 10^6.$$

Žádný z kontrolních vzorků nedosahuje kvality makrodisperze 0,1 % dokonce ani 0,2 % při jakémkoliv MW_{sol} , dokonce i po míchání za sucha, které vede k degradaci MW_{sol} pod $0,3 \times 10^6$. Naopak elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze Sterling® 6740 a mají MW_{sol} vyšší než $0,3 \times 10^6$ mají vynikající makrodisperzi, jako je hodnota $D[\%]$ nižší než 0,2 % a dokonce ještě nižší než 0,1 %. Vlastnosti směsí a funkční charakteristiky vzorku č. 23 podle předkládaného vynálezu a různých kontrolních vzorků uvedených na obr. 21, obsahujících saze Sterling® 6740, jsou uvedeny v tabulce 32. Z té je vidět, že vzorek č. 23 podle podkládaného vynálezu má výjimečně vysokou odolnost proti růstu trhliny, což vyplývá z velmi nízké hodnoty rychlosti růstu trhliny, která je pouze 0,91 cm na milion cyklů. Vzorek podle předkládaného vynálezu je mnohem lepší než odpovídající kontrolní vzorky. Předpokládá se, že je to způsobeno hlavně lepší MW_{sol} v makrodisperzi sazí ve vzorku podle předkládaného vynálezu.

Tabulka 32

Vlastnosti směsí z přírodního kaučuku obsahujících saze Sterling 6740 v množství 55 dílů na 100 dílů kaučuku

Vzorek č.	Mooney ML(1+4) při 100 °C	Tvrdost	E100 [MPa]	E300 [MPa]	Tah [MPa]	Prodloužení [%]
kontrolní vzorek 412	75,50	65,1	3,151	15,914	24,264	451
kontrolní vzorek 413	85,70	66,7	3,234	15,955	25,201	479
kontrolní vzorek 414	92,70	67,7	3,185	15,465	24,912	472
kontrolní vzorek 415	99,60	66,9	3,392	15,583	24,629	477
kontrolní vzorek 416	74,50	65,8	3,592	17,017	24,712	446
kontrolní vzorek 417	78,20	67,1	3,461	16,355	23,753	436
kontrolní vzorek 418	82,00	66,0	3,682	16,672	24,850	453
kontrolní vzorek 419	85,10	67,8	3,723	16,065	24,960	475
kontrolní vzorek 420	66,70	66,0	3,551	16,424	23,912	444
kontrolní vzorek 421	76,30	67,8	3,365	15,927	23,271	440
kontrolní vzorek 422	78,30	68,8	3,783	16,824	24,470	442
kontrolní vzorek 423	82,10	66,5	3,358	15,300	23,802	456
kontrolní vzorek 424	64,80	66,5	3,730	16,879	23,422	425
kontrolní vzorek 425	67,50	66,5	3,613	16,369	23,953	445
kontrolní vzorek 426	70,30	66,9	3,765	16,210	23,626	446
kontrolní vzorek 427	71,00	68,1	3,820	16,134	22,905	435
vzorek podle před- kládaného vynálezu 23	110,50	64,8	3,123	15,452	22,919	443
Vzorek č.	Odpružení	Rychlost růstu trhliny [cm na milion cyklů]	Otěr [g]	$\tan \delta$ při 0 °C	$\tan \delta$ při 60 °C	
kontrolní vzorek 412	59,8	5,04	0,127	0,202	0,107	
kontrolní vzorek 413	60,0	3,53	0,128	0,203	0,108	
kontrolní vzorek 414	59,3	3,96	0,126	0,208	0,114	
kontrolní vzorek 415	58,8	4,56	0,12	0,217	0,118	
kontrolní vzorek 416	60,3	5,57	0,117	0,188	0,094	
kontrolní vzorek 417	60,0	4,67	0,112	0,202	0,104	
kontrolní vzorek 418	59,3	4,23	0,125	0,204	0,105	
kontrolní vzorek 419	57,5	3,22	0,122	0,218	0,117	
kontrolní vzorek 420	60,0	4,23	0,131	0,204	0,099	
kontrolní vzorek 421	58,8	3,84	0,127	0,206	0,105	
kontrolní vzorek 422	59,8	3,98	0,126	0,210	0,106	
kontrolní vzorek 423	56,8	3,85	0,12	0,213	0,117	
kontrolní vzorek 424	58,3	4,54	0,131	0,200	0,104	
kontrolní vzorek 425	58,8	3,66	0,129	0,207	0,100	
kontrolní vzorek 426	58,0	3,07	0,134	0,211	0,110	
kontrolní vzorek 427	56,9	3,25	0,126	0,217	0,115	
vzorek podle před- kládaného vynálezu 23	57,3	0,91	0,1642	0,204	0,124	

Dodatkové příklady:

Vulkanizované vzorky

- 5 Mnoho z popsaných vzorků předsměsí zahrnujících jak vzorky podle předkládaného vynálezu, tak odpovídající kontrolní vzorky, bylo vulkanizováno a testováno. Konkrétně byly vzorky míchány postupem podle stupně II v tabulce 8, při složení podle tabulky 9, čímž vzniklá finální směs. Finální směs pak byla v každém případě vulkanizována standardním postupem při 150 °C ve formě pokud se nedosáhlo prakticky úplné vulkanizace. Funkční charakteristiky vulkanizovaných vzorků byly stanoveny měřením rychlosti růstu trhliny postupem, který již byl v předkládaném vynálezu popsán, tj. za použití rotačního prolamovacího stroje podle ASTM D3629–94. Rotační typ prolamovacího stroje používaný pro měření růstu trhliny je komerčně dostupný a dobře známý. Je popsán například v *Proceeding of the International Rubber Conference*, 1995, (Kobe, Japonsko), článek č. 27A–6 (str. 472–475). Směsi byly testovány při teplotě 100 °C a úhlu ohybu 45°. Obecně je odborníky akceptováno, že rychlost růstu trhliny u takových směsí je ovlivněna molekulovou hmotností přírodního kaučuku a kvalitou disperze sazí tj. hodnotami MW_{sol} a $D[\%]$ daných směsí. Vyšší MW_{sol} a nižší $D[\%]$ odpovídá nižší rychlosti růstu trhliny. Rychlost růstu trhliny a další informace o vzorcích č. 9, č. 10 a č. 16 podle předkládaného vynálezu jsou uvedeny v tabulce 33. Výsledky testů pro odpovídající kontrolní vzorky jsou uvedeny v tabulce 34 a jsou seskupeny podle použitých sazí. Také byly u vzorků č. 24 až č. 32 a u odpovídajících kontrolních vzorků měření $\tan \delta_{max}$ při teplotě 60 °C, přičemž hodnoty pro vzorky podle předkládaného vynálezu jsou uvedeny v tabulce 35. Odpovídající výsledky pro kontrolní vzorky jsou uvedeny v tabulce 36.
- 25 Kontrolní vzorky č. 444 až č. 450 uvedené v tabulce 36 byly vyrobeny podle postupů popsaných pro kontrolní vzorky s kódem M2D1 při použití přírodního kaučuku RSS1. Ve všech případech byly použity saze N234 v množství (v dílech na 100 dílů kaučuku) uvedeném v tabulce 36 spolu s 5 díly oleje na 100 dílů kaučuku.

Tabulka 33

Rychlost růstu trhliny u vzorků podle předkládaného vynálezu

Vzorek podle předkládaného vynálezu č.	Saze/množství olej	MW_{sol} (v tisících)	Rychlost růstu trhliny (v cm na milion cyklů)
9	N326/55/0	656	0,77
10	N660/55/0	678	0,69
16	N234/55/0	500	0,88

Tabulka 34

Rychlost růstu u kontrolních vzorků

Kód	N234 /55 dílů na 100 dílů kaučuku/ 0			Kód	N326/55 dílů na 100 dílů kaučuku/ 0		
	RSSI				RSSI		
	Vzorek č.	MW _{sol} (v tisících)	Rychlost růstu trhliny (v cm na milion cyklů)		Vzorek č.	MW _{sol} (v tisících)	Rychlost růstu trhliny (v cm na milion cyklů)
M1D1	273	585	2,14	M1D1	145	550	2,84
M1D2	274	669	1,84	M1D2	146	636	2,52
M1D3	275	759	1,70	M1D3	147	650	2,03
M1D4	276	896	1,21	M1D4	148	724	1,63
M2D1	277	580	2,22	M2D1	149	517	3,39
M2D2	278	602	2,40	M2D2	150	572	2,77
M2D3	279	631	2,00	M2D3	151	613	2,61
M2D4	280	667	1,81	M2D4	152	696	2,79
M3D1	281	457	3,10	M3D1	153	489	3,12
M3D2	282	476	2,33	M3D2	154	521	3,35
M3D3	283	493	2,41	M3D3	155	504	3,63
M3D4	284	495	1,99	M3D4	156	538	3,55
M4D1	285	372	299	M421	157	415	3,02
M4D2	286	382	2,85	M4D2	158	447	3,81
M4D3	287	381	2,93	M4D3	159	466	3,23
M4D4	288	403	2,39	M4D4	160	469	3,19
Kód	Regal 660/55 dílů na 100 dílů kaučuku/0			Kód	Regal 660/55 dílů na 100 dílů kaučuku/0		
	RSSI				RSSI		
	Vzorek č.	MW _{sol} (v tisících)	Rychlost růstu trhliny (v cm na milion cyklů)		Vzorek č.	MW _{sol} (v tisících)	Rychlost růstu trhliny (v cm na milion cyklů)
M1D1	177	674		M1D1	185	473	4,59
M1D2	178	792	2,34	M1D2	186	506	4,06
M1D3	179	891	2,78	M1D3	187	562	3,53
M1D4	180	676	2,98	M1D4	188	559	3,79
M2D1	181	598	3,41	M2D1	189	401	3,71
M2D2	182	602	3,11	M2D2	190	425	4,14
M2D3	183	697	3,15	M2D3	191	466	
M2D4	184	659	3,11	M2D4	192	449	4,78

5

Tabulka 35

Tan δ při 60 °C u vzorků podle předkládaného vynálezu

10

Vzorek podle předkládaného vynálezu č.	N234/množství/olej (v dílech na 100 dílů kaučuku)	MW _{sol} (v tisících)	Max. tan α při 60 °C
24	48/5	569	0,169
25	53/5	485	0,176
26	58/5	447	0,191
27	63/5	403	0,219
28	68/5	378	0,227
29	49/5	618	0,159
30	54/5	482	0,171
31	63/5	390	0,228
32	65/5	325	0,224

Tabulka 36

Tan δ při 60 °C u kontrolních vzorků

Vzorek č.	MW (v tisících)	D [%]	N234/množství/olej (v dílech na 100 dílů kaučuku)	Max tan δ (při 60 °C)
444	428	0,25	37/5	0,154
445	409	0,37	42/5	0,170
446	379	0,42	46/5	0,179
447	361	0,58	51/5	0,195
448	366	0,27	53/5	0,212
449	290	0,39	58/5	0,215
450	296	0,64	63/5	0,245

5

Jak je vidě ze srovnání tabulek 33 a 34, dosáhlo se u vzorků podle předkládaného vynálezu výhodného snížení rychlosti růstu trhliny oproti kontrolním vzorkům. Nižší rychlost růstu trhliny odpovídá dobré trvanlivosti a příbuzným vlastnostem pro různá použití, která zahrnují výrobu pneumatik a podobně. Kromě toho je ze srovnání tabulek 35 a 36 vidě, že se dosahuje u vzorků podle předkládaného vynálezu lepších hodnot tan $\delta_{\max}$, tj. hodnoty jsou nižší než hodnoty pro kontrolní vzorky. Proto se u vzorků podle předkládaného vynálezu dosahuje zlepšených vlastností pro mnoho použití, včetně výroby pneumatik a podobně, které vyžadují nízkou hysterezi při odpovídajícím nízkém valivém odporu.

10

Příkladem výhodných funkčních charakteristik elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu je rychlost růstu trhliny vzorku č. 16 podle předkládaného vynálezu, který obsahuje saze N234, a odpovídající výsledky testů pro kontrolní vzorky č. 273 až č. 288, které jsou graficky uvedeny na obr. 22. Konkrétně obr. 22 jasně ukazuje vztah mezi NW_{sol} a rychlostí růstu trhliny u kontrolních vzorků, stejně jako kladný vztah vynikající makrodisperze elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu. Je třeba chápat, že hodnoty MW_{sol} uvedené na obr. 22 až obr. 24 a v tabulkách 33 až 36 jsou hodnoty pro materiál předsměsi před vulkanizací. Molekulová hmotnost vulkanizovaného materiálu je v jasném vztahu s hodnotou MW_{sol} nevulkanizované předsměsi. Rychlost růstu trhliny u kontrolních vzorků v rozsahu MW_{sol} 0,25 x 10⁶ až 0,6 x 10⁶ dobře odpovídá lineární korelaci s MW_{sol} . Naopak, vzorek č. 16 podle předkládaného vynálezu má při MW_{sol} 0,5 x 10⁶ znatelně lepší (tj. nižší) rychlost růstu trhliny ve srovnání s odpovídajícími kontrolními vzorky, díky lepší makrodisperzi D[%] u vzorku podle předkládaného vynálezu. To je dále potvrzeno podobným zjištěním v obr. 23, kde je rychlost růstu trhliny u vzorku č. 9 podle předkládaného vynálezu, který obsahuje saze N326, znatelně nižší než u kteréhokoliv z kontrolních vzorků č. 145 až č. 160 a je značně nižší než korelační linie. Podobně v obr. 24 vede vynikající makrodisperze vzorku č. 10 podle předkládaného vynálezu opět k hodnotě růstu trhliny, která leží daleko pod korelační linií mezi rychlostí růstu trhliny a MW_{sol} vytvořenou z odpovídajících kontrolních vzorků č. 177 až č. 192. V obr. 25 je graficky vyobrazeno, že max tan δ při 60 °C je lepší, tj. nižší, pro vzorky č. 24 až č. 28 a vzorky č. 29 až č. 32 podle předkládaného vynálezu než pro odpovídající kontrolní vzorky č. 444 až č. 450.

35

Vynikající výsledky elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu při růstu trhliny, neukazují pouze vynikající únavové vlastnosti, ale také na vynikající lomové vlastnosti, jako je odolnost proti roztržení, proříznutí a odříznutí. Vynikající hysterezní výsledky pro elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu neukazují pouze na výhodně nízký valivý odpor (a odpovídající lepší spotřebu paliva) u pneumatik motorových vozidel, ale také na výhodná zlepšení související charakteristik, jako je snížení zahřívání. Jedna nebo i více z těchto vynikajících vlastností, únavové vlastnosti, lomové vlastnosti, nízká hystereze, nízké zahřívání, atd. způsobují, že jsou elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu velmi vhodné pro použití v komerčních aplikacích jako je výroba pneumatik a průmyslových výrobků z gumy. Co se týče použití do pneumatik, jsou různá preferovaná provedení předkládaného vynálezu zejména

45

vhodná pro použití na běhoun pneumatiky, a to zejména na do radiálních a diagonálních pneumatik pro nákladní vozy, na terénní pneumatiky, letecké pneumatiky a podobně, bočnice, gumu na nárazníky protektorovaných pneumatik a podobná použití na pneumatiky. Vynikající funkční charakteristiky, kterých se dosahuje v různých preferovaných provedeních předkládaného vynálezu zlepši životnost pneumatiky, životnost vzorku a pláště, zlepši spotřebu paliva u motorových vozidel a mají i další výhody. Co se týče průmyslových výrobků z gumy, různá preferovaná provedení předkládaného vynálezu jsou zejména vhodná pro použití jako uložení motorů, hydraulické uložení, mostní ložiska a seismické izolátory, cisterny, hnací řemeny a podobné aplikace. Vynikající funkční charakteristiky, kterých se dosahuje v různých preferovaných provedeních předkládaného vynálezu zlepši únavovou životnost, trvanlivost a další vlastnosti při použití do uvedených produktů.

Obr. 26 až obr. 29 jsou grafická vyjádření morfologie sazí, strukturovanosti (DBPA) a specifického povrchu (CTAB), což obecně odpovídá obr. 8. Oblast 261 morfologie sazí v obr. 26 zahrnuje saze, které se v současnosti komerčně používají na běhouny terénních pneumatik. Šipka 262 ukazuje směr, ve kterém lze oblast 261 s výhodou rozšířit podle předkládaného vynálezu. Funkční charakteristiky jako jsou odolnost proti proříznutí, odolnost proti růstu trhlin a odolnost proti roztržení se obecně zlepšují ve směru šipky 262, nicméně v minulosti by bylo toto zlepšení vykoupeno zhoršením vlastností způsobeným sníženou molekulovou hmotností přírodního kaučuku a/nebo horší makrodisperzí, což je výsledkem použití sazí o větší specifické ploše, ale nižší strukturovanosti. Pro elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu lze použít takové saze o nižší strukturovanosti a větším specifickém povrchu jak naznačuje šipka 262, čímž se dosáhne znatelného zlepšení materiálů na terénní pneumatiky díky vynikající makrodisperzi a MW_{sol} .

Podobně oblast morfologie sazí 271 na obr. 27 zahrnuje saze, které se v současnosti komerčně používají na běhouny pneumatik pro nákladní auta a autobusy. Šipka 272 ukazuje směr, ve kterém lze oblast 271 s výhodou rozšířit podle předkládaného vynálezu. Funkční charakteristiky jako je odolnost proti opotřebení se obecně zlepšují ve směru šipky 272, nicméně v minulosti by bylo toto zlepšení vykoupeno zhoršením vlastností způsobených sníženou molekulovou hmotností přírodního kaučuku a/nebo horší makrodisperzí, což je výsledkem použití sazí o větší specifické ploše. Pro elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu lze použít takové saze o větším specifickém povrchu jak naznačuje šipka 272, čímž se dosáhne znatelného zlepšení materiálů na pneumatiky pro nákladní auta a autobusy díky vynikající makrodisperzi a MW_{sol} .

Podobně oblast morfologie sazí 281 a 283 na obr. 28 zahrnují saze, které se v současnosti komerčně používají na protektory a běhouny pneumatik pro osobní auta. Šipky 281 a 284 ukazují směr, ve kterém lze oblast 281 a 283 s výhodou rozšířit podle předkládaného vynálezu. Funkční charakteristiky jako je zahřívání a valivý odpor se obecně zlepšují ve směru šipky 282, nicméně v minulosti by bylo toto zlepšení vykoupeno zhoršením vlastností způsobeným sníženou molekulovou hmotností přírodního kaučuku a/nebo horší makrodisperzí, což je výsledkem použití sazí o větší specifické ploše a nižší strukturovanosti. Podobně se funkční charakteristiky jako je valivý odpor pneumatik pro osobní auta obecně zlepšují ve směru šipky 284, nicméně v minulosti by bylo toto zlepšení vykoupeno zhoršením vlastností způsobených sníženou molekulovou hmotností přírodního kaučuku a/nebo horší makrodisperzí, což je výsledkem použití sazí o větší specifické ploše a nižší strukturovanosti. Pro elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu lze použít takové saze o větším specifickém povrchu jak naznačují šipky 282 a 284, čímž se dosáhne znatelného zlepšení materiálů na protektory a pneumatiky pro osobní auta díky vynikající makrodisperzi a případně i zachování vysoké molekulové hmotnosti takových elastomerních kompozitů.

Podobně oblasti morfologie sazí 291, 293 a 294 na obr. 29 zahrnují saze, které se v současnosti komerčně používají na bočnice, vrcholy a ocelové pásy pneumatik. Šipky 292 až 295 ukazují směr, ve kterém lze oblasti 291 a 294 s výhodou rozšířit podle předkládaného vynálezu. Funkční charakteristiky jako je zahřívání a únavová životnost se u bočnice zlepšují ve směru šipky 292,

nicméně v minulosti by bylo toto zlepšení vykoupeno zhoršením vlastností způsobeným sníženou molekulovou hmotností přírodního kaučuku a/nebo horší makrodisperzí, což je výsledkem použití sazí o nižší strukturovanosti. Podobně se funkční charakteristiky jako je zahřívání, zpracovatelnost a přilnavost elastomerních materiálů na ocelové pásy zlepšují ve směru šípky 295, nicméně

5 v minulosti by bylo toto zlepšení vykoupeno zhoršením vlastností způsobeným sníženou molekulovou hmotností přírodního kaučuku a/nebo horší makrodisperzí, což je výsledkem použití sazí o větší specifické ploše a nižší strukturovanosti. Pro elastomerní kompozice podle předkládaného vynálezu lze použít takové saze o větším specifickém povrchu a/nebo nižší strukturovanosti jak naznačují šípky 292 a 295, čímž se dosáhne znatelného zlepšení materiálů na bočnice a kaučuku

10 na ocelové pásy díky vynikající makrodisperzi a případně i zachování vysoké molekulové hmotnosti takových elastomerních kompozitů.

Dodatky příklady:

15 Preferované provedení a kontrolní vzorky obsahující jiná plnidla

Jako dodatky příklady elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu byla připravena některá preferovaná provedení předkládaného vynálezu a odpovídající kontrolní příklady. Kde preferovaná provedení předkládaného vynálezu zahrnují polyfázové agregátové plnidlo tohoto

20 typu, který se označuje jako křemíkem upravené saze.

Konkrétně příklady č. 33 a č. 34 podle předkládaného vynálezu využívají křemíkem upravené saze Ecoblack[®], které jsou komerčně dostupné od firmy Cabot Corporation (Billerica, Massachusetts). Toto plnidlo Ecoblack[®] má morfologické vlastnosti, tj. strukturu a povrch, podobné sazím N234. Vzorek č. 33 obsahuje 45 dílů plnidla Ecoblack[®] na 100 dílů kaučuku a žádný nastavovací olej. V tabulce 37 jsou uvedeny typická použití plnidel a nastavovacích olejů pro různá použití

25 výsledných produktů do elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu obsahujících přírodní kaučuk a směs plnidel ze sazí a křemíku. Je třeba chápat, že použití oxidu křemičitého jako plnidla do prostředků uvedených v tabulce 37 vede typicky k náhradě určitého množství

30 plnidla ze sazí.

Tabulka 37

Typické prostředky z přírodního kaučuku určené pro použití na pneumatiky

Použití	Typ sazí	Množství sazí (díly na 100 dílů kaučuku)	Množství oleje (díly na 100 dílů kaučuku)	Množství oxidu křemičitého (díly na 100 dílů kaučuku)
Běhouny nákladních aut a autobusů	N110, N115, N121, N134, N220, N299	40 až 60	0 až 20	0 až 10
Terénní pneumatiky	N110, N115, N220, N 231	45 až 55	5 až 10	5 až 20
Ocelové pásy	N326	50 až 75	0 až 5	0 až 20
Profily pro nákladní auta a autobusy	N330, N550	40 až 60	0 až 20	
Vložka kostry	N326, N330, N550	40 až 60	5 až 30	
Bočnice	N330, N351, N550	30 až 60	5 až 30	
Vrchol	N326, N330, N351	50 až 90	0 až 20	
Běhouny pro osobní auta	N234, N299, N339, N343, N347, N351	40 až 60	0 až 30	

- Druhá skupina vzorků využívá směs oxidu křemičitého a sazí. V provedení podle předkládaného vynálezu se používá směs plnidel ze sazí a oxidu křemičitého, kde je obecně preferováno jejich použití v hmotnostním poměru přinejmenším 60 : 40. Tj. saze s výhodou tvoří přinejmen-
- 5 ším 60 % hmotnostních plnidla, aby se dosáhlo dobré koagulace s elastomerem a snížila se nebo úplně odstranila reaglomerace oxidu křemičitého v předsměsi. Konkrétně v příkladech č. 35 až č. 38, které jsou uvedeny v tabulce 40 jsou použity saze spolu s částicemi plnidla SiO_2 HiSil® 233 dostupného od firmy PPG Industries (Pittsburgh, Pennsylvania, USA), které má povrch BET $150 \text{ m}^2/\text{g}$, povrch DBPA 190 cm^3 na 100 g, pH 7 a základní velikost částí 19 nm.
- 10 Všechny vzorky podle předkládaného vynálezu, tj. dodatkové vzorky podle předkládaného vynálezu č. 33 až č. 38, byly připraveny postupem a na zařízení použitým pro přípravu vzorků č. 1 až č. 32 podle předkládaného vynálezu. Podrobnosti o výrobě a zařízení pro každý jednotlivý vzorek č. 33 až č. 38 podle předkládaného vynálezu jsou uvedeny v tabulce 38. Běžný latex nebo jeho
- 15 koncentrát použitý do vzorků č. 33 až č. 38 je stejný jako je uveden v tabulce 24. Údaje v tabulce 38 se shodují s údaji v tabulce 25 pro vzorky č. 1 až č. 32 podle předkládaného vynález. Plnidlo ve formě sazí „CRX2000“ uvedené v tabulce 38 jsou křemíkem upravené saze Exoblack® které již byly v předkládaném vynálezu popsány.

Tabulka 38 – Podrobnosti výroby vzorků podle předkládaného výsledku

Vzorek podle předkládaného výsledku č.	Cabořiv elastomerní kompozit						Špička šterbiny pro suspenzi		Koncentrace sazi v suspenzi [% hmotnosti]	
	Typ latexu	Saze	Množství v dílech na 100 dílů kaučuku		HISIL na 100 dílů kaučuku	Množství v dílech na 100 dílů kaučuku	Průměr [mm]	Délka [mm]		
			Množství v dílech na 100 dílů kaučuku	Typ						
33	běžný latex	CRX2000	46	0	0	0	0,508	12,7	14,5	
34	běžný latex	CRX2000	58	0	0	0	0,508	12,7	14,5	
35	běžný latex	N220	43	10	5	5	0,635	12,7	13,9	
36	běžný latex	N234	41	9	0	0	0,508	12,7	13,5	
37	běžný latex	N234	31	20	0	0	0,508	12,7	14,0	
38	latexový konc.	Sterling 6740	29	20	0	0	0,508	12,7	15,5	
Koagulační zóna										
Vzorek podle předkládaného výsledku č.	První část		Druhá část		Třetí část		Čtvrtá část			
	Průměr [mm]	Délka [mm]	Průměr [mm]	Délka [mm]	Průměr [mm]	Délka [mm]	Průměr [mm]	Délka [mm]		
	4,826	76,2	6,858	40,64	9,652	58,42	13,462	81,28		
33	4,826	76,2	6,858	40,64	9,652	58,42	13,462	81,28		
34	4,826	76,2	6,858	40,64	9,652	58,42	13,462	81,28		
35	4,826	76,2	6,858	40,64	9,652	58,42	13,462	81,28		
36	4,826	76,2	6,858	40,64	9,652	58,42	13,462	81,28		
37	4,826	76,2	6,858	40,64	9,652	58,42	13,462	81,28		
38	4,826	76,2	6,858	40,64	9,652	58,42	13,462	81,28		
Vzorek podle předkládaného výsledku č.	Mísící zóna									
	Průtok suspenze [kg/min]	Rychlost suspenze [m/s]	Antioxidant		Průtok latexu [kg/min]	Rychlost latexu [m/s]	Vstupní tlak [kPa]	Výstupní tlak [MPa]	Mikrofluidizátor	
			TNPP v dílech na 100 dílů kaučuku	100 dílů kaučuku						
33	2,855	216,408	0,3	0,4	běžný	2,256	73,777	117,215		
34	2,855	216,408	0,3	0,4	běžný	1,768	43,439	117,215		
35	2,395	115,824	0,3	0,4	běžný	1,494	48,955	99,978		
36	2,302	175,565	0,3	0,4	běžný	1,311	42,749	68,95		
37	2,118	167,64	0,3	0,4	běžný	1,250	40,681	65,503		
38	2,348	176,784	0,3	0,4	koncentrát	0,671	22,064	62,055		
Vzorek podle předkládaného výsledku č.	Tlak na špičce šterbiny pro suspenzi [MPa]		Odvodnění		Sušení a chlazení		Rychlost výroby			
			Výchozí vlhkost díru [% hmotnosti]	Konečná vlhkost díru [% hmotnosti]	Teplota produktu [°C]	Vlhkost produktu [% hmotnosti]				
			77,5	>8,0	223,89	0,2				
33	--	--	78,0	1,6	243,33	0,3			T-block	
34	--	--	77,9	>4,0	182,22	0,4			T-block	
35	11,377		79,2	1,0	246,11	0,5			T-block	
36	20,685		78,9	12,3	223,86	0,4			T-block	
37	20,202		69,7	4,2	235	0,2			T-block	
38	17,927									

- Kontrolní vzorky 451 až 498 byly připraveny postupem a na zařízení popsaném v předkládaném vynálezu pro kontrolní vzorky č. 1 až č. 450. Postup zpracování (viz tabulka 13), množství plnidla, kaučuk, MW_{sol} a makrodisperze pro předsměsi 451 až 466 jsou uvedeny v tabulce 39.
- Postup zpracování, množství plnidla, kaučuk, MW_{sol} a makrodisperze pro vzorky podle předkládaného vynálezu č. 33 až č. 38 (spolu s množstvím plnidla a oleje) jsou uvedeny v tabulce 40.
- Z tabulky 39 je zřejmé, že kontrolní vzorky 451 až 466 odpovídají svým složením vzorkům č. 33 až č. 34 podle předkládaného vynálezu. Podobně kontrolní vzorky č. 467 až 498 odpovídají svým složením vzorkům č. 35 až č. 38 podle předkládaného vynálezu.

10

Tabulka 39

Kód	CRX 2000/44/0			CRX 2000/58/0		
	RSS1			RSS1		
	Vzorek č.	MW_{sol}	D[%]	Vzorek č.	MW_{sol} (tisících)	D [%]
M2		909			909	
M3		590			590	
M2D1	451	461	3,48	459	333	8,61
M2D2	452	474	3,68	460	392	5,71
M2D3	453	489	7,17	461	388	9,48
M2D4	454	515	6,28	462	394	8,05
M3D1	455	393	2,89	463	280	2,23
M3D2	456	422	2,87	464	298	2,13
M3D3	457	435	4,15	465	350	4,05
M3D4	458	449	3,23	466	379	7,22

15

Tabulka 40

Molekulová hmotnost solu a nedispergovaná plocha vzorků podle předkládaného vynálezu

Vzorek podle předkládaného vynálezu č.	Saze/množství/olej	MW_{sol} (v tisících)	D [%]
33	CRX 2000/44/0	380	0,18
34	CRX 2000/58/0	448	0,10
35	N220/Hilsin 233/43/10/5	500	0,14
36	N220/Hilsin 233/43/10/5	490	0,36
37	N220/Hilsin 233/43/10/5	399	0,23
38	Sterling 470/Hilsin 233/30/20/0	354	0,39

20

Tabulka 41

Kód	N220 / Hilsil 233 / 43 / 10 / 5			N234 / Hilsil 233 / 40 / 10 / 0		
	RSS1			RSS1		
	Vzorek č.	MW _{sol} (v tisících)	D[%]	Vzorek č.	MW _{sol} (v tisících)	D[%]
M2		803			909	
M3		601			590	
M2D1	467	493	1,51	475	443	8,74
M2D2	468	537	2,61	476	517	10,9
M2D3	469	523	2,82	477	569	12,5
M2D4	470	615	2,95	478	592	8,25
M3D1	471	417	0,95	479	358	6,65
M3D2	472	438	1,40	480	420	13,8
M3D3	473	433	2,15	481	516	13,9
M3D4	474	485	2,22	482	447	7,25
Kód	N234 / Hilsil 233 / 30 / 20 / 0			Sterling 6740 / Hilsil 233 / 30 / 20 / 0		
	RSS1			RSS1		
	Vzorek č.	MW _{sol} (v tisících)	D[%]	Vzorek č.	MW _{sol} (v tisících)	D[%]
M2		909			909	
M3		590			590	
M2D1	483	349	4,37	491	430	3,77
M2D2	484	507	5,66	492	488	4,39
M2D3	485	525	4,7	493	517	5,37
M2D4	486	568	5,94	494	563	4,65
M3D1	487	377	8,39	495	375	3,5
M3D2	488	363	4,49	496	380	2,73
M3D3	489	376	5,07	497	419	2,72
M3D4	490	432	5,26	498	448	3,29

Vynikající disperze sazí v předsměsích vzorků 33 až 38 podle předkládaného vynálezu je demonstrována porovnáním kvality makrodisperze a hodnot MW_{sol} uvedených v tabulkách 39 až 41. Vzorky č. 33 a č. 34 podle předkládaného vynálezu vyrobené ze sazí upravených křemíkem Ecoblack® a odpovídající kontrolní vzorky jsou porovnány v semilogaritmickém vyjádření na obr. 30. Z obr. 30 je vidět vynikající disperze u vzorků podle předkládaného vynálezu, které představují preferovaná provedení elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu. Vzorky podle předkládaného vynálezu jsou na obr. 30 s výhodou pod linií 301, zatímco všechny kontrolní vzorky mají horší disperzi a jsou nad linií 301. Ve skutečnosti preferovaná provedení uvedená na obr. 30 všechna spadají pod hodnotu D[%] nižší než 0,2 % dokonce i když jejich hodnota MW_{sol} představuje $0,4 \times 10^6$. Data uvedená na obr. 30 tak jasně ukazují, že kvalita makrodisperze nových elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu obsahujících saze upravené křemíkem je významně lepší ve srovnání s hodnotami dosažitelnými při použití srovnatelných složek, ale pomocí dosud známých způsobů míchání za sucha. Hodnoty makrodisperze pro elas-

tomerní kompozity podle předkládaného vynálezu uvedené na obr. 30 jsou popsány následujícími rovnicemi:

$$(25) D[\%] < 1,0 \%$$

pokud je MW_{sol} nižší než $0,4 \times 10^6$; a

$$(26) \log(D) < \log(1,0) + 2,0 \times [MW_{sol} - (0,4 \times 10^6)] \times 10^{-6} \text{ pokud je } 0,4 \times 10^6 < MW_{sol} < 1,1 \times 10^6.$$

Z uvedených skutečností plyne, že $D[\%]$ jsou procenta nedispergované plochy měřená jako poruchy větší než 10 mikrometrů a 1 % je hranice kvality makrodisperze pro předsměsi z preferovaných provedení podle předkládaného vynálezu. To znamená, že žádná z předsměsí hnětených za sucha nedosahuje kvality makrodisperze 1,0 % nebo lepší při jakékoliv MW_{sol} , dokonce i po míchání, které vede k degradaci MW_{sol} pod $0,4 \times 10^6$. Preferovaná provedení uvedená v obr. 30 spadají pod preferovaný limit makrodisperze. V tomto ohledu je třeba poznamenat, že elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze upravené křemíkem poskytují do této doby nedosažitelnou rovnováhu mezi kvalitou makrodisperze a MW_{sol} .

Vzorky č. 35 až č. 38 podle předkládaného vynálezu obsahující saze smíchané s oxidem křemičitým jako plnidlem a odpovídající kontrolní vzorky jsou porovnány v semilogaritmickém vyjádření na obr. 31. Obr. 31 ukazuje hodnoty makrodisperze v MW_{sol} vzorků č. 35 až č. 38 podle předkládaného vynálezu a odpovídajících kontrolních vzorků č. 467 až č. 498. Z obr. 31 jsou vidět vynikající hodnoty disperze sazí u vzorků podle předkládaného vynálezu, které představují preferovaná provedení elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu. Vzorky podle předkládaného vynálezu jsou na obr. 31 s výhodou podle linií 311, zatímco všechny kontrolní vzorky mají horší disperzi a jsou nad linií 311. Ve skutečnosti preferovaná provedení uvedená na obr. 31 všechna spadají pod hodnotu $D[\%]$ nižší než 0,4 %. Data uvedená na obr. 31 tak jasně ukazují, že kvalita makrodisperze nových elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu obsahujících směsi sazí s oxidem křemičitým je v širokém rozsahu MW_{sol} významně lepší ve srovnání s hodnotami dosažitelnými při použití srovnatelných složek, ale pomocí dosud známých způsobů míchání za sucha. Hodnoty makrodisperze pro elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu uvedené na obr. 31 jsou popsány následujícími rovnicemi:

$$(27) D[\%] < 0,8 \%$$

pokud je MW_{sol} nižší než $0,5 \times 10^6$; a

$$(28) \log(D) < \log(0,8) + 2,2 \times [W_{sol} - (0,5 \times 10^6)] \times 10^{-6} \text{ pokud je } 0,5 \times 10^6 < MW_{sol} < 1,1 \times 10^6.$$

Z uvedených skutečností plyne, že $D[\%]$ jsou procenta nedispergované plochy měřená jako poruchy větší než 10 mikrometrů a 0,8 % je hranice kvality makrodisperze pro předsměsi z preferovaných provedení podle předkládaného vynálezu. To znamená, že žádná z předsměsí hnětených za sucha nedosahuje kvality makrodisperze 0,8 % nebo lepší při jakékoliv MW_{sol} , dokonce i po míchání, které vede k degradaci MW_{sol} pod $0,4 \times 10^6$. Preferovaná provedení uvedená v obr. 31 spadají pod preferovaný limit makrodisperze 0,8 % a dokonce i pod 0,4 %. V tomto ohledu je třeba poznamenat, že elastomerní kompozity podle předkládaného vynálezu obsahující saze upravené křemíkem poskytují do této doby nedosažitelnou rovnováhu mezi kvalitou makrodisperze a MW_{sol} .

Dodatkové příklady

Elastomerní předsměs byla vyrobena podle předkládaného vynálezu a porovnána s odpovídajícími směsmi vyrobenými v do současné doby známými technikami suchého/suchého míchání. Směsi elastomerních kompozitů byly vyrobeny se vzorky elastomerních kompozitů, které se dále označují jako „CEC“ nebo „CEC předsměs“.

CEC předsměsi byly vyrobeny z přírodního kaučukového běžného latexu a sazí Vulcan 7H (saze ASTM N234) následujícím způsobem:

Příprava elastomerního kompozitu (krok míchání za vlhka)

Elastomerní předsměs byla vyrobena podle předkládaného vynálezu. Konkrétně byla vyrobena elastomerní předsměs obsahující standardní přírodní kaučukový běžný latex z Malajsie se 71 dílem plnidla, které sestává ze sazí komerčního typu N234 dostupných od firmy Cabot Corporation, na 100 dílů kaučuku. Složení prostředku (s výjimkou minoritních aditiv do latexu) je uvedeno v tabulce 7A.

Tabulka 7A

Přípravek předsměsi

Složka	Díly hmotnostní
Kaučuk	100
Saze	71
Santoflex 134 (antioxidant)	0,4
TNPP (antioxidant)	0,3
Celkem	171,7

Zařízení pro výrobu elastomerních předsměsí bylo stejné jako zařízení popsané výše podle obrázků 1, 3 a 7. Špička štěrby pro suspenzi (viz odkaz č. 167 v obr. 7) měla průměr 0,457 mm s prostorem (viz odkaz č. 168 v obr. 7) axiální délky 5,08 mm. Koagulační zóna (viz č. 53 v obr. 3) zahrnovala první část o průměru 4,775 mm a axiální délce 25,019 mm (která je částečně v mísicí hlavě a částečně v prodloužené části, která je k ní připojena); druhou část o průměru 6,756 mm a axiální délce 40,64 mm; třetí část o průměru 9,55 mm a axiální délce 57,302 mm a čtvrtou část o průměru 13,513 mm a axiální délce 81,026 mm. Mezi těmito částmi jsou krátké hladké axiální spoje. Příprava předsměsi je podrobněji popsána dále:

1. Příprava suspenze sazí.

Nelisované balíky byly smíchány s deionizovanou vodou v zásobníku na suspenzi sazí vybaveném míchadlem. Míchadlo rozruší pelety na fragmenty a vznikne surová suspenze o obsahu 15,1 % hmotnostních sazí. Surová suspenze byla recyklována do potrubního rozmělnovače. Surová suspenze byla recyklována do potrubního rozmělnovače. Během výroby se tato suspenze nepřetržitě čerpá vzduchovým diafragmovým čerpadlem do koloidního mlýna, kde dochází k úvodní disperzi. Suspenze pak byla čerpadlem s pohyblivou kavitou vedena do homogenizátoru, konkrétně Microfluidizer Model M210 firmy Microfluidics International Corporation, ve kterém dochází ke stlačování a smýkání, čímž vzniká jemná suspenze. Rychlost toku suspenze z mikrofluidizátoru do mísicí zóny byla nastavena pomocí rychlosti mikrofluidizátoru, kdy mikrofluidizátor působí jako vysokotlaké vytěšňovací čerpadlo. Rychlost toku suspenze byla sledována pomocí hmotnostního průtokoměru Micromotion®. Suspenze sazí byla dodávána do mikrofluidizátoru pod tlakem 1,72375 MPa a tlak na výstupu byl 51,7125 MPa směrem do sběrné nádrže

nastavené na výstupní tlak 8,274 MPa tak, že suspenze byla vstřikována do mísicí zóny průtokem 1,633 kg za minutu a rychlostí 152,4 m za sekundu.

2. Přívod latexu.

5

Latex byl vložen do nádrže, konkrétně do plnicího bubnu o objemu 208,18 l. Před plněním byla do latexu přidána emulze antioxidantu. Přidané antioxidanty sestávaly z 0,3 dílu na 100 dílů kaučuku tris(nonylfenyl)fosfitu (TNPP) a 0,4 dílu na 100 dílů kaučuku Santoplex® 134 (směs alkyl-aryl p-fenylendiaminů). Každý z antioxidantů byl připraven jako emulze 40 % hmotnostních pomocí 4 dílů olejanu draselného na 100 dílů antioxidantu s tím, že výsledné pH emulze bylo pomocí hydroxidu draselného upraveno na hodnotu 10. Pro posud kaučuku ze zásobní nádrže do mísicí zóny koagulačního reaktoru bylo použito peristaltické čerpadlo. Průtok latexu byl 1,45 kg za minutu až 1,50 kg za minutu a rychlost 1,463 za sekundu, což bylo automaticky měřeno a ovládáno pomocí hmotnostního průtokoměru Endress + Hauser (Greenwood, Indiana, USA). Požadované množství sazí 55 dílu na 100 dílů kaučuku bylo získáno udržováním vhodného poměru průtoku latexu ku průtoku sazí.

15

3. Smíchání sazí a latexu.

Saze a latex byly smíchány strháváním latexu do suspenze sazí. Během strhávání byly saze těsně vmíchány do latexu a vzniklá směs koagulována. Z koagulačního reaktoru vystupovali měkkí, velmi houbovití „hádci“ koagula.

20

4. Odvodnění.

25

Vlhká drť vystupující z koagulačního reaktoru obsahovala 80 % hmotnostních vody. Vlhká drť byla odvodněna na obsah 11 % hmotnostních až 13 % hmotnostních vody pomocí odvodňovacího vytlačovacího lisu (French Oil Mill Machinery Company; průměr 8,89 cm). Ve vytlačovacím lisu byla drť stlačena a voda z ní byla vymačkána pomocí žlábkovaného válce vytlačovacího lisu.

30

5. Sušení a chlazení.

Odvodněná drť byla převedena do druhého vytlačovacího lisu, kde byla opět stlačena a zahřáta. Voda byla z drti odvětrána přes desku formy vytlačovacího lisu. Produkt vychází s teplotou 138 °C až 154 °C a obsahem vlhkosti 3,0 % hmotnostních až 4,0 % hmotnostních. Horká, suchá drť byla rychle ochlazená (během 20 sekund) na 38 °C pomocí vibračního dopravníku s nuceným větráním. Částečně vlhká drť byla úplně vysušena na méně než 0,5 % hmotnostních v konvekto-rové peci s nucením větráním (Aeroglide, Raleigh, North Carolina) při teplotě 93,33 °C až 115,56 °C.

35

40

Krok míchání za sucha

V následujících příkladech byly oba kroky „míchání za sucha“ ve způsobu suchého/suchého míchání použité za účelem porovnání a kontroly a krok „míchání za sucha“ ve způsobu vlhkého/suchého míchání podle předkládaného vynálezu provedeny v hnětači s protiběžnými rameny Farrell BR.

45

V následujících postupech v příkladech se odkaz na „přírodní kaučukovou předsměs“ týká produktu z prvního stupně míchání za sucha. Pojem hnětený přírodní kaučuk označuje produkt „hnětení přírodního kaučuku“, které je uvedeno dále. Zkratka NR označuje přírodní kaučuk. Zkratka CB označuje saze. Ve všech případech jsou saze typu N24. Úplný výčet složek pro kroky míchání za sucha a za vlhka je uveden v následující tabulce.

50

Z následujících příkladů je možno vidět, že u směsí elastomerních kompozitů podle předkládaného vynálezu bylo dosaženo vynikajících vlastností.

Složení

5

Složky		díly na 100 dílů kaučuku
Kaučuk	(hnětení RSS1 + Taktene 220 nebo CEC NR + Taktene 220 nebo CEC NR + hnětené RSS1 nebo hnětené RSS1)	100,0
Saze	(V7H)	50,0
Olej	(Sundex 790)	5,0
Antioxidant 1	(Santoflex 134)	0,4
Antioxidant 2	(TNPP)	0,3
Oxid zinečnatý	(Azo 66)	4,0
Kyselina stearová	(Hystrene 5016)	2,0
Urychlovač	(Santocure NS)	1,8
Síra		1,0
Celkem		164,5

Postupy míchání CEC směsí přírodního a butadienového kaučuku a suchých směsí přírodního a butadienového kaučuku

10 Způsob míchání

1. Smíchání předsměsi přírodního kaučuku, do které byly přidány veškeré saze, s butadienovým kaučukem a olej. Poměry přírodního kaučuku ku butadienovému kaučuku byly 90/10, 80/20 a 70/30.

15

2. Smíchání předsměsi přírodního kaučuku, do které byly přidány veškeré saze a olej, s butadienovým kaučukem. Poměry přírodního kaučuku ku butadienovému kaučuku byly 80/20 a 70/30.

20 3. Smíchání předsměsi přírodního kaučuku, do které bylo přidáno 50 dílů sazí na 100 dílů kaučuku, s butadienovou předsměsí, do které bylo přidáno 50 dílů sazí na 100 dílů kaučuku, s olejem. Poměry přírodního kaučuku ku butadienovému kaučuku byly 80/20, 70/30, 60/40 a 50/50.

25 4. Smíchání předsměsi přírodního kaučuku, do které bylo přidáno 50 dílů sazí na 100 dílů kaučuku a veškerý olej, s butadienovou předsměsí, do které bylo přidáno 50 dílů sazí na 100 dílů kaučuku. Poměry přírodního kaučuku ku butadienovému kaučuku byly 80/20, 70/30, 60/40 a 50/50.

30 5. Smíchání CEC předsměsi, do které byly přidány veškeré saze, s butadienovým kaučukem a olejem. Poměry přírodního kaučuku ku butadienovému kaučuku byly 90/10, 80/20 a 70/30.

6. Smíchání CEC předsměsi, do které byly přidány veškeré saze a olej, s butadienovým kaučukem. Poměry přírodního kaučuku ku butadienovému kaučuku byly 80/20 a 70/30.

35 7. Smíchání CEC předsměsi, do které bylo přidáno 50 dílů sazí na 100 dílů kaučuku, s butadienovou předsměsí, do které bylo přidáno 50 dílů sazí na 100 dílů kaučuku, a olejem. Poměry přírodního kaučuku ku butadienovému kaučuku byly 80/20, 70/30, 60/40 a 50/50.

40 8. Smíchání CEC předsměsi, do které bylo přidáno 50 dílů sazí na 100 dílů kaučuku a veškerý olej, s butadienovou předsměsí, do které bylo přidáno 50 dílů sazí na 100 dílů kaučuku. Poměry přírodního kaučuku ku butadienovému kaučuku byly 80/20, 70/30, 60/40 a 50/50.

Postupy míchání

- 5 Pro směsi míchané za sucha bylo použito třístupňového míchání v hnětači s protiběžnými rameny a pro CEC směsi bylo použito dvoustupňového míchání v hnětači s protiběžnými rameny. U směsí míchaných za sucha byl přírodní kaučuk hněten před prvním stupněm míchání. Butadienový kaučuk byl použit bez hnětení.

Podmínky hnětení přírodního kaučuku

- 10 Faktor plnění: 0,75
 Rychlost rotoru: 100 ot./min
 Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C
 Celková dodávka energie: 950 W za minutu

- 15 Postupy míchání v hnětači s protiběžnými rameny:

Způsob míchání 1:

- 20 Stupeň 1:
 Faktor plnění: 0,75
 Rychlost rotoru: 70 ot./min
 Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

- 25 Čas Operace

- 0 s přidání hněteného přírodního kaučuku
 30 s přidání 40 dílů sazí na 100 dílů kaučuku
 1 min 00 s přidání 1/2 zbylých sazí
 30 1 min 30 s přidání zbylých sazí
 8 min až 13 min vypouštění podle křivky výkonu

Vzorek č.	Faktor plnění	Čas míchání	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
1-1 (stupeň 1)	0,67	8 min	140,8	1,45
1-2 (stupeň 1)	0,66	8 min	148,6	1,59
1-3 (stupeň 1)	0,63	10 min	167,3	1,89

Stupeň 2:

- 35 Faktor plnění: 0,70
 Rychlost rotoru: 70 ot./min
 Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

- Čas Operace

- 40 0 s přidání předsměsi přírodního kaučuku, butadienového kaučuku, chemikálií a oleje
 3 min 00 s vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
1-1 (stupeň 2)	113,5	0,42
1-2 (stupeň 2)	116,2	0,45
1-3 (stupeň 2)	116,4	0,44

Stupeň 3:

Faktor plnění: 0,65
 Rychlost rotoru: 70 ot./min.
 Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

5

Čas

Operace

0 s

přidání směsi ze stupně 2 a vulkanizačních prostředků

10

3 min 00 s

vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
1-1	98,5	0,42
1-2	99,8	0,43
1-3	103,9	0,45

Způsob míchání 2:

15

Stupeň 1:

Faktor plnění: 0,65
 Rychlost rotoru: 70 ot./min (50 ot./min když teplota dosáhne 160 °C)

Teplota hnětače

20

s protiběžnými rameny:

30 °C

Čas

Operace

0 s

přidání hněteného přírodního kaučuku

25

30 s

přidání 40 dílů sazí na 100 dílů kaučuku

1 min 00 s

přidání 1/2 zbylých sazí

1 min 30 s

přidání zbylých sazí

2 min 00 s

přidání oleje

9 min až 13 min

vypouštění podle křivky výhonu

30

Vzorek č.	Čas míchání	Teplota [°C] vypouštění	Energetický vstup [kWh]
2-1 (stupeň 1)	9 min	148	1,60
2-2 (stupeň 1)	9,5 min	145	1,84

Stupeň 2:

Faktor plnění: 0,70
 Rychlost rotoru: 70 ot./min
 Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

35

Čas

Operace

0 s

přidání přírodního kaučuku, butadienového kaučuku a chemikálií

40

3 min 00 s

vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
2-1 (stupeň 2)	127	0,48
2-2 (stupeň 2)	126	0,51

Stupeň 3:

Faktor plnění: 0,65
 Rychlost rotoru: 70 ot./min
 Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

5

Čas

Operace

0 s

přidání směsi ze stupně 2 a vulkanizačních prostředků

10

3 min 00 s

vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
2-1	99	0,42
2-2	107	0,44

Způsob míchání 3:

15

Stupeň 1:

Předsměs přírodního kaučuku:

Faktor plnění: 0,65
 Rychlost rotoru: 70 ot./min
 Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

20

Čas

Operace

0 s

přidání hněteného přírodního kaučuku

30 s

přidání 40 dílů sazí na 100 dílů kaučuku

25

1 min 00 s

přidání zbylých sazí

9 min 00 s

vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
3-1 až 3-4 (stupeň 1)	142	1,51
3-1 až 3-4 (stupeň 1)	143	1,48
3-1 až 3-4 (stupeň 1)	148	1,52

Předsměs butadienového kaučuku:

30

Faktor plnění:

0,75

Rychlost rotoru:

85 ot./min (60 ot./min když teplota dosáhne 160 °C)

Teplota hnětače s protiběžnými rameny:

30 °C

35

Čas

Operace

0 s

přidání butadienového kaučuku

30 s

přidání 30 dílů sazí na 100 dílů kaučuku

40

1 min 00 s

přidání 1/2 zbylých sazí

1 min 30 s

přidání zbylých sazí

7 min 00 s

vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
3-1 až 3-4 (stupeň 1)	159	1,38
3-1 až 3-4 (stupeň 1)	158	1,35
3-1 až 3-4 (stupeň 1)	157	1,33

Stupeň 2:

Faktor plnění: 0,70

5 Rychlost rotoru: 70 ot./min

Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

Čas Operace:

0 s přidání předsměsi ze stupně 1, chemikálií a oleje,

10 3 min 00 s vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
3-1 (stupeň 2)	115	0,36
3-2 (stupeň 2)	123	0,40
3-3 (stupeň 2)	120	0,40
3-4 (stupeň 2)	118	0,37

Stupeň 3:

Faktor plnění: 0,65

15 Rychlost rotoru: 70 ot./min

Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

Čas Operace:

20 0 s přidání směsi ze stupně 2 a vulkanizačních
prostředků,

3 min 00 s vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
3-1	103	0,44
3-2	107	0,45
3-3	108	0,47
3-4	97	0,38

25 Způsob míchání 4:

Stupeň 1:

Předsměsi přírodního kaučuku:

Faktor plnění: 0,65

30 Rychlost rotoru: 70 ot./min

Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

Čas Operace:

35 0 s přidání hněteného přírodního kaučuku
30 s přidání 40 dílů sazí na 100 dílů kaučuku
1 min 00 s přidání zbylých sazí
2 min 00 s přidání oleje
9 min 00 s vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
4-1 až 4-4 (stupeň 1)	140	1,49
4-1 až 4-4 (stupeň 1)	136	1,49
4-1 až 4-4 (stupeň 1)	137	1,40

Předsměs butadienového kaučuku:

Faktor plnění: 0,75

5 Rychlost rotoru: 85 ot./min (60 ot./min když teplota dosáhne 160 °C)

Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

Čas

Operace

10

0 s přidání butadienového kaučuku

30 s přidání 30 dílů sazí na 100 dílů kaučuku

1 min 00 s přidání 1/2 zbylých sazí

1 min 30 s přidání zbylých sazí

15

7 min 00 s vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
4-1 až 4-1 (stupeň 1)	159	1,38
4-1 až 4-4 (stupeň 1)	158	1,35
4-1 až 4-4 (stupeň 1)	157	1,33

Stupeň 2:

Faktor plnění: 0,70

20 Rychlost rotoru: 70 ot./min

Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

Čas

Operace

25

0 s přidání předsměsí ze stupně 1 a chemikálií,

3 min 00 s vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
4-1 (stupeň 2)	133	0,52
4-2 (stupeň 2)	133	0,56
4-3 (stupeň 2)	133	0,55
4-4 (stupeň 2)	132	0,53

Stupeň 3:

Faktor plnění: 0,65

Rychlost rotoru: 70 ot./min

Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

Čas

Operace

35

0 s přidání směsi ze stupně 2 a vulkanizačních prostředků,

3 min 00 s vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
4-1	107	0,48
4-2	108	0,48
4-3	109	0,47
4-4	111	0,48

Způsob míchání 5:

- 5 Stupeň 1:
 Faktor plnění: 0,75
 Rychlost rotoru: 70 ot./min
 Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

- 10 Čas Operace
 0 s přidání CEC předsměsi,
 4 min přidání butadienového kaučuku,
 7 min přidání prášků a oleje
 15 9 min vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
5-1 (stupeň 1)	104,2	1,78
5-2 (stupeň 2)	107,1	1,72
5-3 (stupeň 3)	103,9	1,79

- Stupeň 2:
 Faktor plnění: 0,65
 20 Rychlost rotoru: 70 ot./min
 Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

- Čas Operace
 25 0 s přidání směsi ze stupně 1 a vulkanizačních prostředků,
 3 min 00 s vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
5-1	76,7	0,46
5-2	81,0	0,48
5-3	83,3	0,46

Způsob míchání 6:

- 30 Stupeň 1:
 Faktor plnění: 0,75
 Rychlost rotoru: 70 ot./min
 Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

- 35 Čas Operace
 0 s přidání CEC předsměsi,
 4 min přidání butadienového kaučuku,
 40

7 min přidání prášků a oleje
9 min vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
6-1 (stupeň 1)	114,8	1,67
6-2 (stupeň 1)	115,6	1,72

5 Stupeň 2:
Faktor plnění: 0,65
Rychlost rotoru: 70 ot./min
Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

10 Čas Operace

0 s přidání směsi ze stupně 1 a vulkanizačních prostředků,
3 min 00 s vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
6-1	81,6	0,47
6-2	81,4	0,47

15 Způsob míchání 7:

Stupeň 1:
Faktor plnění: 0,75
20 Rychlost rotoru: 70 ot./min
Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

Čas Operace

25 0 s přidání CEC předsměsi,
2 min přidání butadienového kaučuku,
5 min přidání prášků a oleje
7 min vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
7-1 (stupeň 1)	117,4	1,33
7-2 (stupeň 1)	112,6	1,21
7-3 (stupeň 1)	106,0	1,14
7-4 (stupeň 1)	105,7	1,24

30 Stupeň 2:
Faktor plnění: 0,65
Rychlost rotoru: 70 ot./min
Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

35 Čas Operace

0 s přidání směsi ze stupně 1 a vulkanizačních prostředků,
40 3 min 00 s vypouštění

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
7-1	83,6	0,48
7-2	83,0	0,46
7-3	83,6	0,46
7-4	83,4	0,46

Způsob míchání 8:

- | | | |
|---|--|------------|
| 5 | Stupeň 1: | |
| | Faktor plnění: | 0,75 |
| | Rychlost rotoru: | 70 ot./min |
| | Teplota hnětače s protiběžnými rameny: | 30 °C |

- | | | |
|----|-------|--------------------------------|
| 10 | Čas | Operace |
| | 0 s | přidání CEC předsměsi, |
| | 2 min | přidání butadienového kaučuku, |
| | 5 min | přidání prášků, |
| 15 | 7 min | vypouštění |

Vzorek č.	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
8-1 (stupeň 1)	108,4	1,25
8-2 (stupeň 1)	112,4	1,27
8-3 (stupeň 1)	103,1	1,13
8-4 (stupeň 1)	111,3	1,20

Stupeň 2:

- | | | |
|----|--|------------|
| | Faktor plnění: | 0,65 |
| 20 | Rychlost rotoru: | 70 ot./min |
| | Teplota hnětače s protiběžnými rameny: | 30 °C |

- | | Čas | Operace |
|----|-------------------|--|
| 25 | 0 s
3 min 00 s | přidání směsi ze stupně 1 a vulkanizačních prostředků,
vypouštění |

Vzorek č.	Teplota vypouštění [$^{\circ}\text{C}$]	Energetický vstup [kWh]
8-1	78,8	0,46
8-2	81,0	0,45
8-3	76,4	0,44
8-4	79,5	0,44

Tabulka 1
Popis vzorků a kódy pro směsi přírodního kaučuku a butadienstyrenového kaučuku

Způsob míchání č.	Popis	Vzorek č.	Poměr přírodního butadienového kaučuku	Množství v dílech na 100 dílů kaučuku	Množství sazí v butadienovém kaučuku v dílech na 100 dílů kaučuku	Olej dávány do
1	smíchání předsměsi přírodního kaučuku, do které byly přidány veškeré saze, s butadienovým kaučukem a olejem	1-1 1-2 1-3	90/10 80/20 70/30	55,5 82,5 71,4	0 0 0	směsi směsi směsi
2	smíchání předsměsi přírodního kaučuku, do které byly přidány veškeré saze a olej, s butadienovým kaučukem	2-1 2-2	80/20 70/30	82,5 71,4	0 0	přírodního kaučuku přírodního kaučuku
3	smíchání předsměsi přírodního kaučuku, do které bylo přidáno 50 dílů sazí na 100 dílů kaučuku, s butadienovým kaučukem, do kterého bylo přidáno 50 dílů sazí na 100 dílů kaučuku, a olejem	3-1 3-2 3-3 3-4	80/20 70/30 60/40 50/50	50 50 50 50	50 50 50 50	směsi směsi směsi směsi
4	smíchání předsměsi přírodního kaučuku, do které bylo přidáno 50 dílů sazí na 100 dílů kaučuku a veškerý olej, s butadienovým kaučukem, do kterého bylo přidáno 50 dílů sazí na 100 dílů kaučuku	4-1 4-2 4-3 4-4	80/20 70/30 60/40 50/50	50 50 50 50	50 50 50 50	přírodního kaučuku přírodního kaučuku přírodního kaučuku přírodního kaučuku
5	smíchání CEC předsměsi, do které byly přidány veškeré saze, s butadienovým kaučukem a olejem	5-1 5-2 5-3	90/10 80/20 70/30	55,5 62,5 71,4	0 0 0	směsi směsi směsi
6	smíchání CEC předsměsi, do které byly přidány veškeré saze a olej, s butadienovým kaučukem	6-1 6-2	80/20 70/30	62,5 71,4	0 0	CEC CEC
7	smíchání CEC předsměsi, do které bylo přidáno 50 dílů sazí na 100 dílů kaučuku, s butadienovým kaučukem, do kterého bylo přidáno 50 dílů sazí na 100 dílů kaučuku, a olejem	7-1 7-2 7-3 7-4	80/20 70/30 60/40 50/50	50 50 50 50	50 50 50 50	směsi směsi směsi směsi
8	smíchání CEC předsměsi, do které bylo přidáno 50 dílů sazí na 100 dílů kaučuku a veškerý olej, s butadienovým kaučukem, do kterého bylo přidáno 50 dílů sazí na 100 dílů kaučuku	8-1 8-2 8-3 8-4	80/20 70/30 60/40 50/50	50 50 50 50	50 50 50 50	CEC CEC CEC CEC

Tabulka 2

Charakteristiky směsí přírodního / butadienového kaučuku

Způsob míchání č.	Mooneyova viskozita		Nedispergovaná plocha %	Molekulová hmotnost solu (v tisících)	Vázaný kaučuk [%]
	Vzorek č.	ML(1+4) při 100 °C			
1	1-1	58	1,15	296	40
	1-2	60	1,00	277	42
	1-3	64	2,84	243	43
2	2-1	63	1,26	276	41
	2-2	63	1,28	245	41
3	3-1	62	0,86	337	37
	3-2	61	0,58	338	36
	3-3	64	0,65	338	36
	3-4	64	0,84	333	34
4	4-1	70	0,68	359	37
	4-2	70	0,62	361	37
	4-3	68	0,58	342	37
	4-4	65	0,54	324	35
5	5-1	58		334	43
	5-2	58		319	43
	5-3	58		296	41
6	6-1	60	0,32	430	36
	6-2	59	0,40	347	37
7	7-1	65	0,51	422	43
	7-2	65	0,46	434	42
	7-3	62	0,54	428	40
	7-4	64	0,47	404	41
8	8-1	62	0,52	401	40
	8-2	64	0,52	434	40
	8-3	58	0,65	407	34
	8-4	63	0,51	359	41

Tabulka 3

Fyzikální vlastnosti směsí přírodního / butadienového kaučuku

Vzorek	Tvrdost	E100 MPa	E300 MPa	Tah MPa	Prodloužení %	Odpružení 50 °C %	Odpružení 0 °C %	Odpružení ab.t., %
1-1	65	2,9	16	29	500	62	38	52
1-2	64	3,1	17	28	462	65	43	55
1-3	65	3,2	18	25	404	65	46	55
2-1	69	2,9	16	26	458	60	39	50
2-2	69	2,9	16	24	434	60	41	51
3-1	65	2,4	13	26	510	63	43	53
3-2	66	2,4	13	26	514	83	45	54
3-3	66	2,5	13	25	486	62	46	54
3-4	67	2,5	13	23	468	62	49	57
4-1	68	2,6	14	27	502	61	42	52
4-2	69	2,6	14	25	472	61	43	53
4-3	68	2,6	14	24	467	60	44	53
4-4	68	2,7	14	24	459	60	46	53
5-1	66	2,9	17	28	452	65	41	54
5-2	64	2,8	16	27	452	65	43	55
5-3	64	2,9	16	25	432	65	45	56
6-1	66	2,6	14	27	506	62	42	54
6-2	65	2,0	15	26	462	53	45	55
7-1	68	3,0	17	29	472	64	45	55
7-2	68	3,0	17	28	459	64	46	57
7-3	67	2,9	16	25	429	64	48	58
7-4	67	3,0	16	23	307	65	51	59
8-1	67	2,5	15	28	480	64	46	56
8-2	67	2,8	15	27	476	64	47	56
8-3	66	2,6	14	25	465	62	47	55
8-4	65	2,8	15	23	400	67	54	60

Tabulka 4

Lomové vlastnosti a dynamické vlastnosti směsí přírodního / butadienového kaučuku

Vzorek č.	Rychlost růstu trhliny (v cm na milion cyklů)	Strukturní pevnost dle C. N/mm ²	Hodnocení otěru	Max. tan δ 60 °C
1-1	4,32	120	81	0,178
1-2	3,11	88	83	0,147
1-3	1,34	54	88	0,132
2-1	4,37	55	100	0,178
2-2	2,39	50	95	0,164
3-1	4,30	107	74	0,186
3-2	3,86	97	80	0,181
3-3	3,54	80	85	0,153
3-4	2,38	73	100	0,158
4-1	4,47	108	85	0,188
4-2	4,01	104	96	0,173
4-3	3,82	70	113	0,175
4-4	3,13	63	150	0,174
5-1	4,03	78	114	0,176
5-2	3,72	65	113	0,156
5-3	1,99	62	98	0,152
6-1	1,64	75	101	0,155
6-2	0,61	61	107	0,166
7-1	4,50	70	117	0,178
7-2	4,30	75	132	0,166
7-3	4,81	56	144	0,181
7-4	3,43	52	146	0,132
8-1	5,08	66	112	0,188
8-2	4,80	66	134	0,181
8-3	5,13	58	140	0,185
8-4	4,43	64	138	0,140

5

Hodnocení otěru = (hmotnostní úbytek referenčního vzorku / hmotnostní úbytek vzorku) x 100

(referenční vzorek byl vzorek č. 2-1)

10 Postupy míchání směsí CEC/RSS1 a míchání směsí RSS1 za sucha

Způsob míchání

Za sucha: Hnětený RSS1 byl smíchán s ostatními složkami;

15

CEC: Smíchání CEC předsměsi, do které byly přidány veškeré saze, s hnětým přírodním kaučukem RSS1 a olejem. Poměry CEC přírodního kaučuku ku RSS1 přírodnímu kaučuku byly 100/0, 90/10, 80/20 a 70/30.

20 Postupy míchání

Pro směsi míchané za sucha bylo použito třístupňového míchání v hnětači s protiběžnými rameny a pro směsi CEC/RSS1 bylo použito dvojstupňového míchání v hnětači s protiběžnými rameny. Přírodní kaučuk RSS1 byl hněten před prvním stupněm míchání jak pro směsi míchané za sucha, tak pro CEC/RSS1 směsi.

25

Podmínky hnětení RSS1

	Faktor plnění:	0,75
	Rychlost rotoru:	100 ot./min
5	Teplota hnětače s protiběžnými rameny:	30 °C
	Celková dávka energie:	950 W za hodinu

Postupy míchání v hnětači s protiběžnými rameny:

10 Za sucha:

Stupeň 1:

	Faktor plnění:	0,65
	Rychlost rotoru:	70 ot./min
15	Teplota hnětače s protiběžnými rameny:	30 °C

Čas

Operace

	0 s	přidání hněteného RSS1
20	30 s	přidání 30 dílů sazí na 100 dílů kaučuku
	1 min 00 s	přidání ½ zbylých sazí
	1 min 30 s	přidání zbylých sazí
	10 min	vypouštění podle křivky výkonu

Označení vzorku	Čas míchání	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
25 za sucha (stupeň 1)	10 min	130	1,7

Stupeň 2:

	Faktor plnění:	0,70
	Rychlost rotoru:	70 ot./min
30	Teplota hnětače s protiběžnými rameny:	30 °C

Čas

Operace

	0 s	přidání směsi ze stupně 1, oleje a všech chemikálií s výjimkou vulkanizačních prostředků
35	3 min 00 s	vypouštění

Označení vzorku	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
za sucha (stupeň 2)	124	0,42

Stupeň 3:

	Faktor plnění:	0,65
40	Rychlost rotoru:	70 ot./min
	Teplota hnětače s protiběžnými rameny:	30 °C

Čas

Operace

45	0 s	přidání směsi ze stupně 2 a vulkanizačních prostředků
	3 min 00 s	vypouštění

Označení vzorku	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
1-1	91	0,36

CEC:

Stupeň 1:

Faktor plnění: 0,75
 Rychlost rotoru: 70 ot./min
 Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

Čas

Operace

0 s přidání CEC předsměsi
 4 min přidání hněteného RSS1
 7 min přidání prášků a oleje
 6 min až 9 min vypouštění

Označení vzorku	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]	Čas míchání
CEC-1 (stupeň 1)	113,9	1,28	6 min
CEC-2 (stupeň 1)	104,2	1,78	9 min
CEC-3 (stupeň 1)	107,1	1,72	9 min
CEC-4 (stupeň 1)	103,9	1,79	9 min

Stupeň 2:

Faktor plnění: 0,65
 Rychlost rotoru: 70 ot./min
 Teplota hnětače s protiběžnými rameny: 30 °C

Čas

Operace

0 s přidání směsi ze stupně 1 a vulkanizačních prostředků
 3 min 00 s vypouštění

Označení vzorku	Teplota vypouštění [°C]	Energetický vstup [kWh]
CEC-1	81,3	0,53
CEC-2	76,7	0,46
CEC-3	81,0	0,46
CEC-4	83,3	0,48

Tabulka 1

Popis vzorku a kód pro směsi CEC/RSS1

Způsob výroby	Popis	Kód vzorku	Poměr CEC / RSS1	Množství sazí v CEC (v dílech na 100 dílů kaučuku)	Množství sazí v RSS1 (v dílech na 100 dílů kaučuku)	Olej dáváný do
za sucha	Přírodní kaučuk (RSS1) byl smíchán se složkami	za sucha	---	—	50	za sucha
CEC	smíchání CEC předsměsi, do které byly přidány všechny saze, s hněteným RSS 1 a olejem	CEC-1 CEC-2 CEC-3 CEC-4	110/0 90/10 80/20 70/30	50 55,5 62,5 71,4	— 0 0 0	CEC směs směs směs

Tabulka 2

Charakteristiky směsí CEC/RSS1

Kód vzorku	Mooneyova viskozita ML (1+4) při 100 °C	Molekulová hmotnost solu (v tisících)	Vázaný kaučuk [%]
za sucha	61	304	38
CEC-1	63	378	41
CEC-2	61	362	48
CEC-3	61	363	48
CEC-4	60	377	45

5

Tabulka 3

Fyzikální vlastnosti směsí CEC/RSS1

10

Kód vzorku	Tvrdost	E100 [MPa]	E300 [MPa]	Tah [MPa]	Prodlo- žení [%]	Odpružení 60 °C, [%]	Odpružení 0 °C, [%]	Odpružení lab. teplota, [%]
za sucha	69	2,8	15	27	472	59	35	48
CEC-1	69	2,7	16	30	533	62	36	50
CEC-2	66	3,0	17	30	483	63	39	52
CEC-3	63	2,8	17	30	497	64	38	53
CEC-4	85	2,8	16	31	506	65	38	54

Tabulka 4

15 Lomové vlastnosti a dynamické vlastnosti směsí CEC/RSS1

Kód vzorku	Rychlost růstu trhliny x 10 ⁻³ , [cm na milion cyklů]	Strukturní pevnost [N/mm]	Hodnocení otěru	Max. tan α při 60 °C
za sucha	4,83	122	80	0,178
CEC-1	3,43	91	120	0,179
CEC-2	4,31	94	110	0,174
CEC-3	3,85	97	108	0,174
CEC-4	4,11	106	98	0,188

Hodnocení otěru = (ztráta hmotnosti referenčního vzorku / ztráta hmotnosti vzorku) x 100

20 (referenční vzorek byl vzorek č. 2-1 v CEC při použití směsi přírodní kaučuk / butadienový kaučuk)

25 Na základě předkládaného vynálezu je odborníkovi jasné, že lze provést různá doplnění, úpravy, atd. bez odchýlení od rámce vynálezu. Všechna taková doplnění a úpravy spadají do předkládaných patentových nároků.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby směsi elastomerního kompozitu obsahující elastomer, plnidlo ve formě částic a případně další složky, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že zahrnuje
- 5 krok míchání za mokra, při kterém
- se do mísicí zóny koagulačního reaktoru zavádí nepřetržitý proud první tekutiny obsahující elastomerní latex;
- 10 se do mísicí zóny koagulačního reaktoru pod tlakem zavádí nepřetržitý proud druhé tekutiny obsahující plnidlo ve formě částic za vzniku premixu s elastomerním latexem, přičemž plnivo ve formě částic je účinné pro koagulaci elastomerního latexu, a míchání první tekutiny a druhé tekutiny v mísicí zóně je dostatečně energetické pro v podstatě úplnou koagulaci elastomerního latexu s plnivem ve formě částic v koagulačním reaktoru;
- 15 z koagulačního reaktoru se vypouští v podstatě nepřetržitý proud premixu elastomerního kompozitu; a
- 20 krok mísení za sucha, během kterého
- se premix elastomerního kompozitu smíchá za sucha s dalším elastomerem za vzniku směsi elastomerního kompozitu.
- 25 2. Způsob výroby směsi elastomerního kompozitu podle nároku 1, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že
- se elastomerní latex a další elastomer nezávisle zvolí z přírodního kaučuku, chlorovaného přírodního kaučuku, homopolymeru, kopolymeru nebo terpolymerů 1,3-butadienu, styrenu, izoprenu, izobutylenu, 2,3-dimethyl-1,3-butadienu, akrylonitrilu, ethylenu a propylenu, jakýchkoliv jejich olejem nastavených derivátů a jakýchkoliv jejich směsí; a
- 30 plnivo ve formě částic se zvolí ze sazí, taveného oxidu křemičitého, vysráženého oxidu křemičitého, obalovaných sazí, chemicky funkcionalizovaných sazí, sazí upravených křemíkem a jakýchkoliv jejich směsí.
- 35 3. Způsob výroby směsi elastomerního kompozitu podle nároku 1 nebo 2, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že se během míchání premixu elastomerního kompozitu s dalším elastomerem za sucha přidá další plnivo ve formě částic.
- 40 4. Způsob výroby směsi elastomerního kompozitu podle nároku 3, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že míchání premixu elastomerního kompozitu s dalším elastomerem za sucha předchází smísení dalšího plniva ve formě částic s dalším elastomerem.
- 45 5. Způsob výroby směsi elastomerního kompozitu podle kteréhokoliv z nároků 1 až 4, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že se do mísicí zóny koagulačního reaktoru zavádějí aditiva vybraná z antiozonantů, antioxidantů, plastifikátorů, činidel pomáhajících zpracování, pryskyřic, prostředků snižujících hořlavost, nastavovacích olejů, mazadel a jakýchkoliv jejich směsí.
- 50 6. Způsob výroby směsi elastomerního kompozitu podle kteréhokoliv z nároků 1 až 5, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že
- se elastomerní latex a další elastomer nezávisle zvolí z přírodního kaučukového latexu, styren-butadienového kaučukového latexu a butadienového kaučukového latexu;
- 55

další elastomer se použije v množství 50 až 90 % hmotn., vztaženo k celkové hmotnosti elastomeru ve směsi elastomerního kompozitu; a

- 5 směs elastomerního kompozitu obsahuje saze v množství 30 dílů na 100 dílů kaučuku až 85 dílů na 100 dílů kaučuku.

7. Způsob výroby směsi elastomerního kompozitu podle kteréhokoliv z nároků 1 až 5, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se použije koagulační reaktor, u kterého podlouhlá koagulační zóna probíhá s postupně se zvětšujícím průměrem z mísicí zóny k výstupnímu konci.

8. Směs elastomerního kompozitu, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje (a) plnivo ve formě částic jemně dispergované v elastomeru a (b) další elastomer, a je připravitelná způsobem podle nároku 1.

15 9. Směs elastomerního kompozitu podle nároku 8, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že makrodisperze D[%] plniva ve formě částic, stanovená jako % nedispergované plochy, je menší než 0,2 % nedispergované plochy v první elastomerní fázi směsi elastomerního kompozitu, přičemž první elastomerní fáze obsahuje v podstatě pouze elastomer z elastomerního latexu.

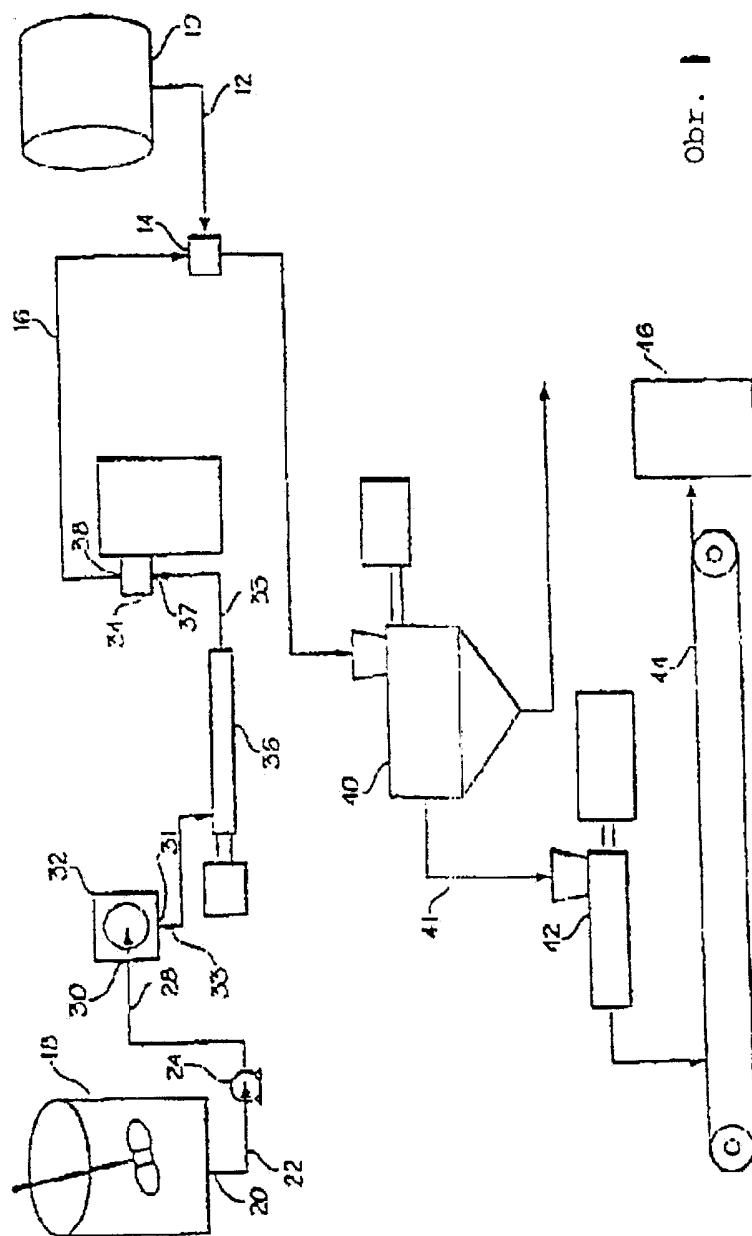
20 10. Vulkanizát obsahující směs elastomerního kompozitu podle nároku 8 nebo 9, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že má rychlost růstu trhliny nižší než 1,20 cm/milion cyklů.

25 11. Směs elastomerního kompozitu podle nároku 8, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že představuje vícefázovou směs elastomerního kompozitu obsahující elastomerní kompozit a další elastomer, přičemž elastomerní kompozit zahrnuje alespoň 30 dílů plniva ve formě částic, dispergovaného v elastomeru na 100 dílů kaučuku, plnivo ve formě částic je zvoleno ze sazí, sazí obalovaných křemíkem, sazí upravených křemíkem, taveného oxidu křemičitého, vysráženého oxidu křemičitého nebo jakékoliv jejich směsi a každá fáze polyfázového elastomeru je nezávisle vybrána z přírodního kaučuku, chlorovaného derivátu přírodního kaučuku, homopolymeru, kopolymeru
30 nebo terpolymeru butadienu, styrenu, izoprenu, izoputylenu, 3,3-dialkyl-1,3-butadienu, kde alkylem je C₁ až C₃ alkyl, akrylonitrilu, ethylenu a propylenu, jakýchkoliv jejich směsí, kdy je makrodisperze D[%] plnidla ve formě částic ve směsi elastomerního kompozitu nižší než 0,2 % nedispergované plochy.

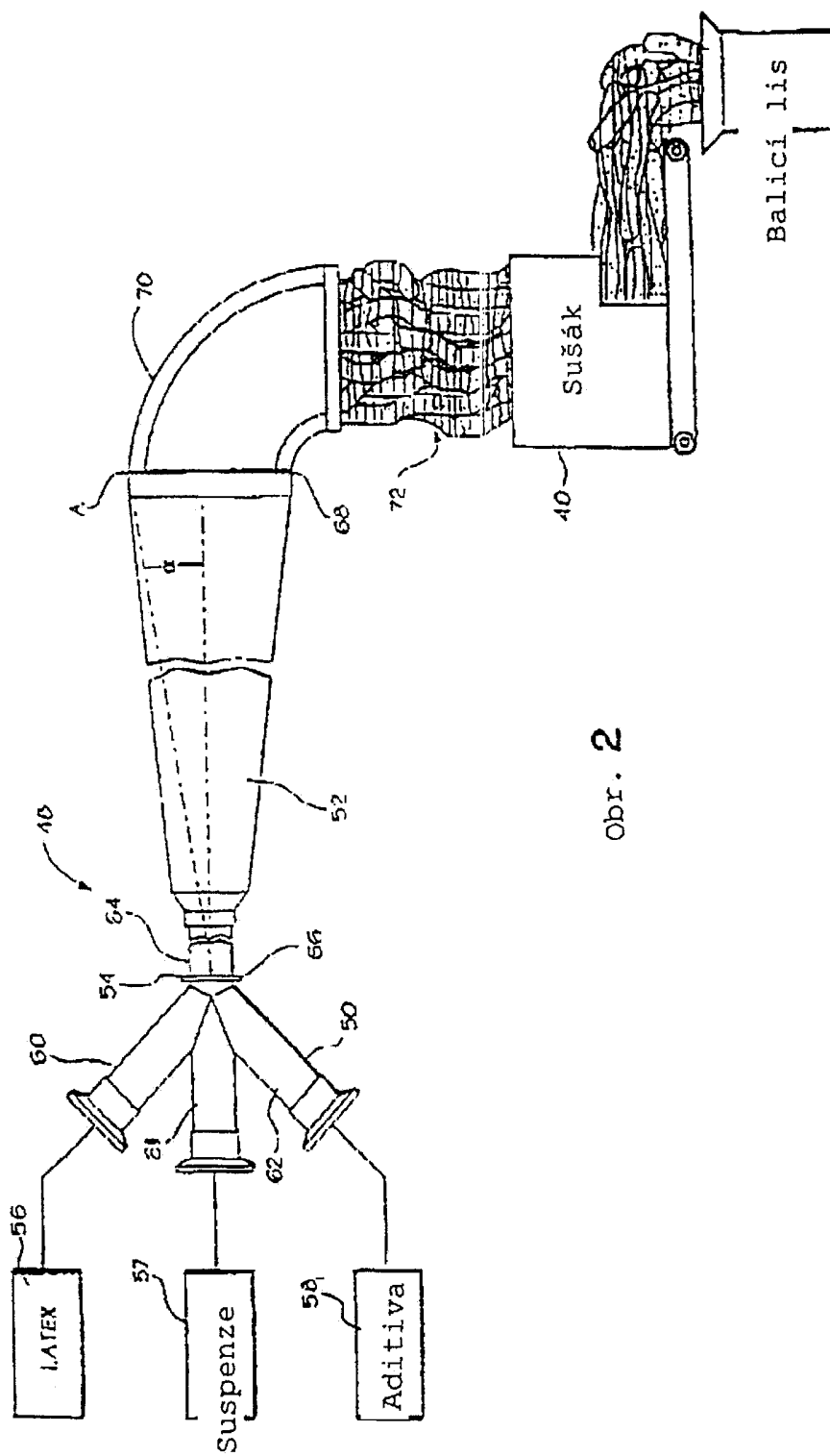
35 12. Směs elastomerního kompozitu podle nároku 8, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že směsí je vícefázová směs obsahující první elastomerní fázi vyrobenou během kroku mísení za mokra a druhou elastomerní fázi vyrobenou během kroku mísení za sucha.

40

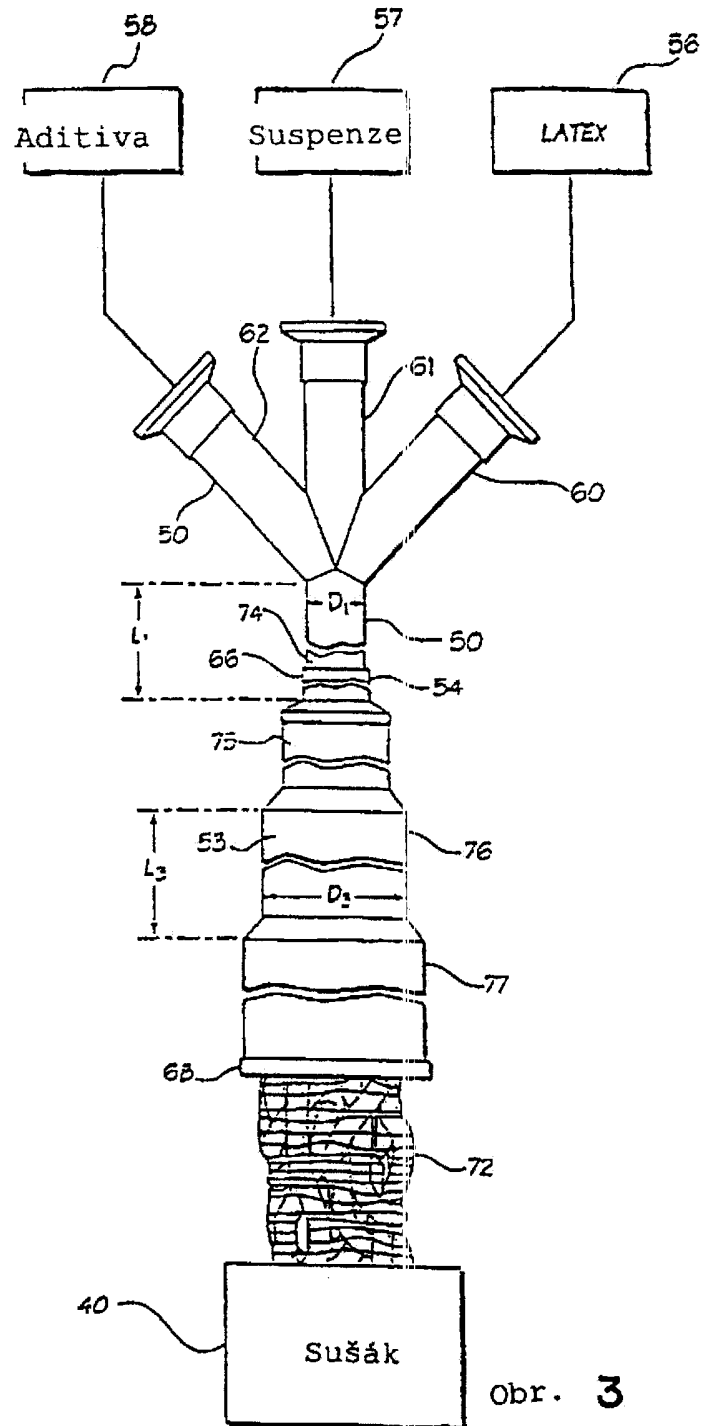
30 výkresů

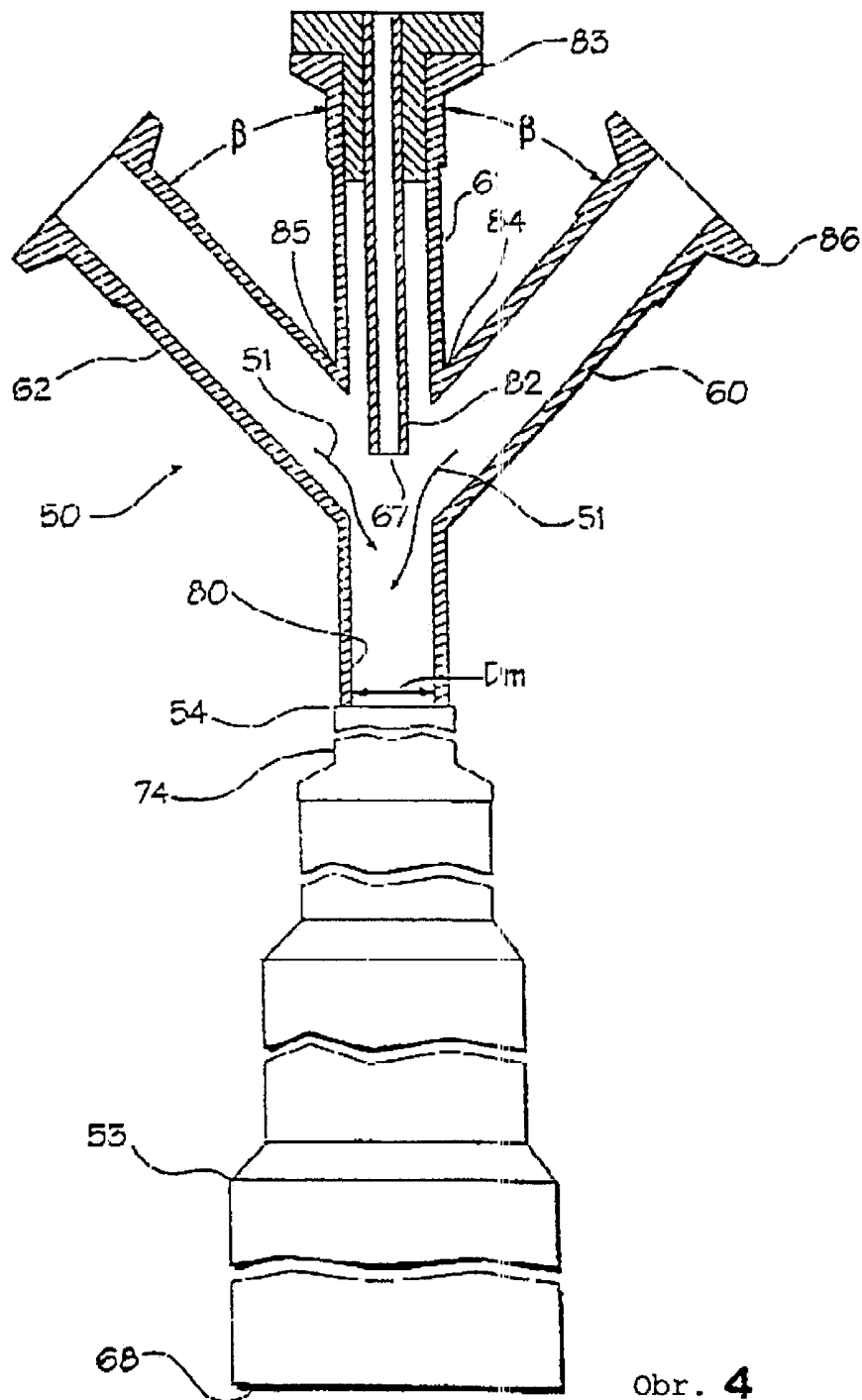


Obr. 1

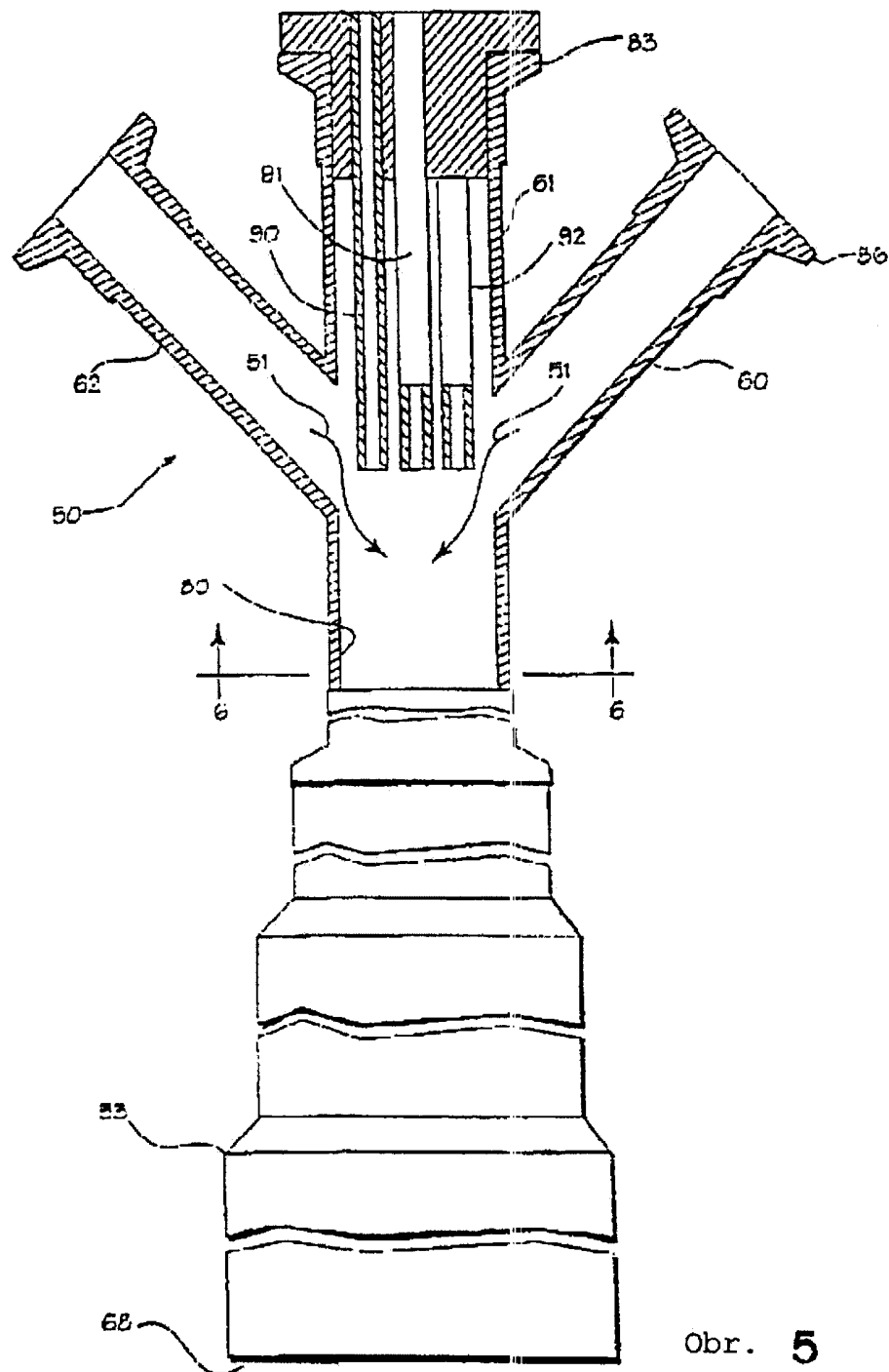


Obr. 2

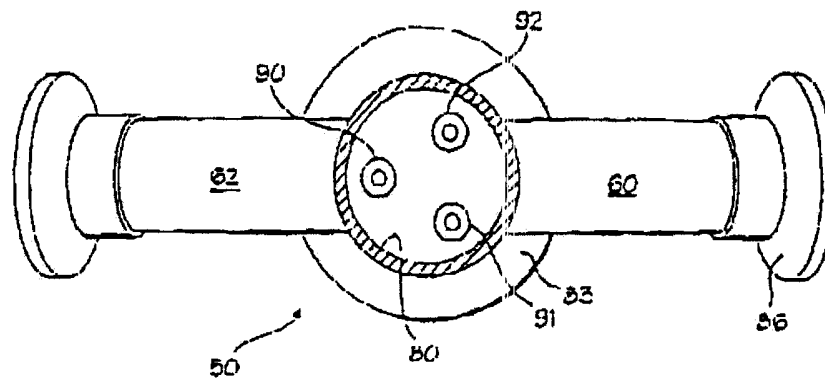




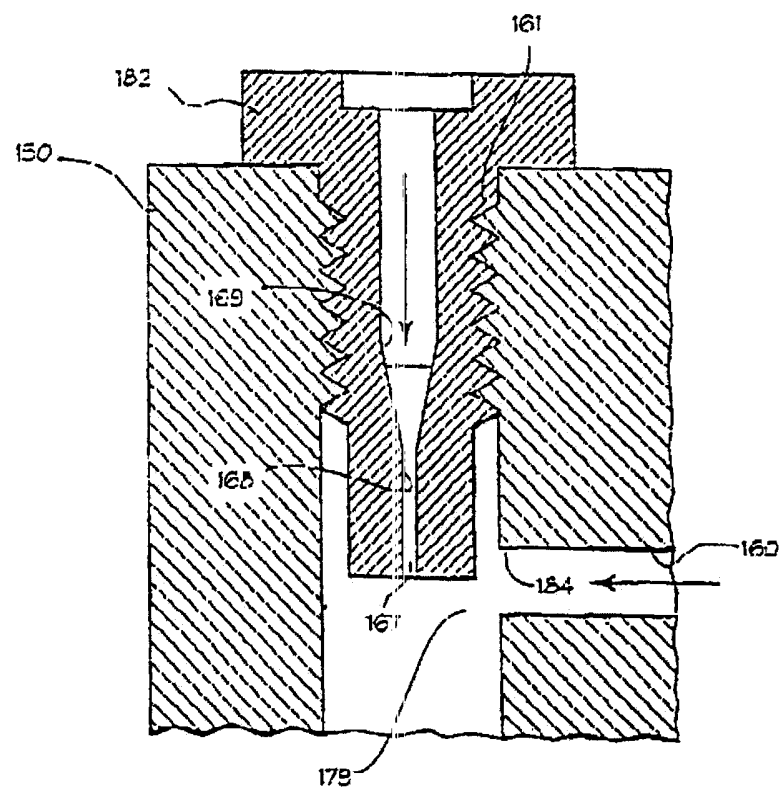
Obr. 4



Obr. 5

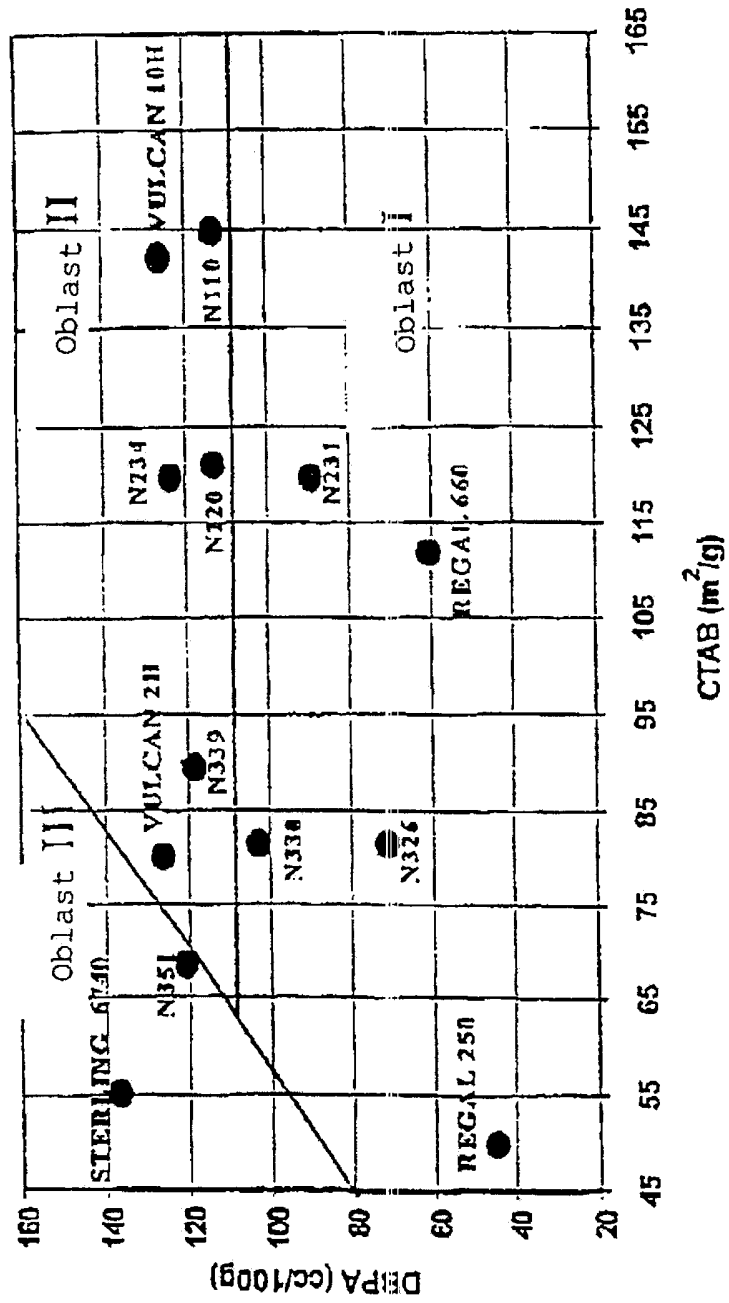


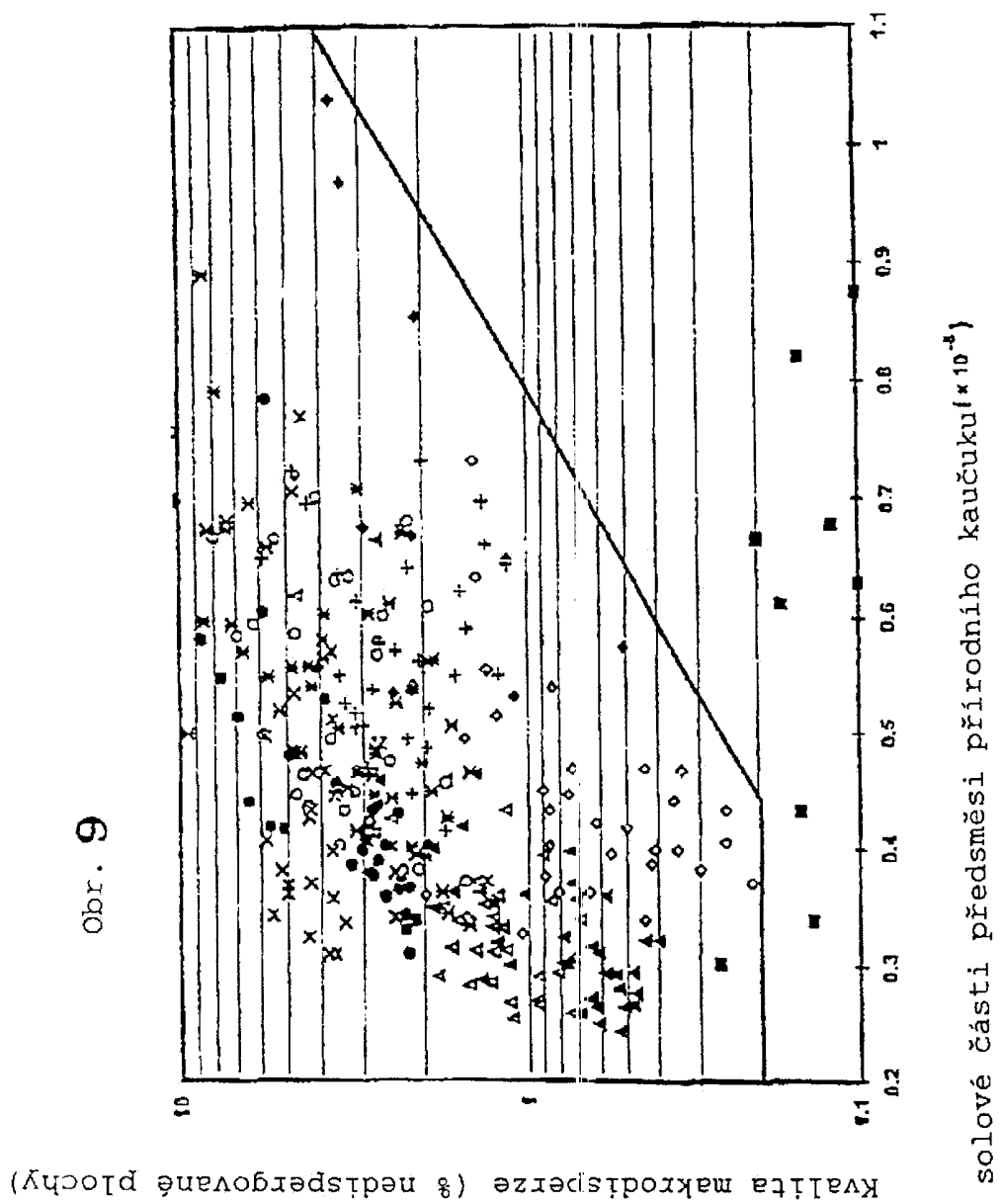
Obr. 6

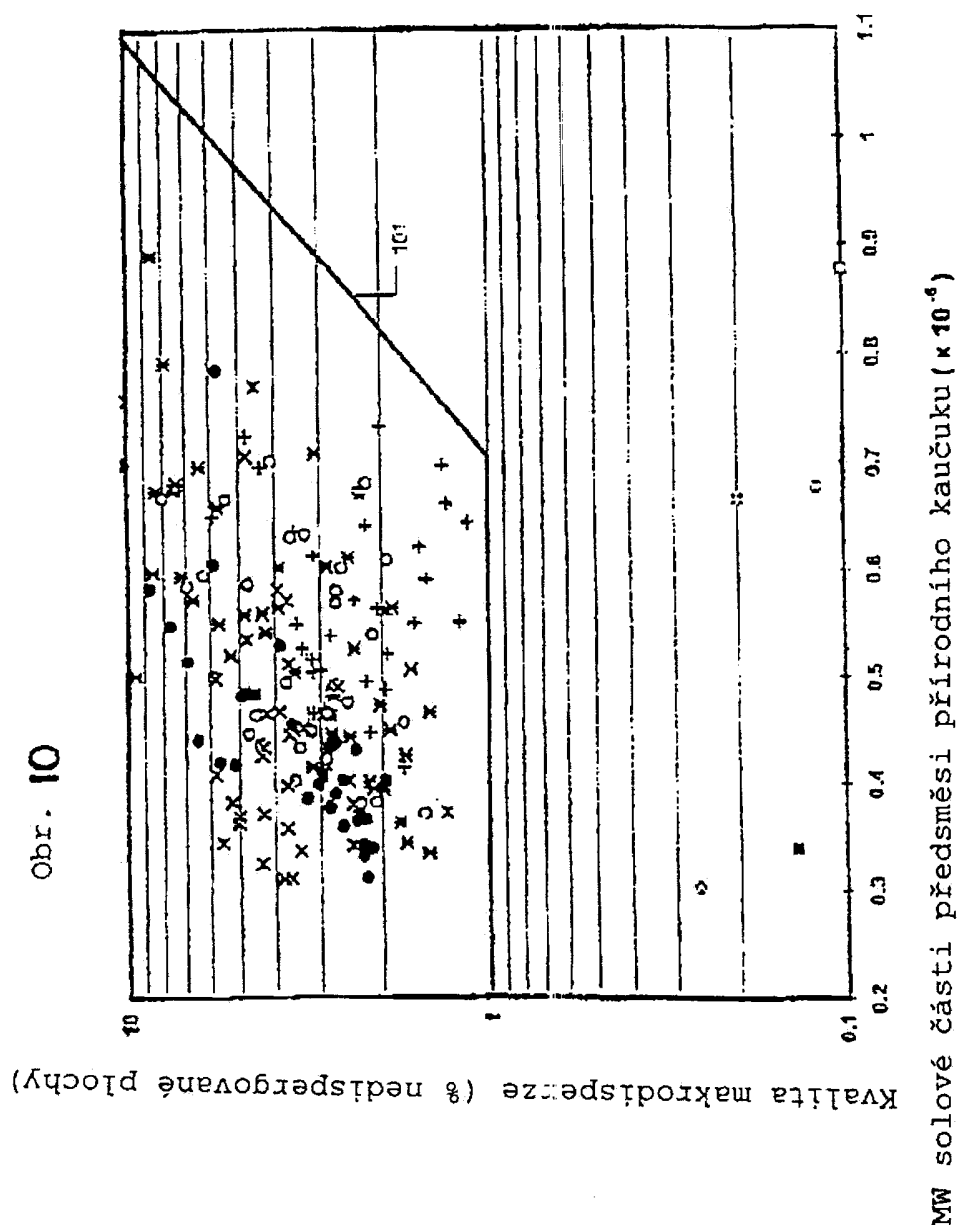


Obr. 7

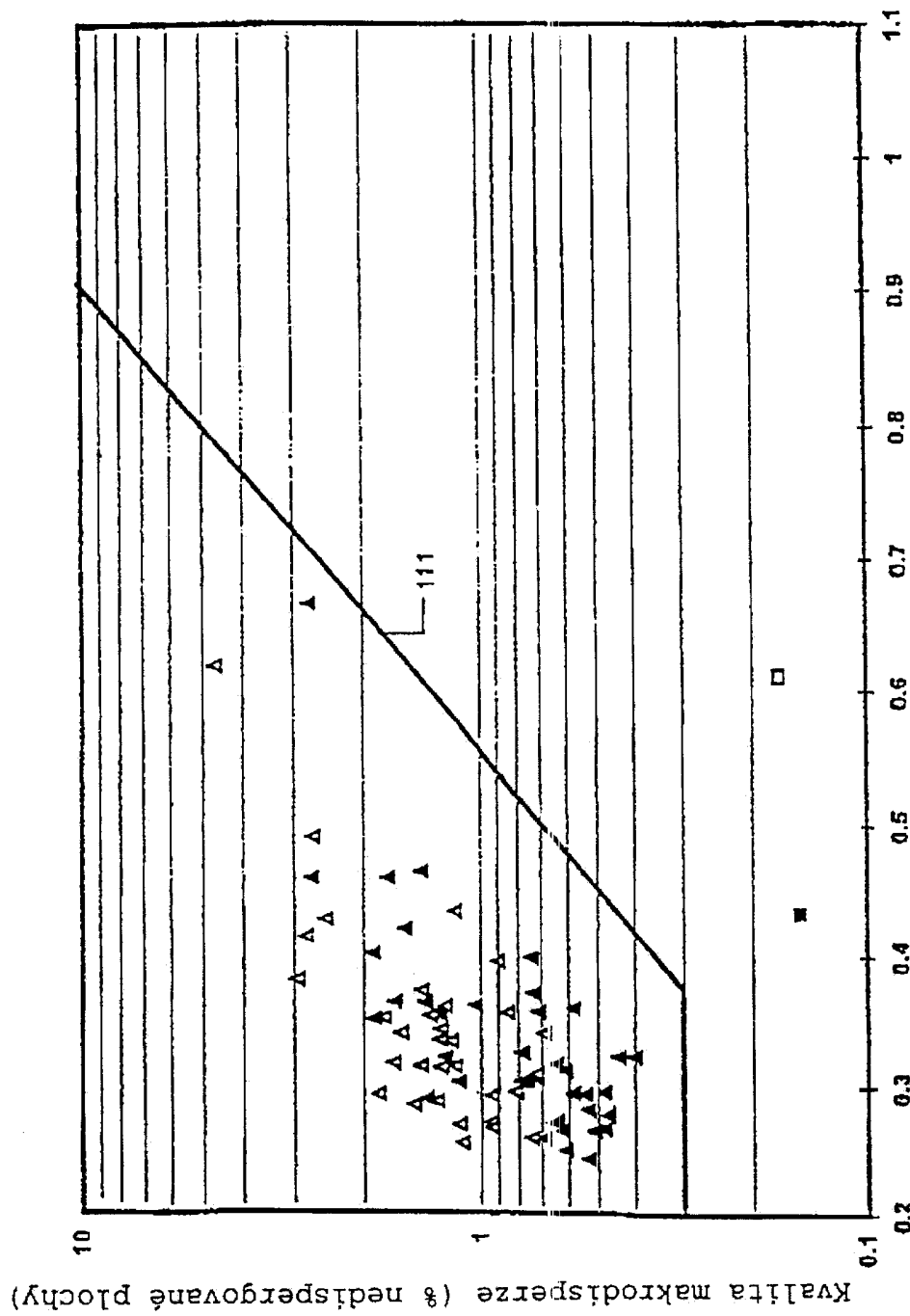
Obr. 8





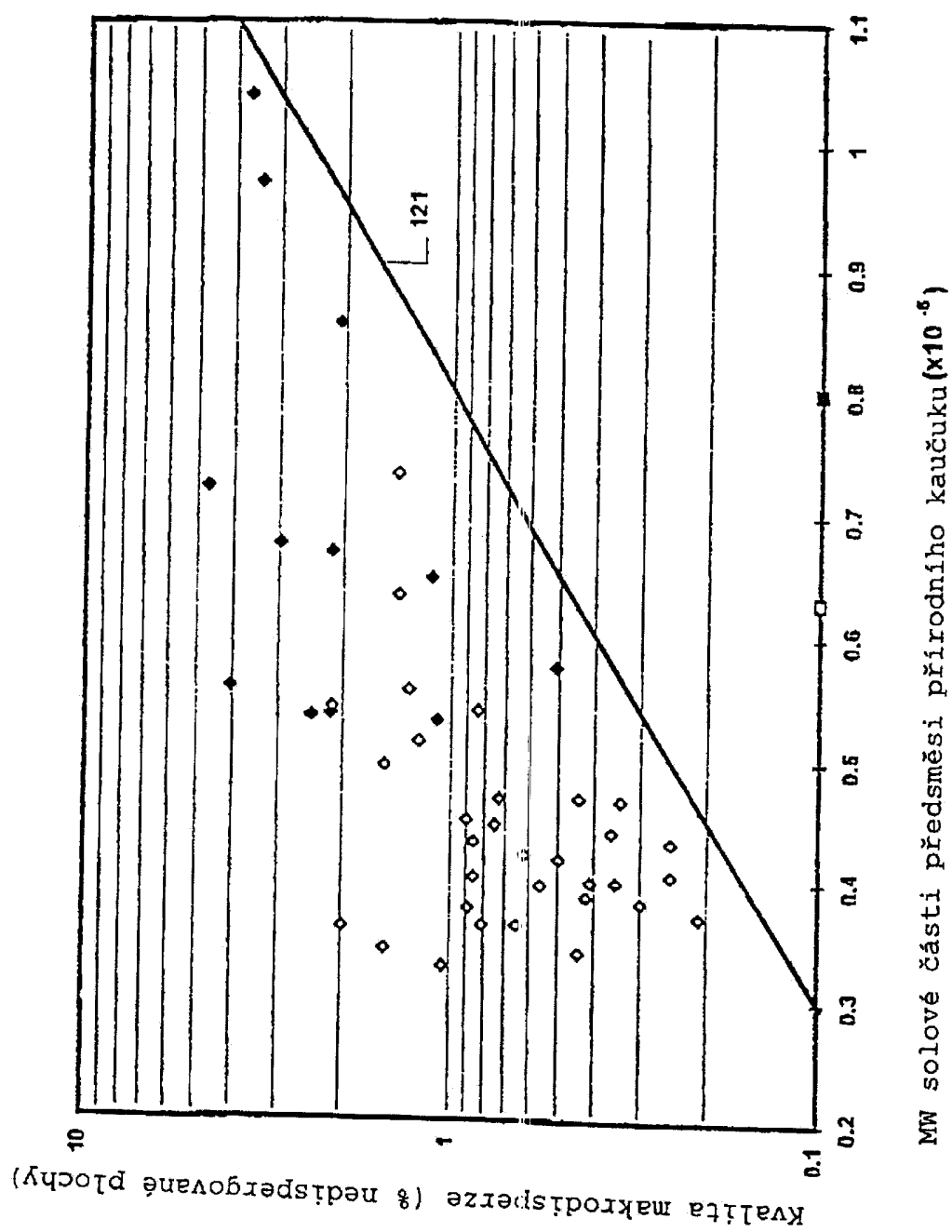


Obr. II

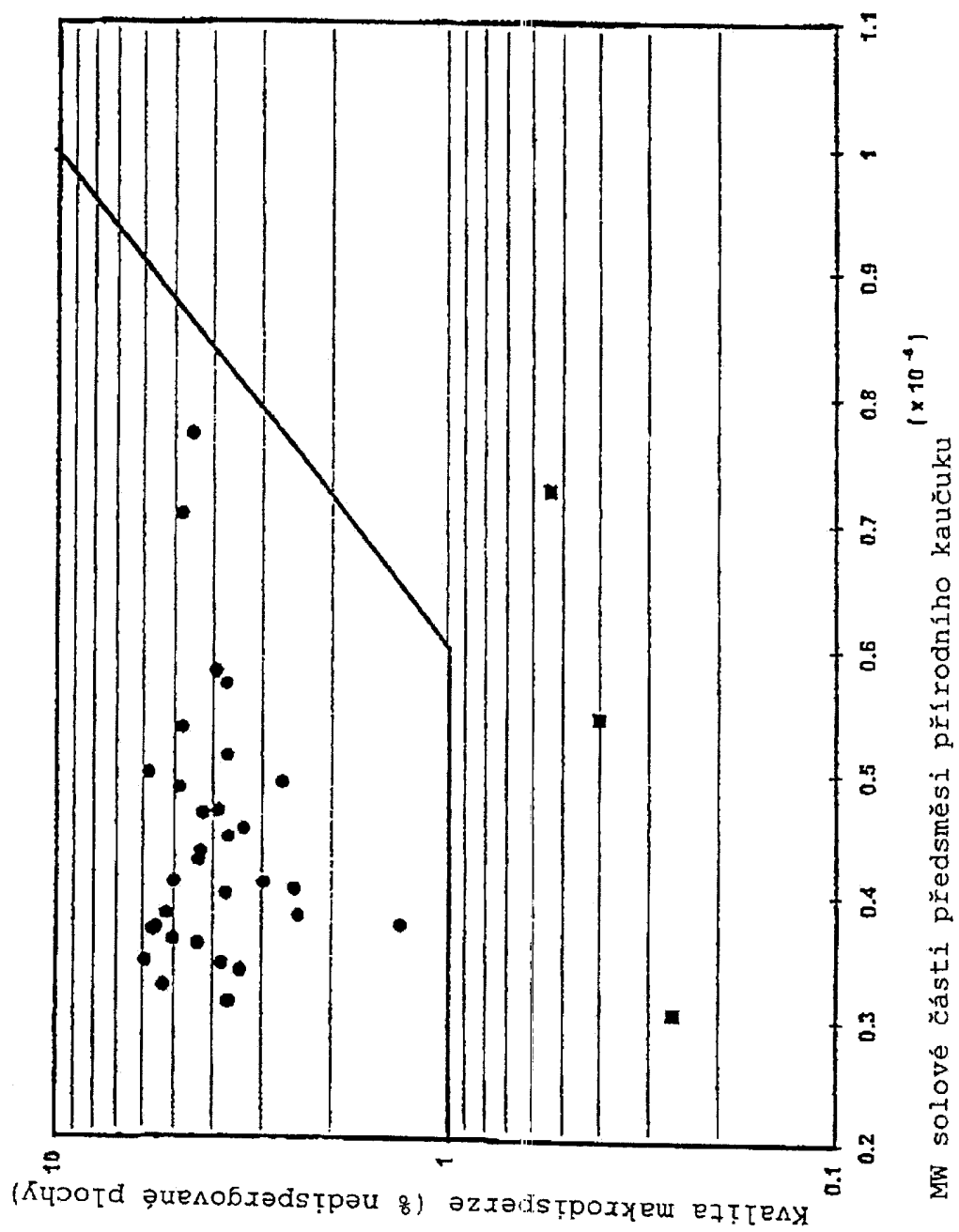


MW solové části předsměsi přírodního kaučuku ($\times 10^{-6}$)

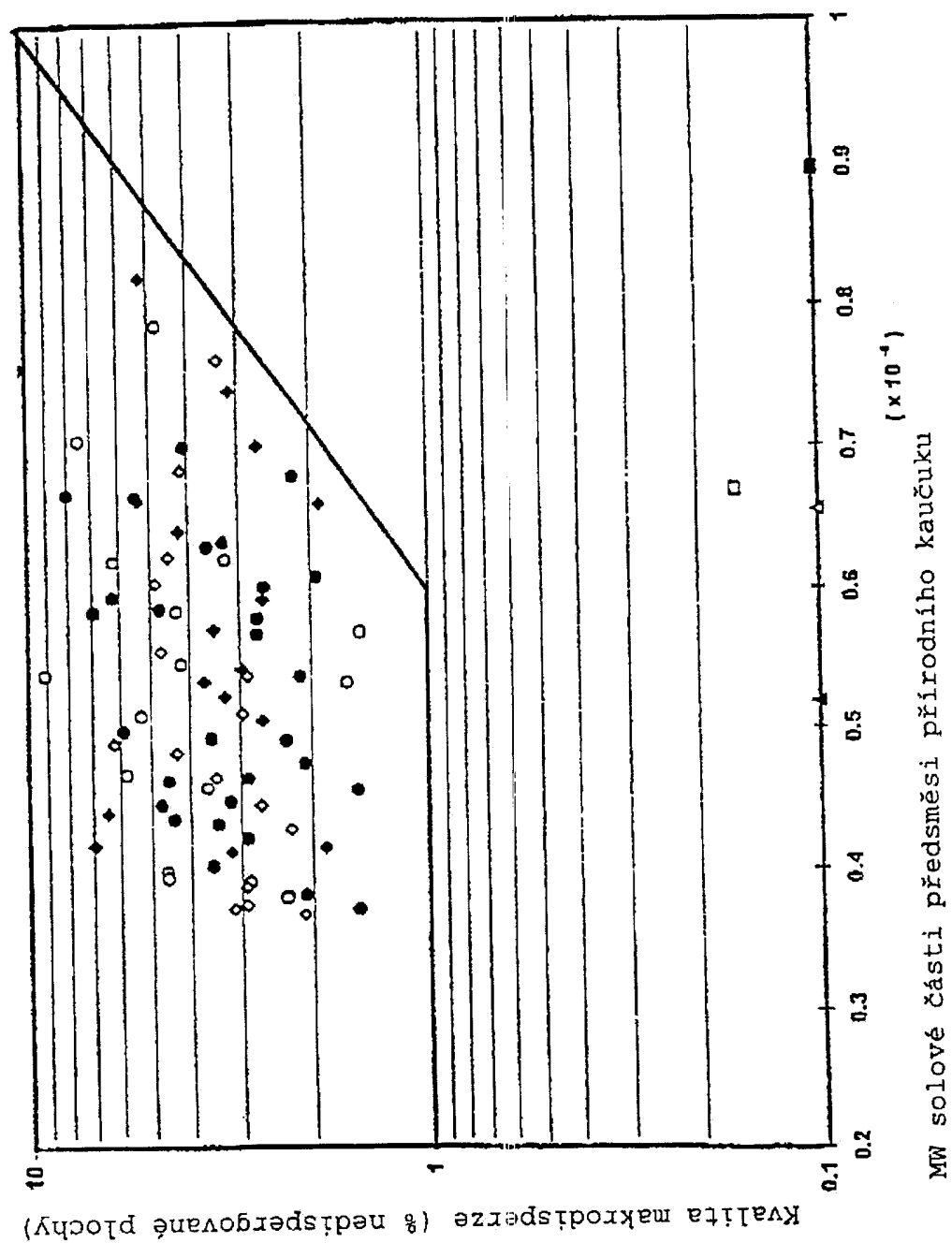
Obr. 12



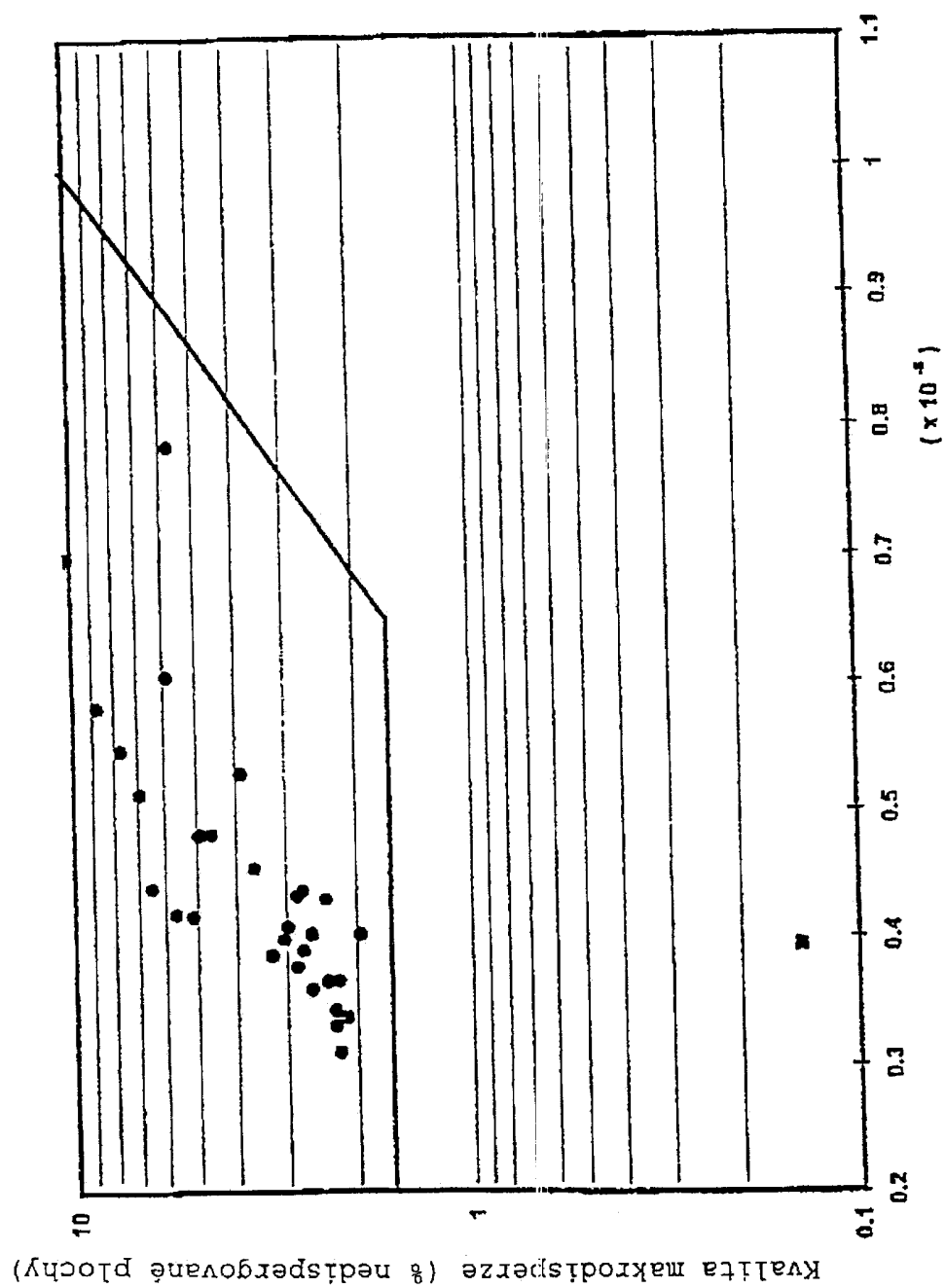
Obr. 13



Obr. 14

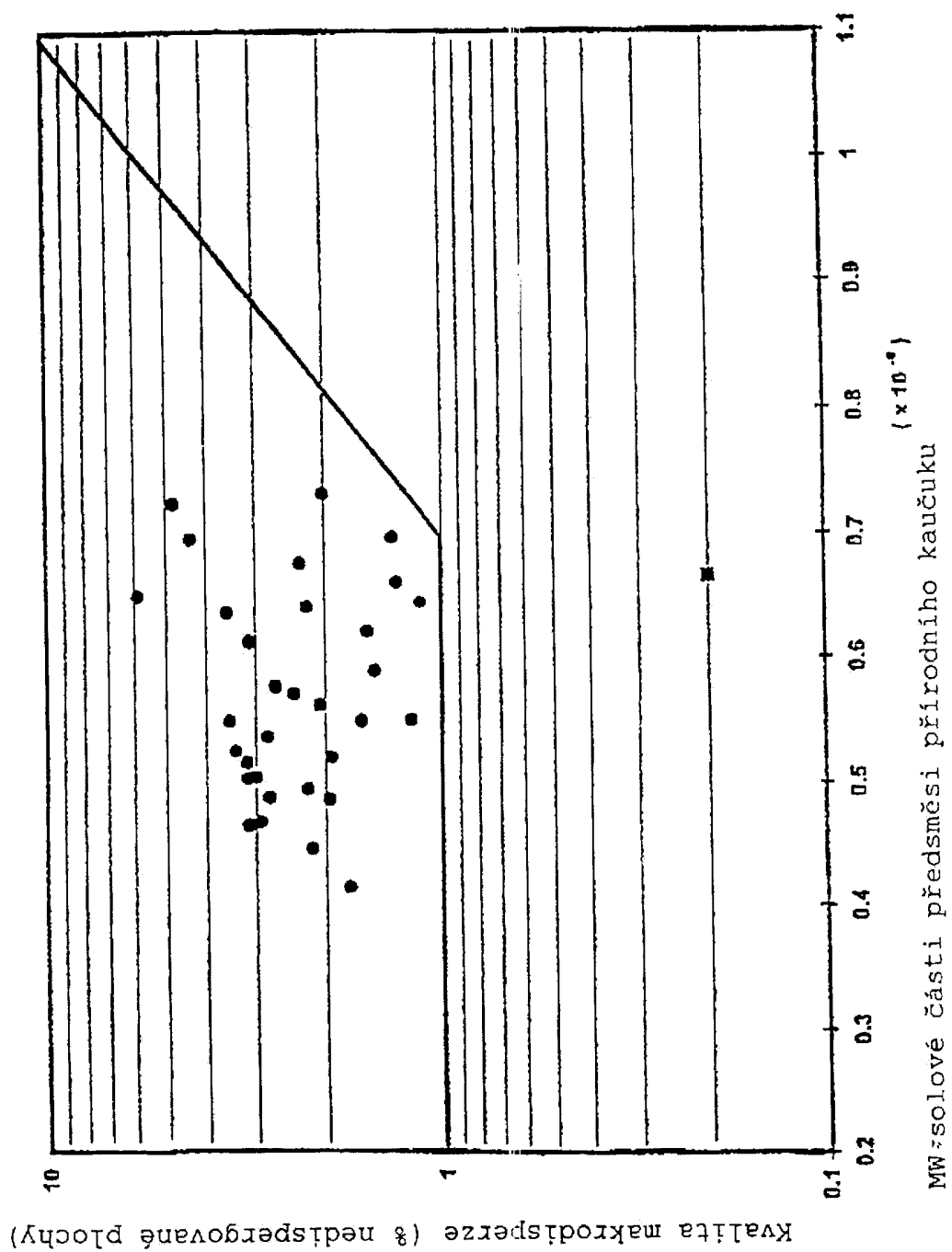


Obr. 15

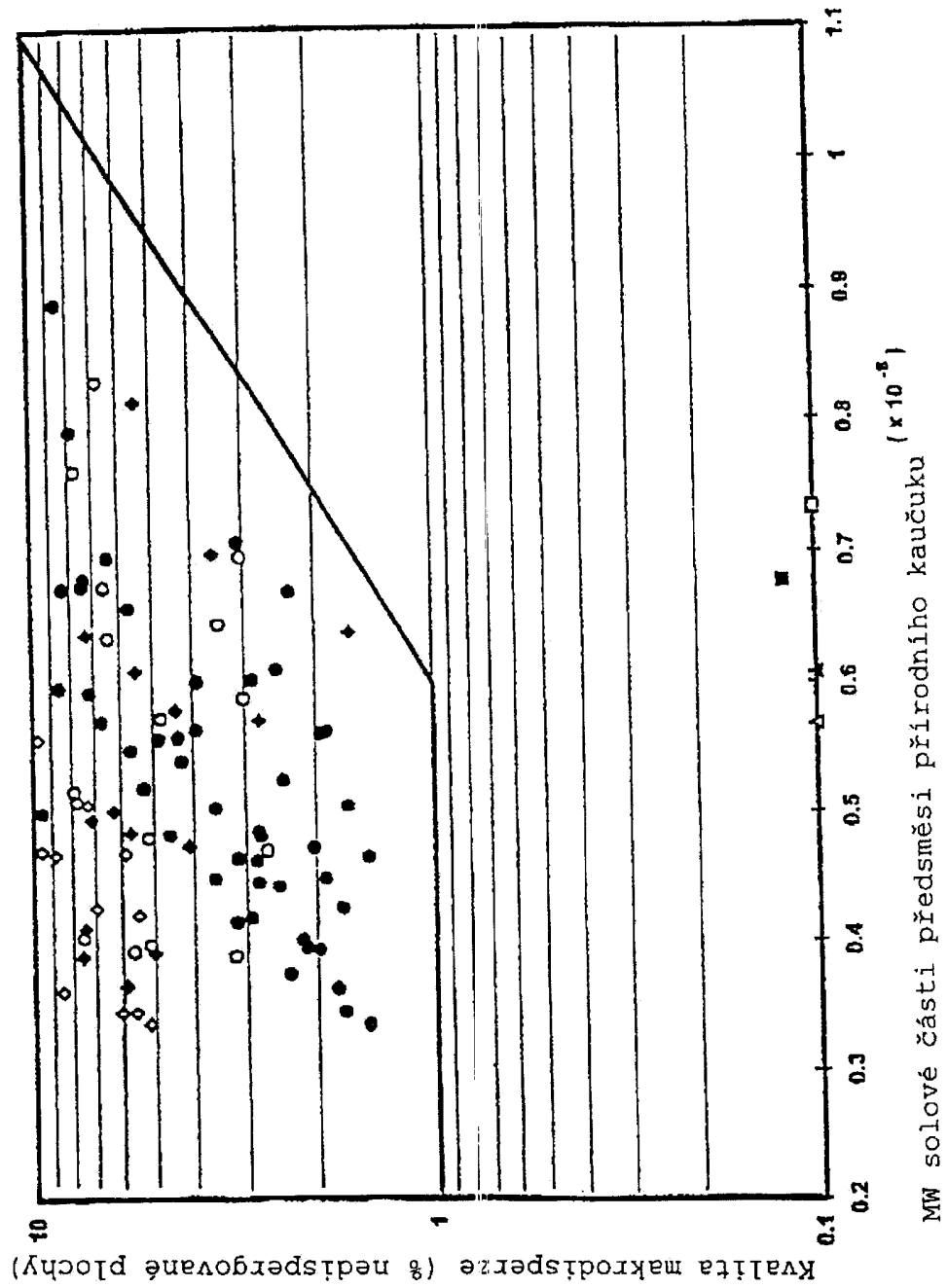


MW solové části předsměsi přírodního kaučuku

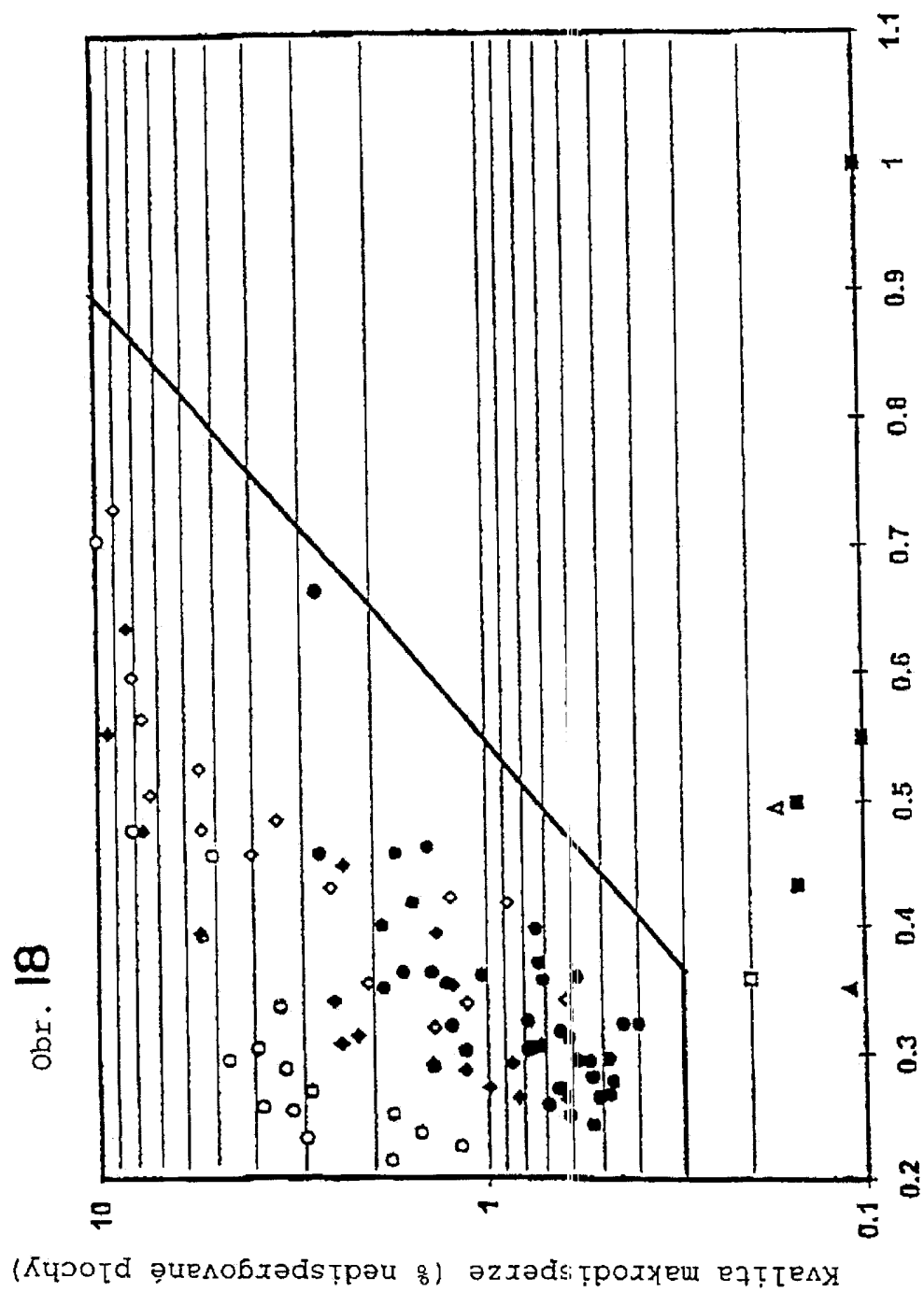
Obr. 16



Obr. 17

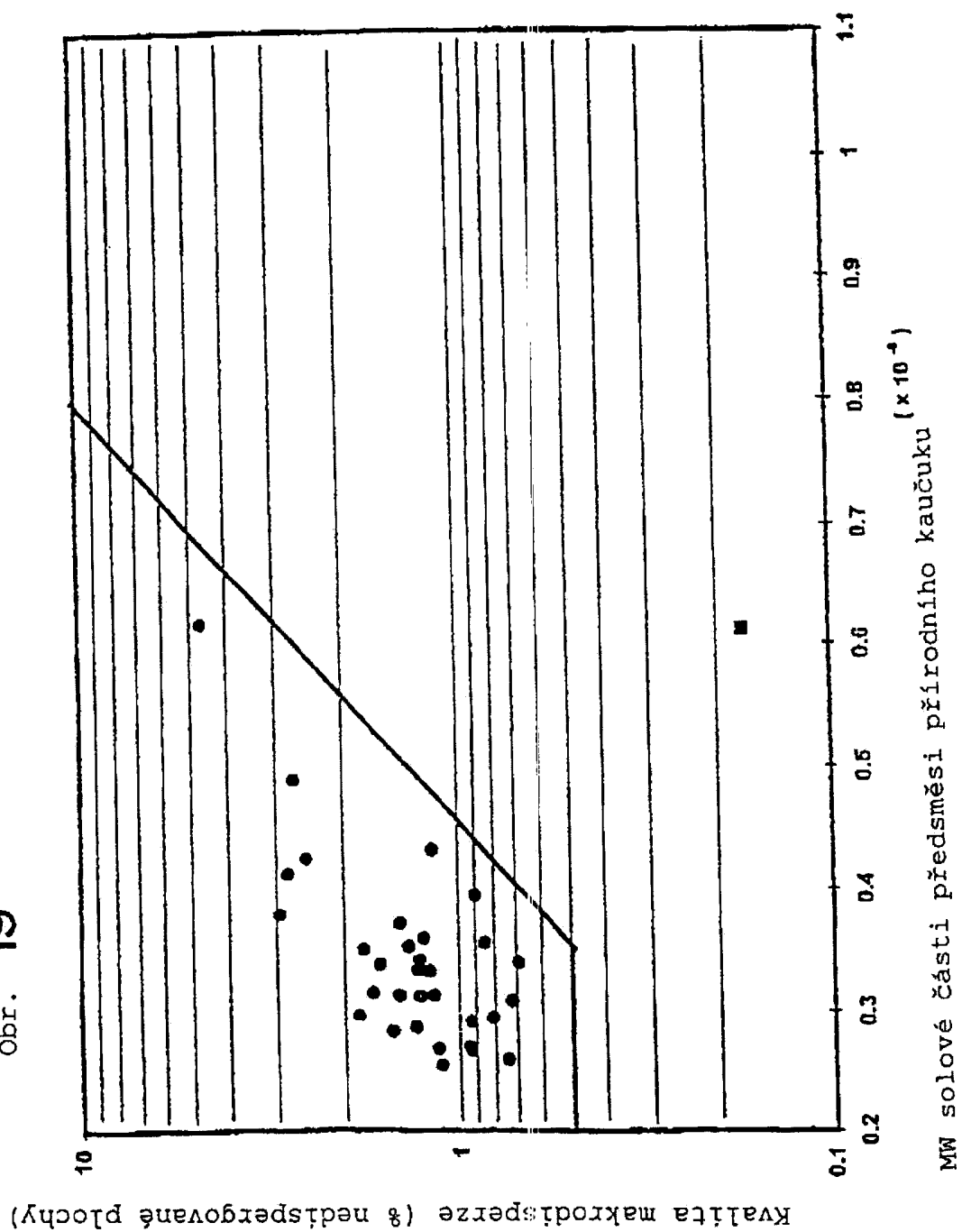


18
Obr.

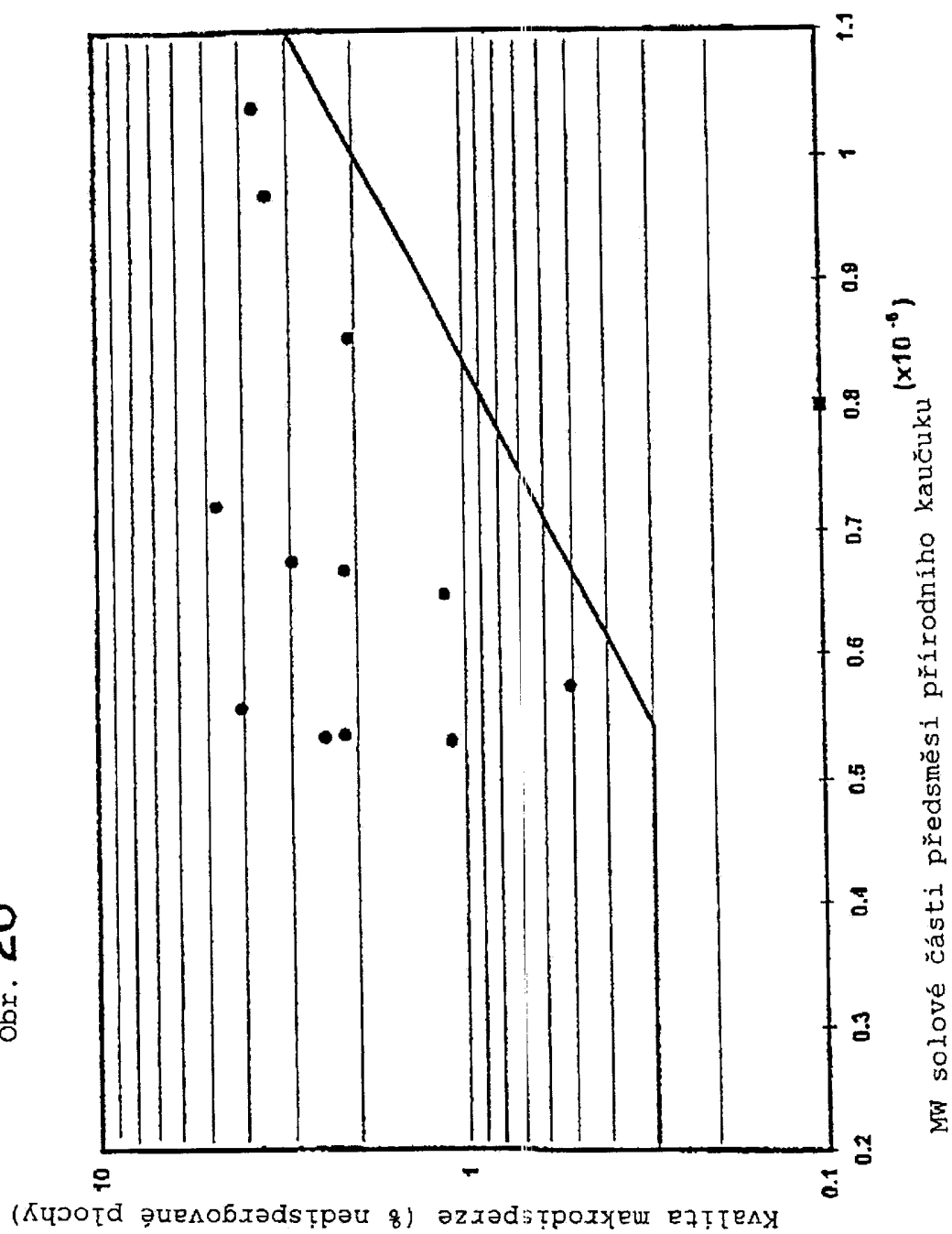


MW solové části předsměsi přírodního kaučuku ($\times 10^{-6}$)

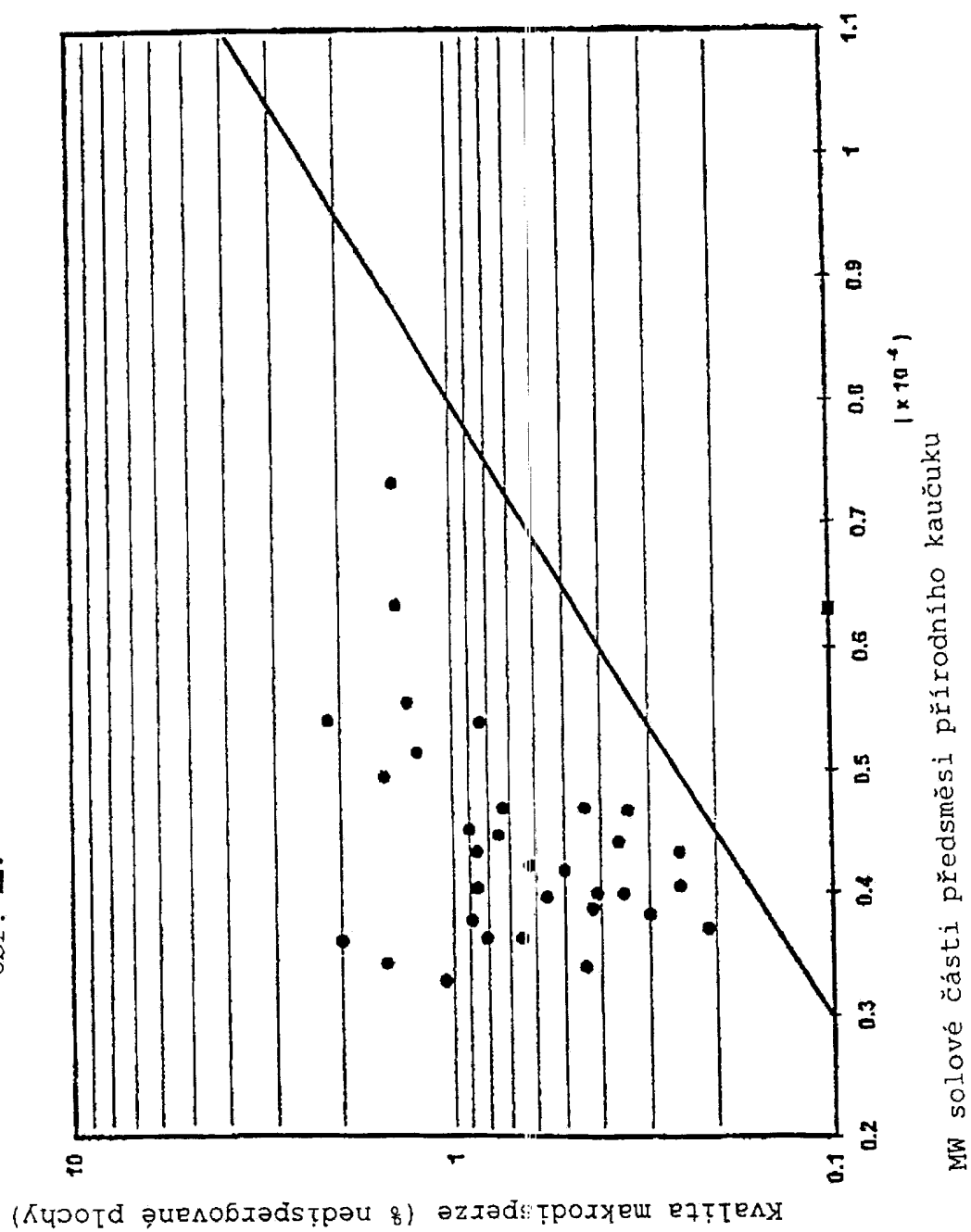
Obr. 19



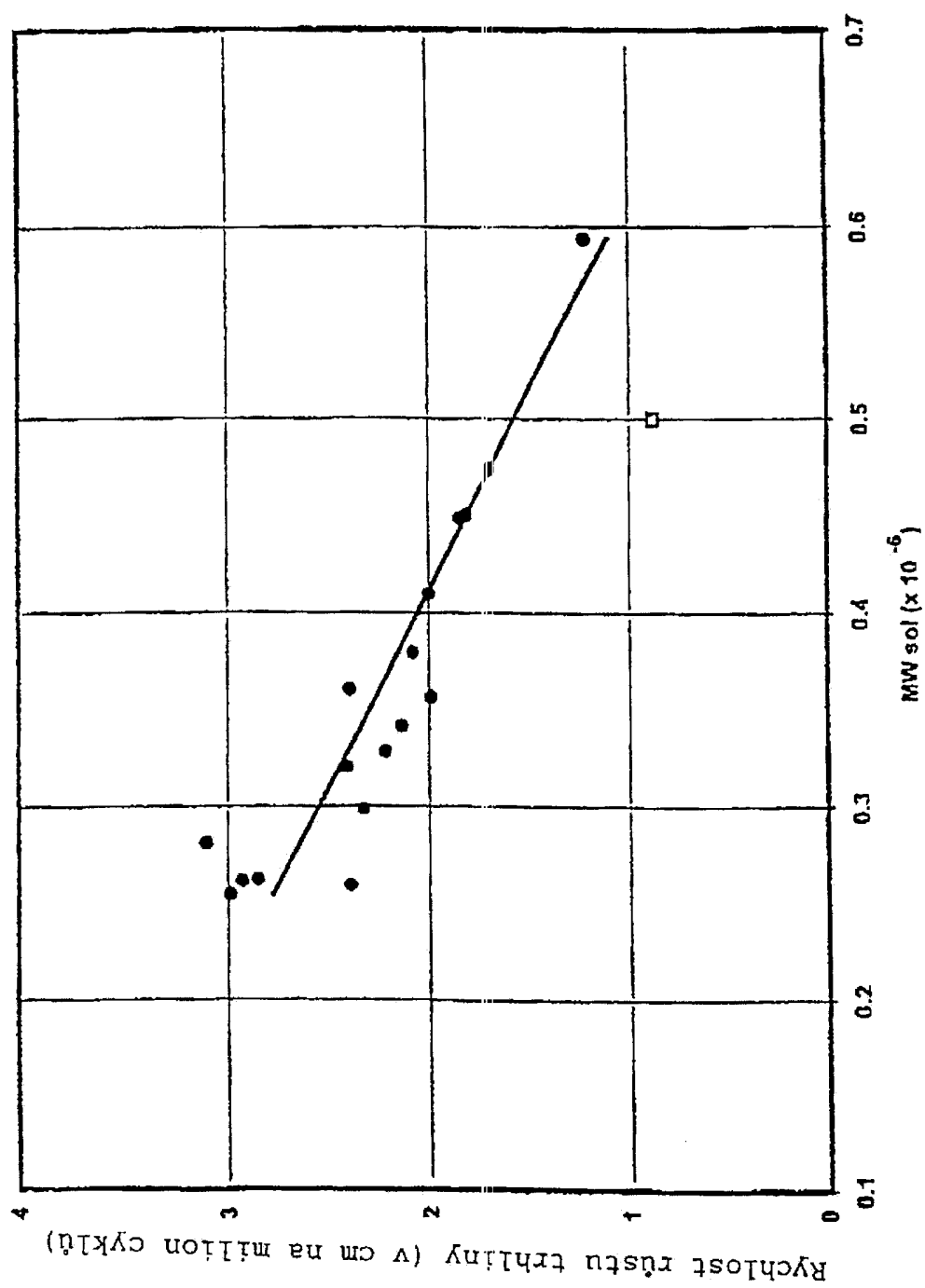
Obr. 20



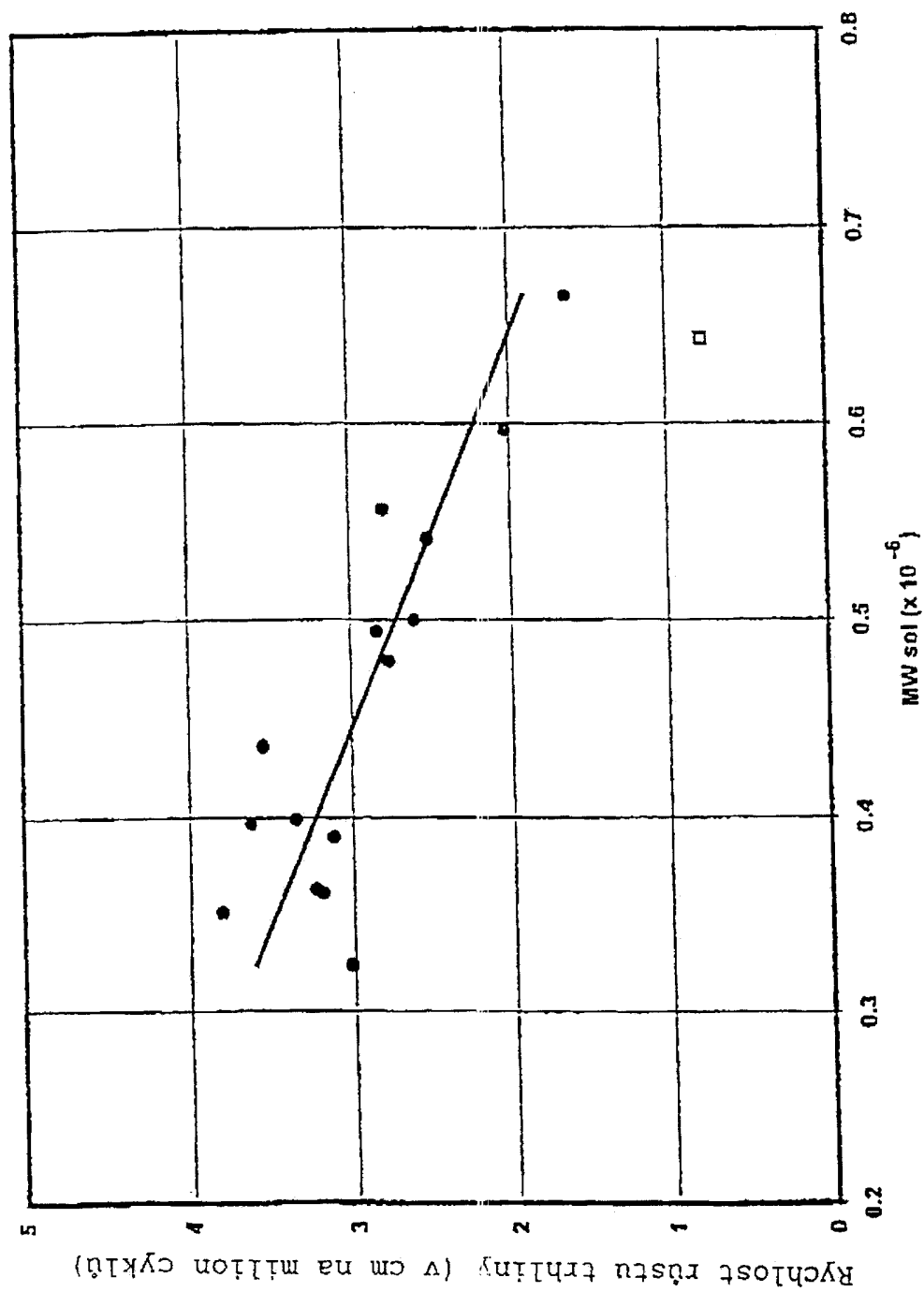
Obr. 21



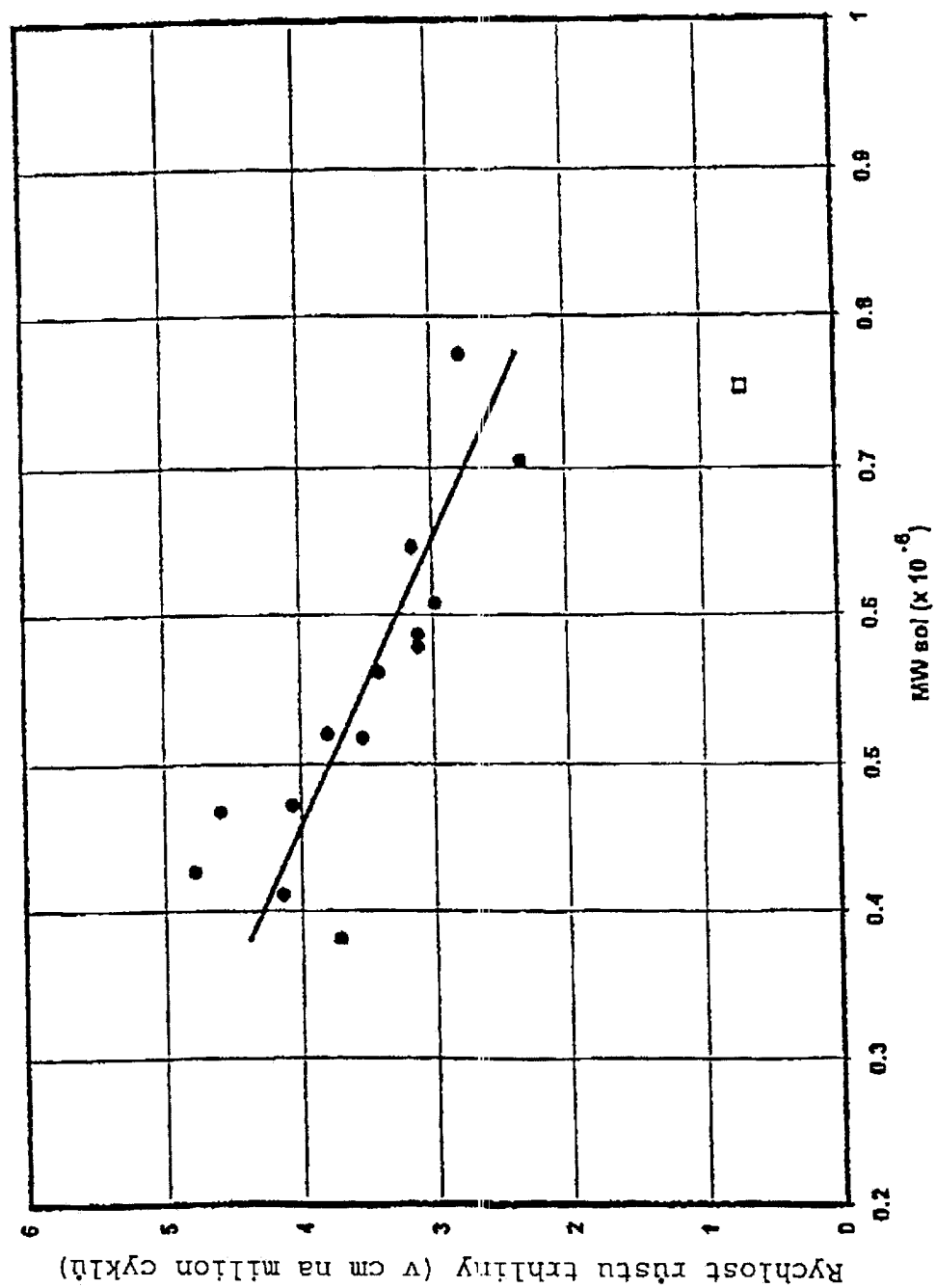
Obr. 22



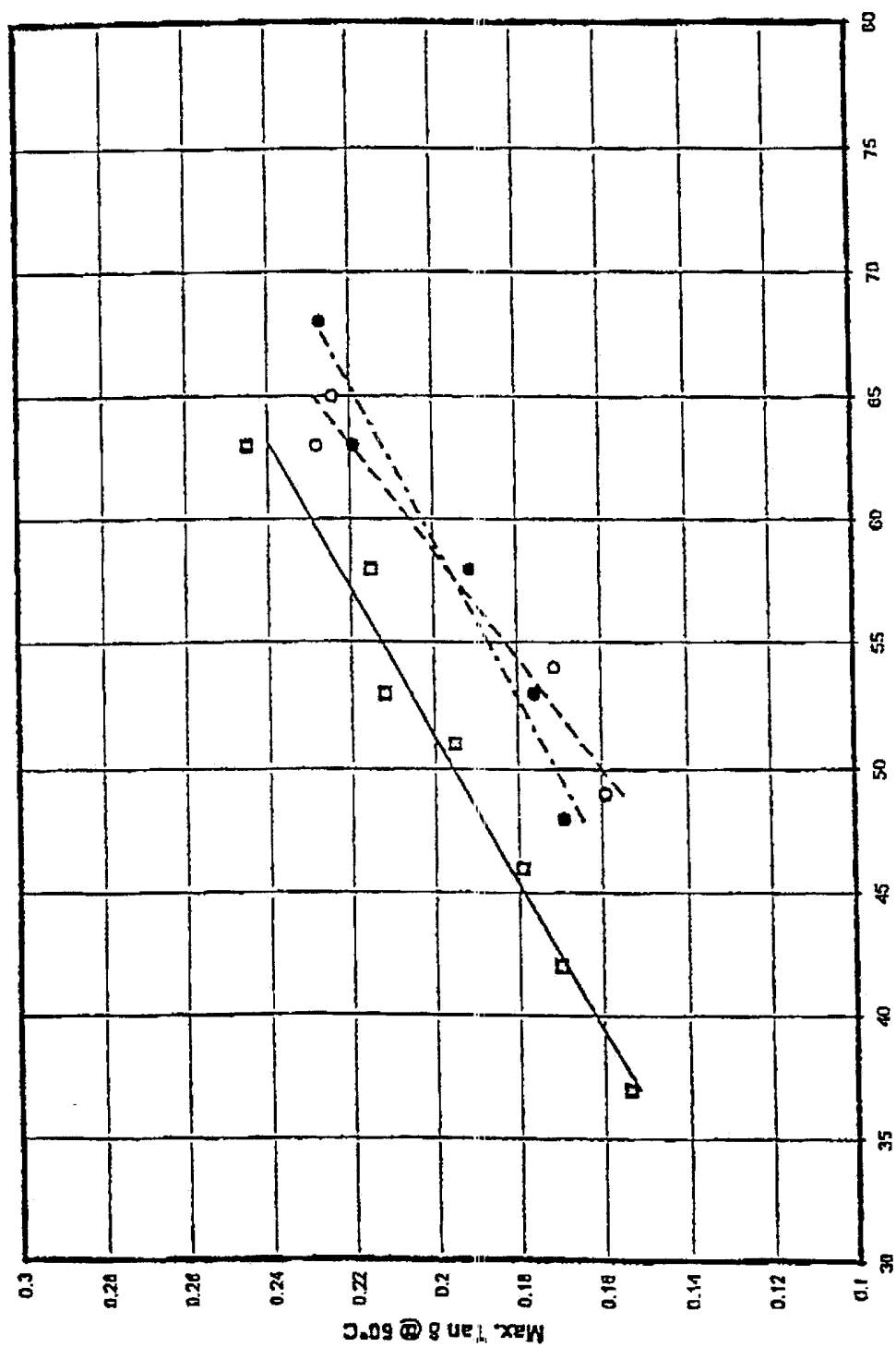
Obr. 23



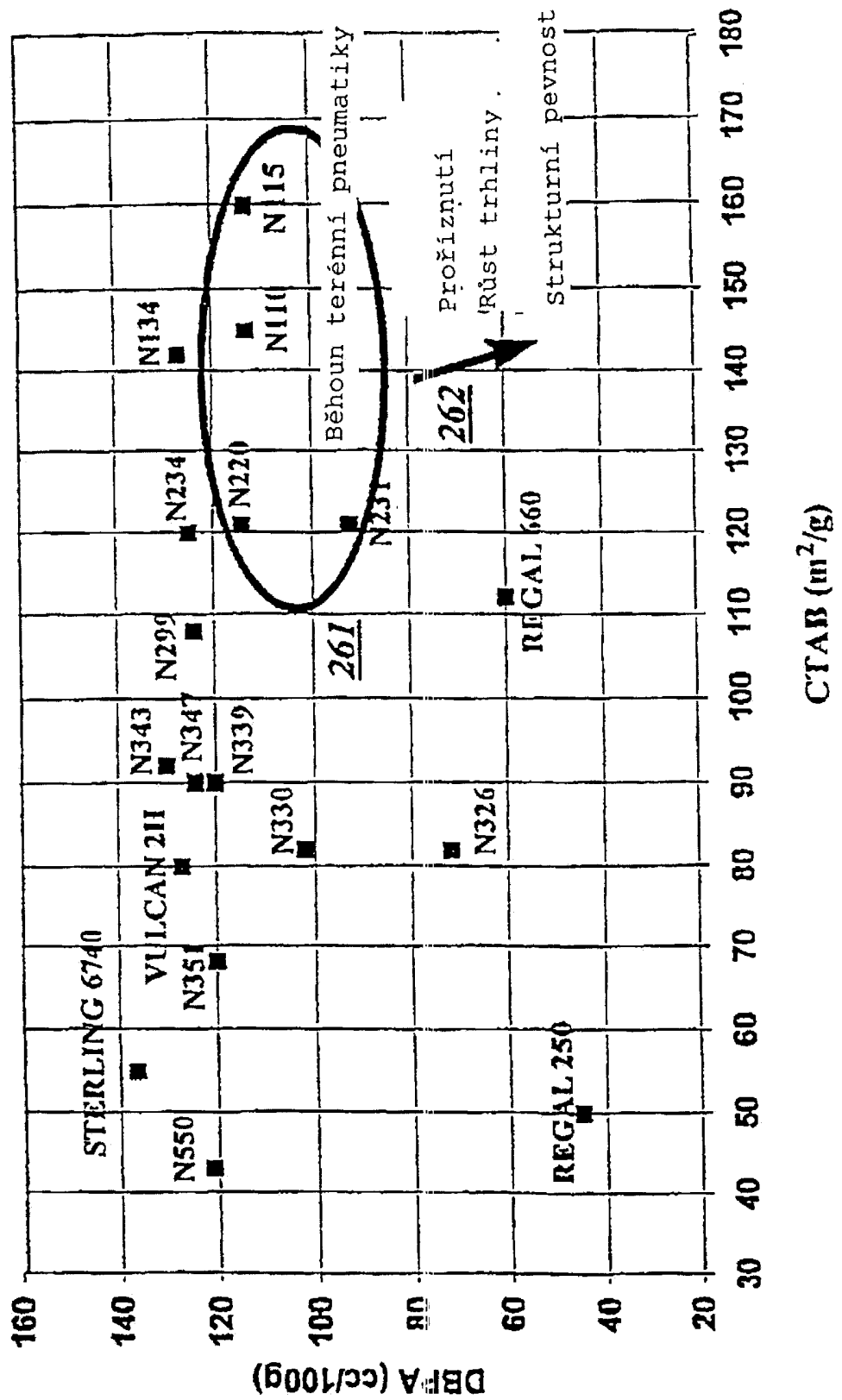
Obr. 24



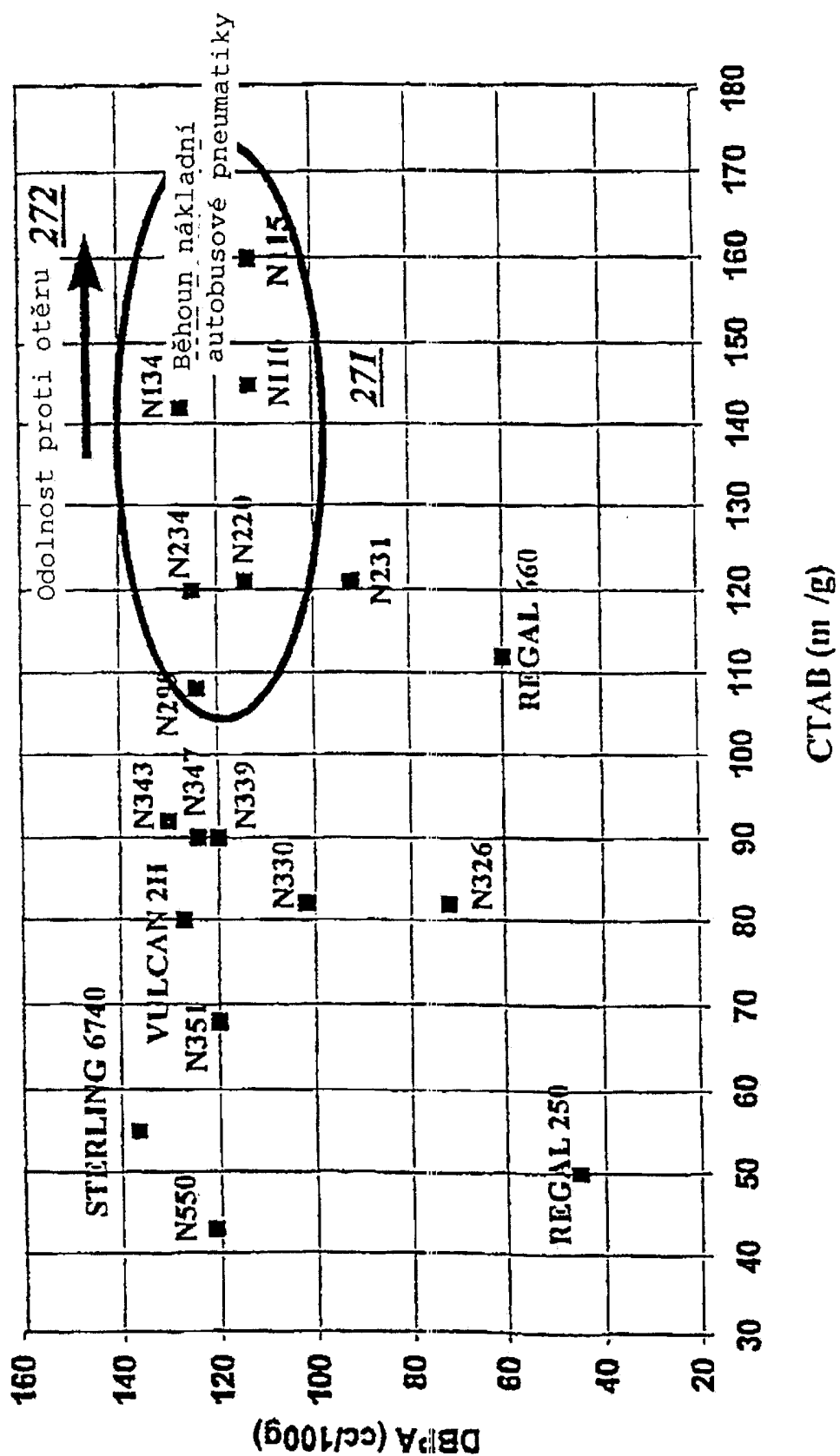
Obr. 25



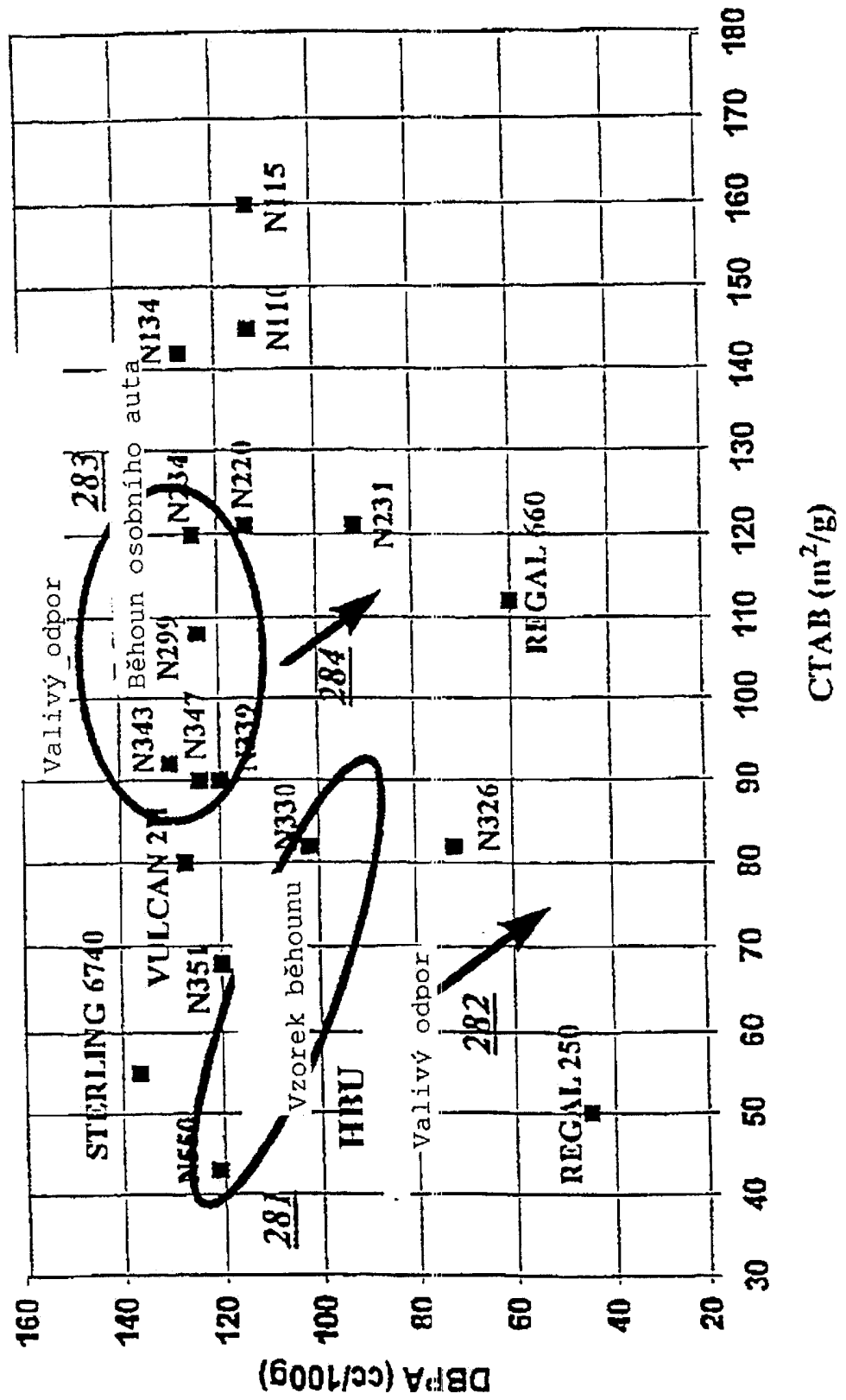
Obr. 26



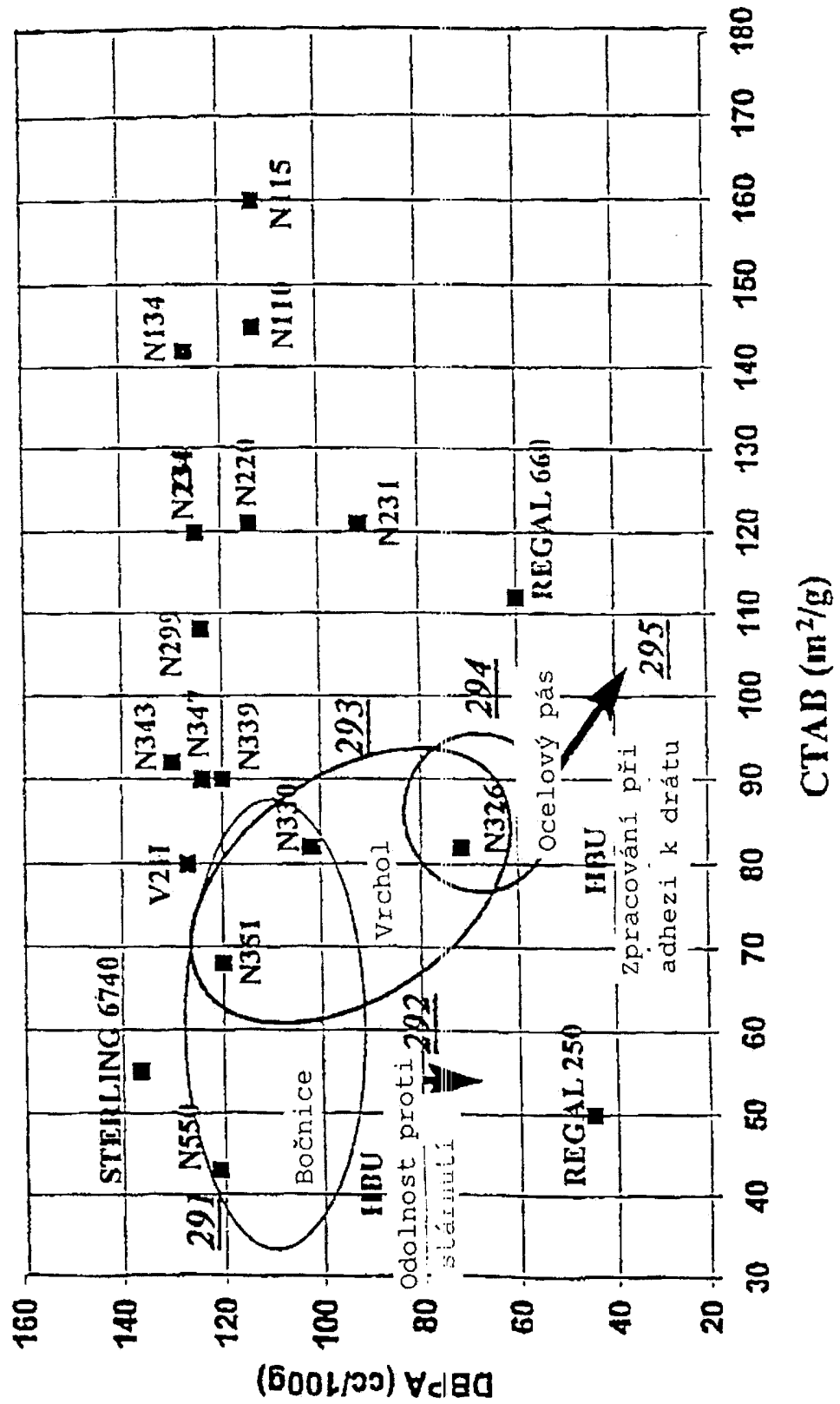
Obr. 27



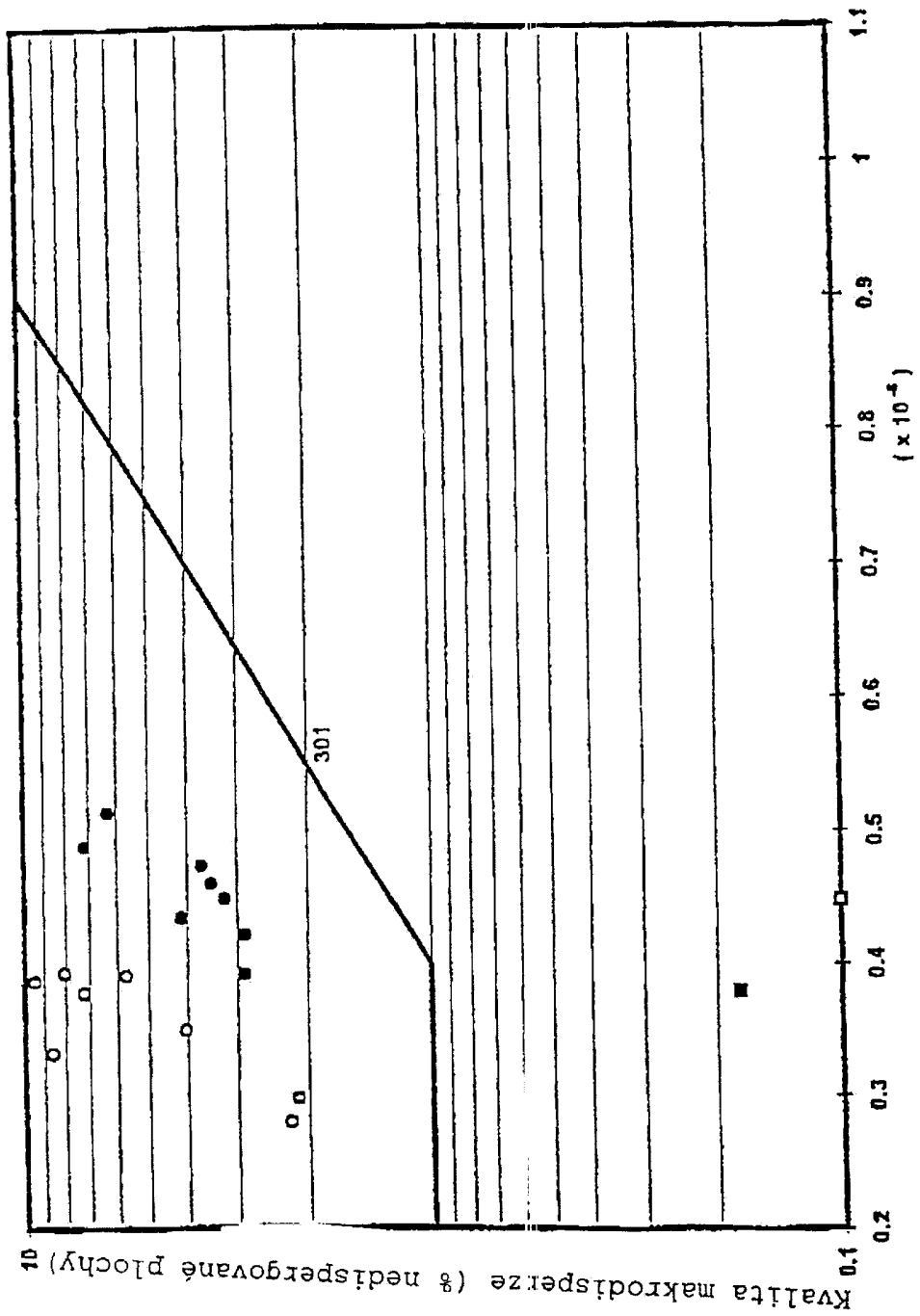
28
Obr.



Obr. 29

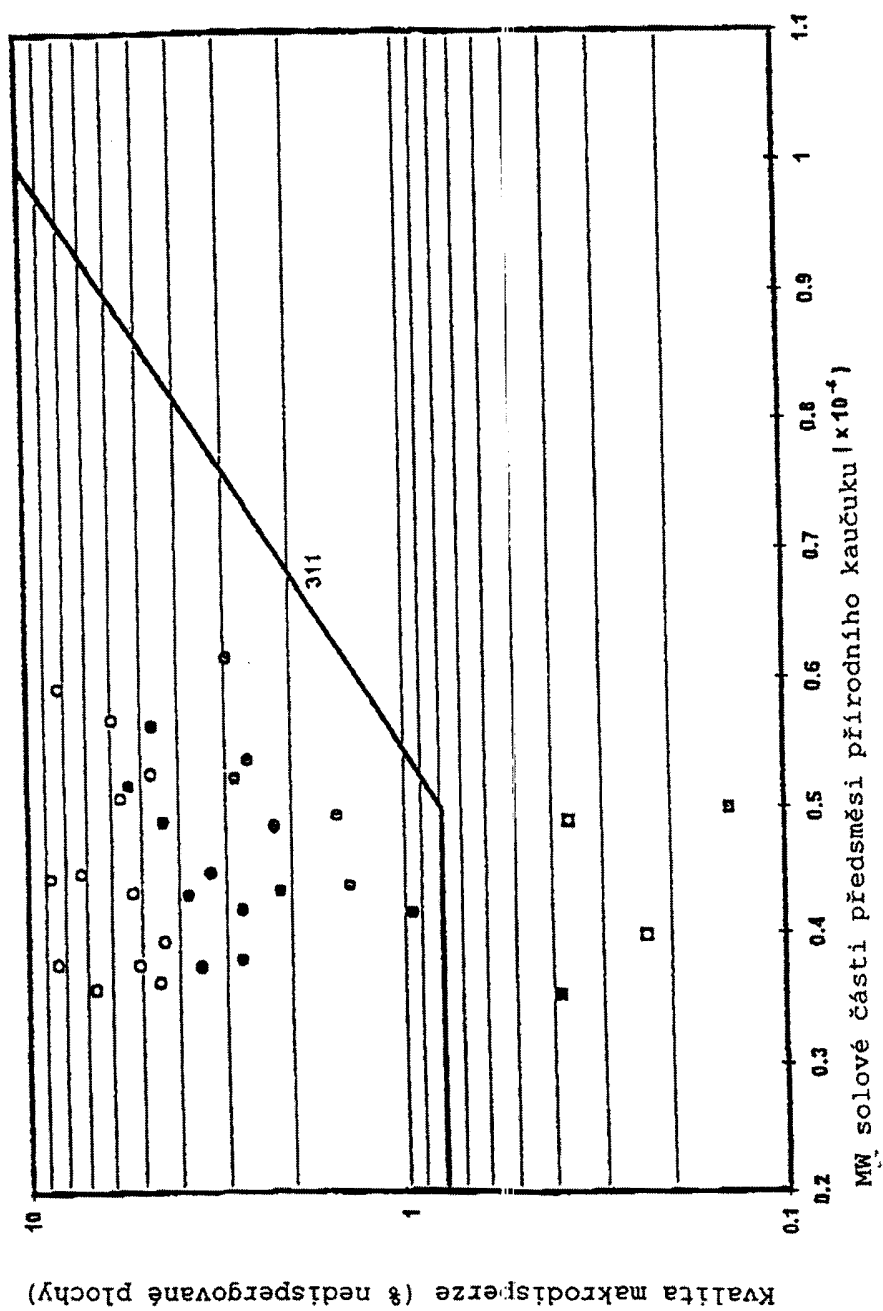


Obr. 30



MW solové části předsměsi přírodního kaučuku

Obr. 31



Konec dokumentu