



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108373557 A

(43)申请公布日 2018.08.07

(21)申请号 201711478000.2 *C08K 5/098*(2006.01)

(22)申请日 2017.12.29 *C08J 11/26*(2006.01)

(71)申请人 天台坤荣橡胶有限公司 *C08J 11/16*(2006.01)

地址 317200 浙江省台州市天台县三合镇
洪三工业功能区

(72)发明人 孔永胜 孔荣坤 杨登盛 许琦

(74)专利代理机构 慈溪夏远创科知识产权代理
事务所(普通合伙) 33286

代理人 陈伯祥

(51) Int. Cl.

C08L 17/00(2006.01)

C08L 91/00(2006.01)

C08L 45/02(2006.01)

C08K 9/06(2006.01)

C08K 3/34(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种高性能再生橡胶的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种高性能再生橡胶的制备方法,包括:将橡胶粉体、软化剂、活化剂、抗氧化剂、改性剂、改性纳米蒙脱土放入装有微波装置的搅拌设备中,搅拌,反应后得到高性能再生橡胶。纳米蒙脱土的加入增大了胶粒之间的摩擦力,使混合更加充分,同时,由于偶联剂的存在,改性后纳米蒙脱土会在再生胶的填料层更加均匀的分散。由于纳米蒙脱土的特殊片层结构,均匀分散在橡胶中纳米蒙脱土大大提高了橡胶的加工性能。第二,橡胶粉体在硫化过程中,由于ZDA是高度亲羟基的,可以形成羟基-金属离子络合物,大大加强了改性纳米蒙脱土在胶体中分散,增加了硫化胶的使用性能。因此,本发明制备的高性能再生橡胶具有加工性能好、强度高的特点。

1. 一种高性能再生橡胶的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

把80-120重量份橡胶粉体、6-10重量份软化剂、2-5重量份活化剂、1-3重量份抗氧剂、2-5重量份改性剂、6-10重量份改性纳米蒙脱土放入装有微波装置的搅拌设备中,搅拌,反应后得到高性能再生橡胶,

所述软化剂为环烷油与古马隆树脂的混合物,

所述活化剂为改性硬脂酸,

所述改性剂为二丙烯酸锌。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述橡胶粉体按照如下方法制备:

将废旧橡胶轮胎清洗、晾干、研磨,得到胎面粗胶粉;

将所述胎面粗胶粉第一次磁选除铁,筛选,粉碎,第二次磁选除铁,得到橡胶粉体。

3. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述环烷油与古马隆树脂的重量比为3:2。

4. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述改性硬脂酸按照如下方法制备:

将8-12重量份硬脂酸溶于无水乙醇中,加热搅拌10-30min,待硬脂酸充分混合后加入少量偶联剂KH-560和4-6重量份氧化铝粉末,反应40-60min,过滤、干燥,得到改性硬脂酸。

5. 根据权利要求4所述的制备方法,其特征在于,加热温度为60℃。

6. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述抗氧化剂为N-苯基-N-环己基对苯二胺。

7. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述改性纳米蒙脱土按照如下方法制备:

取1重量份偶联剂溶于无水乙醇中,加热搅拌10-15min,加热温度为60℃,加入8重量份纳米蒙脱土,搅拌,反应30-50min,过滤,干燥,得到改性纳米蒙脱土。

8. 根据权利要求7所述的制备方法,其特征在于,加热温度为60℃。

9. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,搅拌时间为40-50min。

10. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,搅拌设备的转速为40-60转/分。

一种高性能再生橡胶的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及材料成型加工技术领域,尤其涉及一种高性能再生橡胶的制备方法。

背景技术

[0002] 废旧橡胶的主要来源为报废的轮胎,胶管、胶带、鞋底、工业胶杂件以及橡胶厂的材料等产品的生产。近年来,我国每年约产生废胶橡胶100万吨,这些废旧的橡胶制品都没有得到充分的利用,有些地方将废旧橡胶作为燃料与煤掺烧,造成了严重的二次污染与资源的浪费,废旧橡胶的回收不仅扩大了橡胶原料来源,降低生产成本,而且可以保护环境。

[0003] 目前硫化胶的回收工艺大多采用机械化学法,在废旧橡胶中添加二硫化物,如二硫化二苯、二硫化二芞等,这些再生剂不仅会对环境造成危害,由于其含有活泼硫,受热时会使部分C-C键断裂,所得到的再生胶性能不稳定,因此,如何稳定高效地回收利用废旧橡胶是未来橡胶行业的发展方向。

发明内容

[0004] 本发明的主要目的在于提供一种高性能再生橡胶的制备方法,具有加工性能好、强度高的特点。

[0005] 为达到以上目的,本发明采用的技术方案为:

[0006] 本发明提供一种高性能再生橡胶的制备方法,包括以下步骤:把80-120重量份橡胶粉体、6-10重量份软化剂、2-5重量份活化剂、1-3重量份抗氧剂、2-5重量份改性剂、6-10重量份改性纳米蒙脱土放入装有微波装置的搅拌设备中,搅拌,反应后得到高性能再生橡胶,所述软化剂为环烷油与古马隆树脂的混合物,所述活化剂为改性硬脂酸,所述改性剂为二丙烯酸锌。

[0007] 优选的,所述橡胶粉体按照如下方法制备:将废旧橡胶轮胎清洗、晾干、研磨,得到胎面粗胶粉;将所述胎面粗胶粉第一次磁选除铁,筛选,粉碎,第二次磁选除铁,得到橡胶粉体。

[0008] 优选的,所述环烷油与古马隆树脂的重量比为3:2。

[0009] 优选的,所述改性硬脂酸按照如下方法制备:将8-12重量份硬脂酸溶于无水乙醇中,加热搅拌10-30min,待硬脂酸充分混合后加入少量偶联剂KH-560和4-6重量份氧化铝粉末,反应40-60min,过滤、干燥,得到改性硬脂酸。

[0010] 优选的,加热温度为60℃。

[0011] 优选的,所述抗氧化剂为N-苯基-N-环己基对苯二胺。

[0012] 优选的,所述改性纳米蒙脱土按照如下方法制备:取1重量份偶联剂溶于无水乙醇中,加热搅拌10-15min,加热温度为60℃,加入8重量份纳米蒙脱土,搅拌,反应30-50min,过滤,干燥,得到改性纳米蒙脱土。

[0013] 优选的,加热温度为60℃。

[0014] 优选的,搅拌时间为40-50min。

[0015] 优选的,搅拌设备的转速为40-60转/分。

[0016] 本发明提供一种高性能再生橡胶的制备方法,包括以下步骤:把80-120重量份橡胶粉体、6-10重量份软化剂、2-5重量份活化剂、1-3重量份抗氧化剂、2-5重量份改性剂、6-10重量份改性纳米蒙脱土放入装有微波装置的搅拌设备中,搅拌,反应后得到高性能再生橡胶,所述软化剂为环烷油与古马隆树脂的混合物,所述活化剂为改性硬脂酸,所述改性剂为二丙烯酸锌。与现有技术相比,本发明中纳米蒙脱土的加入增大了胶粒之间的摩擦力,使得混合更加充分,同时,由于偶联剂的存在,改性后纳米蒙脱土会在再生胶的填料层更加均匀的分散。另外,由于纳米蒙脱土的特殊片层结构,均匀分散在橡胶中纳米蒙脱土大大提高了橡胶的加工性能。第二,所制得得橡胶粉体在硫化过程中,由于ZDA是高度亲羟基的,可以形成羟基-金属离子络合物,大大加强了改性纳米蒙脱土在胶体中分散,增加了硫化胶的使用性能。因此,本发明制备的高性能再生橡胶具有加工性能好、强度高的特点。

具体实施方式

[0017] 以下描述用于揭露本发明以使本领域技术人员能够实现本发明。以下描述中的优选实施例只作为举例,本领域技术人员可以想到其他显而易见的变型。

[0018] 本发明提供一种高性能再生橡胶的制备方法,包括以下步骤:把80-120重量份橡胶粉体、6-10重量份软化剂、2-5重量份活化剂、1-3重量份抗氧化剂、2-5重量份改性剂、6-10重量份改性纳米蒙脱土放入装有微波装置的搅拌设备中,搅拌,反应后得到高性能再生橡胶,所述软化剂为环烷油与古马隆树脂的混合物,所述活化剂为改性硬脂酸,所述改性剂为二丙烯酸锌。

[0019] 本发明采用微波搅拌脱硫方法对再生橡胶进行再利用,在一定的温度下,微波提供的能量可以在不切断橡胶主链的前提下切断C-S键,起到脱硫的作用。普通的微波脱硫技术由于温度无法准确控制,导致微波脱硫过程中由于冲温或者温度波动,造成再生橡胶的机械加工性能较差,本发明将活化剂硬脂酸改性,加入氧化铝粉末,在活化的同时起到了一定的蓄热作用,即保证了温度的稳定,也在一定程度上降低了能耗。

[0020] 作为优选方案,所述橡胶粉体按照如下方法制备:将废旧橡胶轮胎清洗、晾干、研磨,得到胎面粗胶粉;将所述胎面粗胶粉第一次磁选除铁,筛选,粉碎,第二次磁选除铁,得到橡胶粉体。

[0021] 作为优选方案,所述环烷油与古马隆树脂的重量比为3:2。

[0022] 作为优选方案,所述改性硬脂酸按照如下方法制备:将8-12重量份硬脂酸溶于无水乙醇中,加热搅拌10-30min,待硬脂酸充分混合后加入少量偶联剂KH-560和4-6重量份氧化铝粉末,反应40-60min,过滤、干燥,得到改性硬脂酸。优选的,加热温度为60℃。

[0023] 作为优选方案,所述抗氧化剂为N-苯基-N-环己基对苯二胺。

[0024] 纳米蒙脱土的加入增大了胶粒之间的摩擦力,使得混合更加充分,同时,由于偶联剂的存在,改性后纳米蒙脱土会在再生胶的填料层更加均匀的分散,另外,由于纳米蒙脱土的特殊片层结构,均匀分散在橡胶中纳米蒙脱土大大提高了橡胶的加工性能。

[0025] 本发明以改性纳米蒙脱土为填料,废旧橡胶由于填料的添加,在打断C-S键之后,导致C-C主链不稳定,从而机械加工性能变差。

[0026] 作为优选方案,所述改性纳米蒙脱土按照如下方法制备:将取1重量份偶联剂溶于

无水乙醇中,加热搅拌10-15min,加热温度为60℃,加入8重量份纳米蒙脱土,搅拌,反应30-50min,过滤,干燥,得到改性纳米蒙脱土。优选的,加热温度为60℃。

[0027] 所制得得胶粉在硫化过程中,由于ZDA是高度亲羟基的,可以形成羟基-金属离子络合物,大大加强了填料在胶体中分散,增加了硫化胶的使用性能。

[0028] 在高性能再生橡胶的制备过程中,搅拌时间优选为40-50min,搅拌设备的转速优选为40-60转/分。

[0029] 从以上方案可以看出,本发明中纳米蒙脱土的加入增大了胶粒之间的摩擦力,使得混合更加充分,同时,由于偶联剂的存在,改性后纳米蒙脱土会在再生胶的填料层更加均匀的分散,另外,由于纳米蒙脱土的特殊片层结构,均匀分散在橡胶中纳米蒙脱土大大提高了橡胶的加工性能。第二,所制得得胶粉在硫化过程中,由于ZDA是高度亲羟基的,可以形成羟基-金属离子络合物,大大加强了填料在胶体中分散,增加了硫化胶的使用性能。因此,本发明制备的高性能再生橡胶具有加工性能好、强度高的特点。

[0030] 为了进一步理解本发明,下面结合实施例对本发明提供的技术方案进行详细说明,本发明的保护范围不受以下实施例的限制。

[0031] 本发明实施例采用的原料和化学试剂均为市购。

[0032] 所述软化剂为普通市售环烷油与古马隆树脂的混合物,比例为3:2;

[0033] 所述的活化剂为改性硬脂酸;

[0034] 所述的抗氧化剂为普通市售防老剂4010(N-苯基-N-环己基对苯二胺);

[0035] 所述的偶联剂为KH-560;

[0036] 所述的添加剂为改性纳米蒙脱土;

[0037] 所述的改性剂为二丙烯酸锌ZDA(化学纯)购自AlfaAesar。

[0038] 实施例1

[0039] 取10重量份硬脂酸溶于100ml无水乙醇,充分加热搅拌10-30min,加热温度为60℃,待硬脂酸充分混合后加入少量偶联剂KH-560和5重量份氧化铝粉末,反应40-60min,反应完全后过滤干燥制得改性硬脂酸。

[0040] 取1重量份偶联剂溶于100ml无水乙醇,充分加热搅拌10-15min,加热温度为60℃,加入8重量份纳米蒙脱土,充分搅拌反应30-50min,反应完全后过滤干燥制得改性纳米蒙脱土。

[0041] 将废旧橡胶轮胎进行清洗10-20min,待清洗干净后晾干,将晾干的废旧橡胶轮胎在机台上磨面,并收集胎面粗胶粉。

[0042] 胎面粗粉进行磁选除铁得到筛选后的胎面粗粉。

[0043] 将筛选后的胎面粗粉用粉碎机粉碎(40-60目),进行二次磁选除铁后将胶粉打包。

[0044] 把胶粉100重量份、软化剂10重量份、活化剂5重量份、抗氧剂2重量份、改性剂2重量份、改性纳米蒙脱土10重量份放入装有微波装置的搅拌设备中,充分搅拌45min,转速为40-60转/分,结束后由吸风装置吸入装料斗进行打包包装。

[0045] 检测其拉伸强度为18MPa、灰分为12%、扯断伸长率为550%、15日门尼变化(Δ ML)为2。

[0046] 实施例2

[0047] 取10重量份硬脂酸溶于100ml无水乙醇,充分加热搅拌10-30min,加热温度为60

℃,待硬脂酸充分混合后加入少量偶联剂KH-560和5重量份氧化铝粉末,反应40-60min,反应完全后过滤干燥制得改性硬脂酸。

[0048] 取1重量份偶联剂溶于100ml无水乙醇,充分加热搅拌10-15min,加热温度为60℃,加入8重量份纳米蒙脱土,充分搅拌反应30-50min,反应完全后过滤干燥制得改性纳米蒙脱土。

[0049] 将废旧橡胶轮胎进行清洗10-20min,待清洗干净后晾干,将晾干的废旧橡胶轮胎在机台上磨面,并收集胎面粗胶粉。

[0050] 胎面粗粉进行磁选除铁得到筛选后的胎面粗粉。

[0051] 将筛选后的胎面粗粉用粉碎机粉碎(40-60目),进行二次磁选除铁后将胶粉打包。

[0052] 把胶粉100重量份、软化剂8重量份、活化剂3重量份、抗氧剂1重量份、改性剂3重量份改性纳米蒙脱土8重量份放入装有微波装置的搅拌设备中,充分搅拌45min,转速为40-60转/分,结束后由吸风装置吸入装料斗进行打包包装。

[0053] 检测其拉伸强度为15MPa、灰分为10%、扯断伸长率为500%、15日门尼变化(Δ ML)为1。

[0054] 实施例3

[0055] 取10重量份硬脂酸溶于100ml无水乙醇,充分加热搅拌10-30min,加热温度为60℃,待硬脂酸充分混合后加入少量偶联剂KH-560和5重量份氧化铝粉末,反应40-60min,反应完全后过滤干燥制得改性硬脂酸。

[0056] 取1重量份偶联剂溶于100ml无水乙醇,充分加热搅拌10-15min,加热温度为60℃,加入8重量份纳米蒙脱土,充分搅拌反应30-50min,反应完全后过滤干燥制得改性纳米蒙脱土。

[0057] 将废旧橡胶轮胎进行清洗10-20min,待清洗干净后晾干,将晾干的废旧橡胶轮胎在机台上磨面,并收集胎面粗胶粉。

[0058] 胎面粗粉进行磁选除铁得到筛选后的胎面粗粉。

[0059] 将筛选后的胎面粗粉用粉碎机粉碎(40-60目),进行二次磁选除铁后将胶粉打包。

[0060] 把胶粉100重量份、软化剂6重量份、活化剂2重量份、抗氧剂1重量份、改性剂5重量份、改性纳米蒙脱土6重量份放入装有微波装置的搅拌设备中,充分搅拌45min,转速为40-60转/分,结束后由吸风装置吸入装料斗进行打包包装。

[0061] 检测其拉伸强度为13MPa、灰分为16%、扯断伸长率为440%、15日门尼变化(Δ ML)为7。

[0062] 对比例

[0063] 采用实施例1的制备方法,采用的原料和性能如表1所示。

表1本发明对比例采用的原料和性能测试结果

	胶粉	软化剂	活化剂	抗氧化剂	改性纳米蒙脱土	改性剂	拉伸强度 (MPa)	灰分 (%)	扯断伸长率 (%)	15 日门尼变化
对比例 1	100	10	5	2	0	3	8	8	300	3
对比例 2	100	10	0	2	10	3	14	13	350	8
对比例 3	100	10	5	0	10	0	15	10	500	3

[0064] 以上显示和描述了本发明的基本原理、主要特征和本发明的优点。本行业的技术人员应该了解,本发明不受上述实施例的限制,上述实施例和说明书中描述的只是本发明的原理,在不脱离本发明精神和范围的前提下本发明还会有各种变化和改进,这些变化和进步都落入要求保护的本发明的范围内。本发明要求的保护范围由所附的权利要求书及其等同物界定。