



(12)

## Veröffentlichung

der internationalen Anmeldung mit der  
(87) Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2015/068415**  
in deutscher Übersetzung (Art. III § 8 Abs. 2 IntPatÜG)  
(21) Deutsches Aktenzeichen: **11 2014 005 088.1**  
(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/JP2014/062268**  
(86) PCT-Anmeldetag: **07.05.2014**  
(87) PCT-Veröffentlichungstag: **14.05.2015**  
(43) Veröffentlichungstag der PCT Anmeldung  
in deutscher Übersetzung: **11.08.2016**

(51) Int Cl.: **C08J 3/20 (2006.01)**  
**C08K 3/04 (2006.01)**  
**C08K 5/24 (2006.01)**  
**C08L 21/00 (2006.01)**

(30) Unionspriorität:  
**2013-232138            08.11.2013    JP**

(71) Anmelder:  
**Toyo Tire & Rubber Co., Ltd., Osaka-shi, JP**

(74) Vertreter:  
**CBDL Patentanwälte, 47051 Duisburg, DE**

(72) Erfinder:  
**Minouchi, Norio, Osaka-shi, Osaka, JP**

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

(54) Bezeichnung: **Herstellungsverfahren für Kautschukzusammensetzung**

(57) Zusammenfassung: Ein Herstellungsverfahren für eine Kautschukzusammensetzung umfassend: die Anwendung eines Innenmischers, um einen nassen Kautschuk-Masterbatch zu mischen/dispersieren, der einen Ruß, eine Hydrazidverbindung, ein Anti-Aging-Mittel und Schwefel enthält, wobei der Zeitpunkt, an dem die Hydrazidverbindung in den Innenmischer gefüllt wird, nicht derselbe Zeitpunkt ist, an dem das Anti-Aging-Mittel dort eingefüllt wird, aber derselbe Zeitpunkt, an dem die Schwefelkomponente dort eingefüllt wird.

**Beschreibung**

## TECHNISCHES GEBIET DER ERFINDUNG

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft ein Herstellungsverfahren für eine Kautschukzusammensetzung. Diese Kautschukzusammensetzung ist als Rohmaterial für einen vulkanisierten Kautschuk mit ausgezeichneter Zerreifestigkeitsleistung und niedriger exothermer Leistung ntzlich.

## HINTERGRUND DER ERFINDUNG

**[0002]** Es ist bisher in der Kautschukindustrie bekannt gewesen, dass, wenn eine Kautschukzusammensetzung, die einen Fllstoff enthlt wie Ru, produziert wird, ein nasser Kautschuk-Masterbatch verwendet wird, um die Bearbeitbarkeit der Zusammensetzung und die Dispergierbarkeit des Fllstoffs zu verbessern. Dies ist eine Situation, in der der Fllstoff und ein Dispergierlsungsmittel im Voraus in einem vorgegebenen Verhltnis zueinander gemischt werden, der Fllstoff durch mechanische Kraft in das Dispergierlsungsmittel dispergiert wird, um eine Fllstoff enthaltende Aufschlmmlsung zu erhalten, diese Aufschlmmlsung mit einer Kautschuklatexlsung in einer flssigen Phase gemischt wird, ein Verfestigungsmittel wie eine Sure in die Mischung hinzugefgt wird, um die Mischung zu verfestigen, und die gefestigte Mischung gesammelt und getrocknet wird. Falls der nasse Kautschuk-Masterbatch verwendet wird, erhlt man eine Kautschukzusammensetzung, die in Bezug auf Fllstoffdispergierbarkeit und Kautschukeigenschaften wie Verarbeitbarkeit und Verstrkbarkeit besser ist, als wenn ein trockener Masterbatch verwendet wird, den man durch Mischen eines Fllstoffs und eines Kautschuks miteinander in einer festen Phase erhlt. Die Verwendung einer solchen Kautschukzusammensetzung als Rohmaterial macht es mglich, zum Beispiel einen Luftreifen und andere Kautschukprodukte herzustellen, die einen verringerten Rollwiderstand und eine ausgezeichnete Ermdungsfestigkeit haben.

**[0003]** In der Zwischenzeit ist es fr einen vulkanisierten Kautschuk, der fr Reifen verwendet wird, unerlsslich, hinsichtlich Zerreifestigkeitsleistung und anderen Eigenschaften aus der Sicht einer verbesserten Haltbarkeit verbessert zu werden. Zu diesem Zweck ist es notwendig, eine Wechselwirkung zwischen Ru, der ein verstrkender Fllstoff ist, und Kautschuk zu erhhen, um die Dispergierbarkeit des Rues im Kautschuk zu erhhen.

**[0004]** Als ein Verfahren zur Erhhung der Dispergierbarkeit eines verstrkenden Fllstoffs in einer Kautschukzusammensetzung beschreibt das nachstehend aufgefhrte Patentdokument 1 ein Verfahren zum Einmischen einer Hydrazidverbindung und eines verstrkenden Fllstoffs in eine Rohkautschukzusammensetzung.

**[0005]** Nachstehend aufgefhrtes Patentdokument 2 beschreibt ein Verfahren fr die Herstellung eines Masterbatches, der eine Kautschukkomponente, einen Fllstoff und eine Kautschukchemikalie enthlt, bei dem ein erster Kneeter eingesetzt wird, um die Kautschukkomponente und den Fllstoff zu kneten, und dann ein zweiter Kneeter verwendet wird, um die Kautschukchemikalie weiter in den resultierenden Masterbatch zu mischen.

**[0006]** Nachstehend aufgefhrtes Patentdokument 3 beschreibt ein Verfahren, mit dem 0,1 bis 5 Masseteile einer Hydrazidverbindung und 0,2 bis 5 Masseteile einer Zinkblume gleichzeitig in 100 Masseteile einer Kautschukkomponente, die mindestens aus einem von natrlichen Kautschuken und dienbasierten synthetischen Kautschuken besteht, in einem Kautschukmisch- und Kneteschritt gefllt werden, ehe ein Vulkanisierungsmittel dort eingefllt wird, und ferner das Mischen und Kneten bei Einstellung einer Hchsttemperatur des Systems auf 130 bis 170 °C erreicht wird.

**[0007]** Nachstehend aufgefhrtes Patentdokument 4 beschreibt ein Verfahren, mit dem 20 bis 150 Masseteile eines Fllstoffs und 0,05 bis 20 Masseteile einer Hydrazidverbindung in 100 Masseteile von mindestens einem Kautschuk gemischt werden, der aus einer Gruppe ausgewhlt wird, die aus Naturkautschuken und dienbasierten synthetischen Kautschuken besteht.

## DOKUMENTE DES STANDS DER TECHNIK

## PATENTDOKUMENTE

**[0008]**

Patentdokument 1: JP-B-07-57828  
Patentdokument 2: JP-A-2010-65126  
Patentdokument 3: JP-A-2001-172435  
Patentdokument 4: JP-A-04-136048

## ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

### VON DER ERFINDUNG ZU LÖSENDE AUFGABEN

**[0009]** Die Erfinder führten intensive Untersuchungen durch, um festzustellen, dass die oben erwähnten vorgehenden Verfahren nachstehend hierin beschriebene Nachteile haben. Insbesondere tendiert nach dem in Patentdokument 1 beschriebenen Verfahren die resultierende Kautschukzusammensetzung dazu, sich in ihrer Bearbeitbarkeit zu verschlechtern, und die Dispergierbarkeit eines verstärkenden Füllstoffs darin wird nicht genügend verbessert. Nach dem in Patentdokument 2 beschriebenen Verfahren, das eine Beschreibung des Mischens einer Hydrazidverbindung einschließt, werden die Hydrazidverbindung und ein Anti-Aging-Mittel gleichzeitig eingefüllt, so dass die Resultierende die Tendenz hat, sich in Bezug auf Füllstoffdispergierbarkeit darin zu verschlechtern.

**[0010]** Ferner hat bei dem in den Patentdokumenten 3 und 4 beschriebenen Verfahren die Mischung einer spezifischen Hydrazidverbindung eine technische Bedeutung. Daher weder beschreiben noch empfehlen diese Dokumente, auf welcher Stufe die Hydrazidverbindung im Lichte einer Beziehung zu einem Anti-Aging-Mittel beigemischt werden sollte.

**[0011]** Im Lichte der oben erwähnten gegenwärtigen Situation wurde die vorliegende Erfindung gemacht, und ein Gegenstand derselben besteht darin, ein Herstellungsverfahren für eine Kautschukzusammensetzung bereitzustellen, die es ermöglicht, den resultierenden vulkanisierten Kautschuk in Bezug auf Zerreißfestigkeitsleistung und niedrige exotherme Leistung zu verbessern. Außerdem betrifft die Erfindung Luftreifen, die durch Verwendung der Kautschukzusammensetzung erhalten werden.

### MITTEL ZUM LÖSEN DER AUFGABEN

**[0012]** Um die oben erwähnten Aufgaben zu lösen, hat die vorliegende Erfindung folgenden Gegenstand: Die vorliegende Erfindung betrifft ein Herstellungsverfahren für eine Kautschukzusammensetzung umfassend: Anwendung eines Innenmischers, um einen nassen Kautschuk-Masterbatch zu mischen/dispergieren, der einen Ruß, eine Hydrazidverbindung, ein Anti-Aging-Mittel und Schwefel enthält, wobei der Zeitpunkt, an dem die Hydrazidverbindung in den Innenmischer gefüllt wird, nicht derselbe Zeitpunkt ist, an dem das Anti-Aging-Mittel dort eingefüllt wird, sondern derselbe Zeitpunkt, an dem die Schwefelkomponente dort eingefüllt wird.

**[0013]** Bei diesem Herstellungsverfahren für die Kautschukzusammensetzung erzeugt zur Zeit des Knetens des nassen Kautschuk-Masterbatches, der den Ruß im Innenmischer enthält, ein dienbasierter Kautschuk im nassen Kautschuk-Masterbatch Polymerradikale. Wenn die Hydrazidverbindung auf dieser Stufe anwesend ist, reagiert die Hydrazidverbindung mit dem dienbasierten Kautschuk durch Einwirkung der Polymerradikale und reagiert ferner mit dem Ruß. Mit anderen Worten, die Hydrazidverbindung wird als Mediation benutzt, um Bindungen effizient zwischen dem Polymer im dienbasierten Kautschuk und dem Ruß zu erzeugen, so dass der Ruß in seiner Dispergierbarkeit sehr gut wird. Daher kann der resultierende vulkanisierte Kautschuk in Bezug auf niedrige exotherme Leistung verbessert werden.

**[0014]** Wenn jedoch Polymerradikale, die in einem dienbasierten Kautschuk in einem nassen Kautschuk-Masterbatch erzeugt werden, mit einer Hydrazidverbindung reagieren, verursacht die Anwesenheit eines Anti-Aging-Mittels, dass die im dienbasierten Kautschuk erzeugten Polymerradikale konkurrenzfähig mit der Hydrazidverbindung und dem Anti-Aging-Mittel reagieren. Nach dieser Reaktion reagiert die Hydrazidverbindung nicht genügend mit dem dienbasierten Kautschuk, um nicht genügend Bindungen zwischen dem Polymer im dienbasierten Kautschuk und einem Ruß zu bilden. Infolgedessen verschlechtert sich der Ruß in Bezug auf Dispergierbarkeit, so dass der resultierende vulkanisierte Kautschuk hinsichtlich niedriger exothermer Leistung nicht verbessert wird. Um jedoch in der vorliegenden Erfindung die Dispergierbarkeit des Rußes in der Kautschukzusammensetzung zu verbessern, ist der Zeitpunkt, an dem die Hydrazidverbindung in den Innenmischer gefüllt wird, nicht derselbe Zeitpunkt an dem das Anti-Aging-Mittel dort eingefüllt wird, sondern derselbe Zeitpunkt, an dem die Schwefelkomponente dort eingefüllt wird. Auf diese Weise wird bei der Erfindung die Dispergierbarkeit des Rußes in der Kautschukzusammensetzung verbessert, so dass der resultierende vulkanisierte Kautschuk in Bezug auf Zerreißfestigkeitsleistung und niedrige exotherme Leistung verbessert wird.

**[0015]** Bei dem Herstellungsverfahren für die Kautschukzusammensetzung wird bevorzugt, dass der nasse Kautschuk-Masterbatch durch einen Schritt ( $\alpha$ ) erhalten wird, bei dem als Rohmaterialien mindestens der Ruß, ein Dispergierlösungsmittel und eine Kautschuklatexlösung verwendet werden, um mindestens den Ruß in das Dispergierlösungsmittel zu dispergieren, um eine Ruß enthaltende Aufschlammungslösung herzustellen, durch einen Schritt ( $\beta$ ), bei dem die Ruß enthaltende Aufschlammungslösung mit der Kautschuklatexlösung gemischt wird, um eine Ruß enthaltende Kautschuklatexlösung herzustellen, und durch einen Schritt ( $\gamma$ ), mit dem die Ruß enthaltende Kautschuklatexlösung verfestigt/getrocknet wird; und Schritt ( $\alpha$ ) ein Schritt ( $\alpha - (a)$ ) ist, bei dem, wenn der Ruß in das Dispergierlösungsmittel dispergiert wird, mindestens ein Teil der Kautschuklatexlösung dort hinzugefügt wird, und dadurch eine Aufschlammungslösung hergestellt wird, die einen Ruß enthält, an dem Kautschuklatexpartikel haften, und Schritt ( $\beta$ ) ein Schritt ( $\beta - (a)$ ) ist, mit dem die Aufschlammungslösung, die den Ruß enthält, an dem die Kautschuklatexpartikel haften, mit dem Rest der Kautschuklatexlösung gemischt wird, um eine Kautschuklatexlösung herzustellen, die den Ruß enthält, an dem die Kautschuklatexpartikel haften.

**[0016]** Nach diesem Herstellungsverfahren wird zum Zeitpunkt, an dem der Ruß in das Dispergierlösungsmittel dispergiert wird, mindestens ein Teil der Kautschuklatexlösung dort hinzugefügt, wodurch eine Aufschlammungslösung hergestellt wird, die den Ruß enthält, an dem die Kautschuklatexpartikel haften (Schritt ( $\alpha - (a)$ )). Auf diese Weise wird eine sehr dünne Latexphase auf einem Teil- oder Gesamtbereich der Oberfläche des Rußes produziert; auf diese Weise kann zum Zeitpunkt, an dem die Aufschlammungslösung mit dem Rest der Kautschuklatexlösung in Schritt ( $\beta - (a)$ ) vermischt wird, die Reaggregation des Rußes verhindert werden. Infolgedessen kann ein nasser Kautschuk-Masterbatch hergestellt werden, bei dem der Ruß gleichmäßig dispergiert wird, und die Dispersionsstabilität des Rußes im Zeitablauf ausgezeichnet ist. In diesem nassen Masterbatch ist der Ruß gleichmäßig dispergiert, und außerdem wird das Dispergiermittel ebenfalls daran gehindert, im Zeitablauf zu reaggregieren; daher ist ein vulkanisierter Kautschuk, der durch Anwendung der diesen Masterbatch enthaltenden Kautschukzusammensetzung erzielt wird, in Bezug auf Zerreißfestigkeitsleistung und niedrige exotherme Leistung bedeutend verbessert.

**[0017]** Bei dem Produktionsverfahren ist die Dispergierbarkeit des Rußes in der Aufschlammungslösung besser als im Falle, in dem ein Ruß nur in ein Dispergierlösungsmittel dispergiert wird, um eine Aufschlammungslösung herzustellen, und außerdem kann die Reaggregation des Rußes verhindert werden. Entsprechend erzeugt das Herstellungsverfahren ebenfalls eine vorteilhafte Wirkung dadurch, dass es der Aufschlammungslösung ausgezeichnete Lagerstabilität verleiht.

**[0018]** Das Herstellungsverfahren für die Kautschukzusammensetzung umfasst bevorzugt einen Schritt (I), bei dem mindestens der nasse Kautschuk-Masterbatch und das Anti-Aging-Mittel, die miteinander vermischt werden sollen, geknetet werden, und anschließend die resultierende Mischung, welche den nassen Kautschuk-Masterbatch und das Anti-Aging-Mittel enthält, aus dem Innenmischer ausgetragen wird; einen Schritt (II), mit dem die Mischung erneut im Innenmischer geknetet wird, um ein Reaggregat des Rußes in der Mischung zu brechen; und einen Schritt (III), mit dem nach Schritt (II) die Hydrazidverbindung und die Schwefelkomponente gleichzeitig in den Innenmischer gefüllt werden, um die Mischung, die Hydrazidverbindung und die Schwefelkomponente zu kneten und dadurch diese Materialien miteinander zu vermischen.

**[0019]** Dieses Herstellungsverfahren umfasst den Schritt (I), mit dem mindestens der nasse Kautschuk-Masterbatch und das Anti-Aging-Mittel, die miteinander vermischt werden sollen, geknetet werden und nachfolgend die resultierende Mischung, die den nassen Kautschuk-Masterbatch und das Anti-Aging-Mittel enthält, aus dem Innenmischer ausgetragen wird. Durch Schritt (I) wird die Dispergierbarkeit des Rußes in der Kautschukzusammensetzung erhöht, sodass in dem danach durchgeführten Schritt (III) die Hydrazidverbindung veranlasst werden kann, gleichmäßig mit der gesamten Oberfläche des Rußes zu reagieren. Um bei diesem Herstellungsverfahren die Kautschuktemperatur zum Zeitpunkt, an dem die Hydrazidverbindung in die Kautschukzusammensetzung gemischt wird, so niedrig wie möglich zu halten, wird in Schritt (I) die Mischung, die mindestens den nassen Kautschuk-Masterbatch und das Anti-Aging-Mittel enthält, einmal aus dem Innenmischer ausgetragen. Da die ausgetragene Kautschukzusammensetzung zu einem weiteren Grad abgekühlt wird, tendiert in diesem Fall der Ruß dazu, in größerem Maße in der Kautschukzusammensetzung zu reaggregieren. Selbst wenn die Hydrazidverbindung in die Kautschukzusammensetzung in diesem schlecht dispergierbaren Zustand des Rußes eingemischt wird, wird daher die vorteilhafte Auswirkung der Rußdispergierbarkeitsverbesserung, die aus dem Mischen der Hydrazidverbindung in die Kautschukzusammensetzung resultiert, nicht erreicht.

**[0020]** Bei dem Herstellungsverfahren wird jedoch nach Schritt (I) die Mischung erneut im Innenmischer geknetet, um ein Reaggregat des Rußes in der Mischung zu brechen (Schritt (II)), und nach Schritt (II) werden die Hydrazidverbindung und die Schwefelkomponente in den Innenmischer gefüllt, um die Mischung und die

Hydrazidverbindung zu kneten und damit diese Materialien miteinander zu vermischen (Schritt (III)). Durch diesen Prozess wird das Reaggregat des Rußes in der Kautschukzusammensetzung gebrochen, so dass der Ruß veranlasst werden kann, mit der Hydrazidverbindung im Zustand einer erhöhten Dispergierbarkeit zu reagieren. Auch wenn ein vulkanisierter Kautschuk schließlich daraus gewonnen wird, kann infolgedessen die Dispergierbarkeit des Rußes erhöht werden. Als ein Ergebnis wird im vulkanisierten Kautschuk der durch das Herstellungsverfahren erhaltenen Kautschukzusammensetzung die Dispergierbarkeit des Rußes verbessert und ferner dieser vulkanisierte Kautschuk in Bezug auf Zerreifestigkeitsleistung und niedrige exotherme Leistung verbessert. Wegen der Verbesserung bei der Dispergierbarkeit des Rußes in der Kautschukzusammensetzung kann ferner die Kautschukzusammensetzung an einer Erhhung ihrer Viskositt gehindert werden. Infolgedessen wird bei dem Herstellungsverfahren, das die oben erwhnten Anforderungen enthlt, die Bearbeitbarkeit der Kautschukzusammensetzung verbessert.

**[0021]** Bei dem Herstellungsverfahren fr die Kautschukzusammensetzung wird bevorzugt, dass: bei Schritt (II) der Zeitraum fr das Kneten mindestens 15 Sekunden oder mehr betrgt, und ein Rhrrotor des Innenmischers eine Rotationsgeschwindigkeit von 35 U/min oder mehr zeigt; und bei Schritt (III) der Zeitraum fr das Kneten mindestens 40 Sekunden oder mehr betrgt, und der Rhrrotor des Innenmischers eine Rotationsgeschwindigkeit von 15 bis 25 U/min oder mehr zeigt. Whrend der Ru daran gehindert werden kann, in der Kautschukzusammensetzung zu reaggregieren, kann nach diesem Erfindungsgegenstand eine Reaktionszeit zwischen der Hydrazidverbindung und dem Ru gengend lang gehalten werden. Entsprechend wird die Dispergierbarkeit des Rues in der Kautschukzusammensetzung sogar noch hher gemacht, so dass der vulkanisierte Kautschuk insbesondere hinsichtlich Zerreifestigkeitsleistung und niedriger exothermer Leistung verbessert werden kann.

**[0022]** Die vorliegende Erfindung betrifft ebenfalls: eine Kautschukzusammensetzung, die durch das in einem der oben erwhnten betreffenden Abschnitte angefhrte Herstellungsverfahren erhalten wird; und einen Luftreifen, einschlielich eines Lagenbeschichtungsgummis, eines Laufflchenkronengummis und/oder eines Laufflchenbasisgummis, der/die durch Verwendung dieser Kautschukzusammensetzung erhalten wird/werden. Ein vulkanisierter Kautschuk, der durch Anwendung dieser Kautschukzusammensetzung als Rohmaterial erhalten wird, ist in Bezug auf Zerreifestigkeitsleistung und niedrige exotherme Leistung ausgezeichnet. Entsprechend ist der Luftreifen, der als seinen (seine) Ruberbereich(e) diesen vulkanisierten Kautschuk hat, hinsichtlich Brennstoffwirkungsgrad und/oder Haltbarkeit sehr verbessert.

#### AUSFHRUNGSFORM DER ERFINDUNG

**[0023]** Das Herstellungsverfahren nach der vorliegenden Erfindung fr eine Kautschukzusammensetzung verwendet einen Innenmischer, um einen nassen Kautschuk-Masterbatch zu mischen/dispergieren, der einen Ru, eine Hydrazidverbindung, ein Anti-Aging-Mittel und Schwefel enthlt.

**[0024]** Das Herstellungsverfahren fr die Kautschukzusammensetzung nach der vorliegenden Erfindung wird unter Anwendung eines Innenmischers ausgefhrt. Dieser Innenmischer kann zum Beispiel ein Bunbury-Mischer des Klaueneingriffstyps, ein Bunbury-Mischer des Tangential-Linien-Typs oder ein Kneeter sein und ist besonders bevorzugt ein Bunbury-Mischer des Klaueneingriffstyps.

**[0025]** Nachstehend erfolgt eine Beschreibung zum nassen Kautschuk-Masterbatch, der als Rohmaterial in der vorliegenden Erfindung verwendet wird und den Ru enthlt. Dieser Ru enthaltende nasse Kautschuk-Masterbatch wird unter Anwendung von mindestens einem Fllstoff, einem Dispergierlsungsmittel und einer Kautschuklatexlsung als Rohmaterialien erhalten.

**[0026]** Der Ru kann jeder Ru sein, der in der blichen Kautschukindustrie verwendbar ist, wie SAF, ISAF, HAF, FEF oder GPF, und kann ebenfalls ein elektrisch leitender Ru sein wie Acetylenru oder Ketjenru. Der Ru kann ein granulierter Ru sein, ein Ru, der in der blichen Kautschukindustrie unter Bercksichtigung der Handhabbarkeit desselben granuliert wird, oder ein nicht granulierter Ru.

**[0027]** Wenn zwei oder mehr Rue bei der vorliegenden Erfindung verwendet werden, sind die Rue bevorzugt zwei oder mehr Rue, die sich in dem spezifischen Stickstoffadsorptionsflchenbereich unterscheiden, da der resultierende vulkanisierte Kautschuk in Bezug auf Zerreifestigkeitsleistung verbessert wird. Insbesondere wird bevorzugt, Ru A zu verwenden, der einen spezifischen Stickstoffadsorptionsflchenbereich ( $N_2SA$ - (A)) von 130  $m^2/g$  oder weniger hat und Ru B, der einen um 20  $m^2/g$  oder mehr niedrigeren  $N_2SA$ - (B) hat als  $N_2SA$ - (A).

**[0028]** Ruß A kann jeder Ruß sein, solange der Ruß einen spezifischen Stickstoffadsorptionsflächenbereich ( $N_2SA$ ) von  $130 \text{ m}^2/\text{g}$  oder weniger hat. Beispiele hierfür umfassen N220 ( $N_2SA$ :  $119 \text{ m}^2/\text{g}$ ), N234 ( $N_2SA$ :  $126 \text{ m}^2/\text{g}$ ), N330 ( $N_2SA$ :  $79 \text{ m}^2/\text{g}$ ), N339 ( $N_2SA$ :  $93 \text{ m}^2/\text{g}$ ), N550 ( $N_2SA$ :  $42 \text{ m}^2/\text{g}$ ) und N774 ( $N_2SA$ :  $27 \text{ m}^2/\text{g}$ ), die jeweils in ASTM D1765 vorgeschrieben werden. In der Zwischenzeit kann Ruß B jeder Ruß sein, solange er ein Ruß ist, der einen um  $25 \text{ m}^2/\text{g}$  oder mehr höheren  $N_2SA$ - (B) hat als der  $N_2SA$ - (A). Ruß B kann nach Belieben aus den oben erwähnten Rußbeispielen ausgewählt werden, solange diese Beziehung gegeben ist.

**[0029]** Um die niedrige exotherme Leistung des vulkanisierten Kautschuks effektiv zu erhöhen, ist die Mischungsmenge von Ruß A bevorzugt von 7 bis 68 Masseteile, besonders bevorzugt von 12 bis 48 Masseteile für 100 Masseteile der Kautschukkomponente. Um die Zerreißfestigkeitsleistung des vulkanisierten Kautschuks effektiv zu erhöhen, ist die Mischungsmenge von Ruß B bevorzugt von 8 bis 78 Masseteile, besonders bevorzugt von 12 bis 58 Masseteile für 100 Masseteile der Kautschukkomponente.

**[0030]** Hinsichtlich des Gesamtgehalts des Rußes (der Ruße) in dem nassen Kautschuk-Masterbatch wird der Ruß (werden die Ruße) in einer Menge bevorzugt von 20 bis 80 Masseteile, besonders bevorzugt von 30 bis 60 Masseteile für 100 Masseteile des dienbasierten Kautschuks gemischt.

**[0031]** Das Dispergierlösungsmittel ist besonders bevorzugt Wasser und kann zum Beispiel Wasser sein, das ein organisches Lösungsmittel enthält.

**[0032]** Als Kautschuklatexlösung sind eine Naturkautschuklatexlösung und eine Synthetikautschuklatexlösung verwendbar.

**[0033]** Die Naturkautschuklatexlösung ist ein Naturprodukt basierend auf einer metabolischen Wirkung einer Pflanze und ist besonders bevorzugt eine Naturkautschuk/Wassersystemlatexlösung, in der das Dispergierlösungsmittel Wasser ist. Hinsichtlich der Naturkautschuklatexlösung sind konzentrierter Latex und frischer Latex, Field Latex genannt, verwendbar, ohne sich voneinander zu unterscheiden. Die Synthetikautschuklatexlösung kann zum Beispiel eine Latexlösung des Styrol-Butadien-Kautschuks, Butadienkautschuks, Nitrilkautschuks oder Chloroprenkautschuks sein, die durch Emulsionspolymerization hergestellt werden.

**[0034]** Hiernach folgt eine Beschreibung des Verfahrens für die Herstellung des nassen Kautschuk-Masterbatches. Dieses Herstellungsverfahren hat einen Schritt ( $\alpha$ ), mit dem der Ruß in das Dispergierlösungsmittel dispergiert wird, um eine Ruß enthaltende Aufschlammungslösung herzustellen, einen Schritt ( $\beta$ ), mit dem die Ruß enthaltende Aufschlammungslösung mit der Kautschuklatexlösung vermischt wird, um eine Ruß enthaltende Kautschuklatexlösung herzustellen, und einen Schritt ( $\gamma$ ), bei dem die Ruß enthaltende Kautschuklatexlösung verfestigt/getrocknet wird.

**[0035]** Es wird bei der vorliegenden Erfindung besonders bevorzugt, dass Schritt ( $\alpha$ ) ein Schritt ( $\alpha - (a)$ ) ist, mit dem, wenn der Ruß in das Dispergierlösungsmittel dispergiert wird, mindestens ein Teil der Kautschuklatexlösung dort hinzugefügt wird und hierdurch eine Aufschlammungslösung hergestellt wird, die den Ruß enthält, an dem Kautschuklatexpartikel haften, und Schritt ( $\beta$ ) ein Schritt ( $\beta - (a)$ ) ist, mit dem die Aufschlammungslösung, die den Ruß enthält, an dem die Kautschuklatexpartikel haften, mit dem Rest der Kautschuklatexlösung vermischt wird, um eine Kautschuklatexlösung herzustellen, die den Ruß enthält, an dem Kautschuklatexpartikel haften. Hiernach werden Schritt ( $\alpha - (a)$ ) und Schritt ( $\beta - (a)$ ) beschrieben werden.

#### (1) Schritt ( $\alpha - (a)$ )

**[0036]** Wenn bei Schritt ( $\alpha - (a)$ ) der Ruß in das Dispergierlösungsmittel dispergiert wird, wird mindestens ein Teil der Kautschuklatexlösung hier hinzugefügt und dadurch eine Aufschlammungslösung hergestellt, die den Ruß enthält, an dem Kautschuklatexpartikel haften. Es ist zulässig, die Kautschuklatexlösung im Voraus mit dem Dispergierlösungsmittel zu mischen und anschließend den Ruß hinzuzufügen, der darin dispergiert werden soll. Es ist ebenfalls zulässig, den Ruß zum Dispergierlösungsmittel hinzuzufügen und als Nächstes die Kautschuklatexlösung bei einer vorgegebenen Zuführgeschwindigkeit hinzuzufügen und gleichzeitig den Ruß im Dispergierlösungsmittel zu dispergieren, oder ist es zulässig, den Ruß zum Dispergierlösungsmittel hinzuzufügen und als Nächstes ein vorgegebenes Volumen der Kautschuklatexlösung mehrere Male durch voneinander getrennte Arbeitsgänge hinzuzufügen und gleichzeitig den Ruß im Dispergierlösungsmittel zu dispergieren. Durch Dispergieren des Rußes in das Dispergierlösungsmittel bei Anwesenheit der Kautschuklatexlösung kann eine Aufschlammungslösung hergestellt werden, die den Ruß enthält, an dem Kautschuklatexpartikel haften. Die Zugabemenge der Kautschuklatexlösung in Schritt ( $\alpha - (a)$ ) ist zum Beispiel von 0,

075 bis 12 Masseprozent der Gesamtmenge der zu verwendenden Kautschuklatexlösung (Gesamtmenge der in Schritt ( $\alpha - (a)$ ) und Schritt ( $\beta - (a)$ ) hinzuzufügenden Lösung).

**[0037]** In Schritt ( $\alpha - (a)$ ) ist der hinzuzufügende Feststoffgehalt (Kautschuk) in der Kautschuklatexlösung bevorzugt von 0,25 bis 15 %, besonders bevorzugt von 0,5 bis 6 Masseprozent des Rußes. Die Konzentration des Feststoffgehalts (Kautschuk) in der hinzuzufügenden Kautschuklatexlösung ist bevorzugt von 0,2 bis 5 Masseprozent, besonders bevorzugt von 0,25 bis 1,5 Masseprozent. In diesen Fällen kann ein nasser Kautschuk-Masterbatch hergestellt werden, bei dem der Dispersionsgrad des Rußes erhöht ist, während der Ruß mit Sicherheit veranlasst wird, an den Kautschuklatexpartikeln zu haften.

**[0038]** In Schritt ( $\alpha - (a)$ ) ist das Verfahren für das Mischen des Rußes mit dem Dispergierlösungsmittel bei Anwesenheit der Kautschuklatexlösung zum Beispiel ein Verfahren der Dispergierung des Rußes unter Anwendung einer üblichen Dispergiermaschine wie eines Mixers mit hoher Scherwirkung, eines High Shear Mixers, eines Homo-Mixers, einer Kugelmühle, einer Perlmühle, eines Hochdruck-Homogenisators, eines Ultraschall-Homogenisators oder einer Kolloidmühle.

**[0039]** Der Mischer mit hoher Scherwirkung bedeutet ein Mischer, der einen bei hoher Geschwindigkeit rotierenden Rotor und einen festen Stator hat, bei dem in dem Status, in dem ein präziser Zwischenraum zwischen Rotor und Stator hergestellt ist, der Rotor rotiert wird, um eine hohe Scherwirkung auszuüben. Um eine solche hohe Scherwirkung zu erzeugen, wird bevorzugt, den Zwischenraum zwischen dem Rotor und dem Stator auf 0,8 mm oder weniger zu setzen und die Umfangsgeschwindigkeit auf 5 m/s oder darüber einzustellen. Ein solcher Mischer mit hoher Scherkraft kann ein handelsübliches Produkt sein. Ein Beispiel hierfür ist ein von der Firma Silverson hergestellter Mischer „High Shear Mixer“.

**[0040]** Zu dem Zeitpunkt, an dem der Ruß mit dem Dispergierlösungsmittel bei Anwesenheit der Kautschuklatexlösung gemischt und damit die Aufschlammungslösung hergestellt wird, die den Ruß enthält, an dem Kautschuklatexpartikel haften, kann ein Tensid hinzugefügt werden, um den Ruß in seiner Dispergierbarkeit zu verbessern. Das Tensid kann ein in der Kautschukindustrie bekanntes Tensid sein. Beispiele hierzu umfassen nichtionische Tenside, anionische Tenside, kationische Tenside und amphotere Tenside. Anstelle des Tensids oder zusätzlich zum Tensid kann ein Alkohol wie Ethanol verwendet werden. Wenn jedoch das Tensid angewandt wird, befürchtet man, dass der schließlich erhaltene vulkanisierte Kautschuk sich hinsichtlich seiner physikalischen Kautschukeigenschaften verschlechtert hat. Daher ist die Mischmenge des Tensids bevorzugt 2 Masseteile oder weniger, besonders bevorzugt 1 Masseteil oder weniger für 100 Masseteile des Feststoffgehalts (Kautschuk)s in der Kautschuklatexlösung. Es wird bevorzugt, ein Tensid nicht substantiell anzuwenden.

#### (2) Schritt ( $\beta - (a)$ )

**[0041]** Bei Schritt ( $\beta - (a)$ ) wird die Aufschlammungslösung mit dem Rest der Kautschuklatexlösung vermischt, um eine Kautschuklatexlösung herzustellen, die den Ruß enthält, an dem Kautschuklatexpartikel haften. Das Verfahren für das Mischen der Aufschlammungslösung mit dem Rest der Kautschuklatexlösung ist nicht besonders begrenzt und kann ein Verfahren des Mischens der Aufschlammungslösung mit dem Rest der Kautschuklatexlösung sein, wobei eine übliche Dispergiermaschine wie ein Mischer mit hoher Scherwirkung, ein High Shear Mixer, ein Homo-Mischer, eine Kugelmühle, eine Perlmühle, eine Hochdruck-Homogenisator, ein Ultraschall-Homogenisator oder eine Kolloidmühle sein. Nach Bedarf kann die gesamte Dispergiermaschine oder ein anderes Mischsystem während des Mischens erhitzt werden.

**[0042]** Wenn Trocknungszeitraum und Arbeitskraft in Schritt ( $\gamma$ ) überlegt werden, wird bevorzugt, dass der Rest der Kautschuklatexlösung in der Feststoffkonzentration (Kautschuk) höher ist als die Kautschuklatexlösung, die in Schritt ( $\alpha - (a)$ ) hinzugefügt wird. Insbesondere ist die Feststoffkonzentration (Kautschuk) bevorzugt von 10 bis 60 Masseprozent, besonders bevorzugt von 20 bis 30 Masseprozent.

#### (3) Schritt ( $\gamma$ )

**[0043]** Bei Schritt ( $\gamma$ ) wird die Ruß enthaltende Kautschuklatexlösung verfestigt. Das Verfahren für die Verfestigung kann ein Verfahren der Zufügung eines Verfestigungsmittels zur Ruß enthaltenden Kautschuklatexlösung sein, in der die Kautschuklatexpartikel am Ruß haften, um ein verfestigtes Produkt zu ergeben.

**[0044]** Das Verfestigungsmittel kann eine Substanz sein, die gewöhnlich verwendet wird, um eine Kautschuklatexlösung zu verfestigen, zum Beispiel eine Säure wie die Ameisensäure oder Schwefelsäure oder ein Salz wie das Natriumchlorid.

**[0045]** Bei dem Herstellungsverfahren für die Kautschukzusammensetzung nach der vorliegenden Erfindung werden außer dem Ruß enthaltenden nassen Kautschuk-Masterbatch eine Hydrazidverbindung, ein Anti-Aging-Mittel und Schwefel als Rohmaterialien verwendet.

**[0046]** Die Hydrazidverbindung ist eine Verbindung, die in ihrem Molekül eine oder mehrere Hydrazidgruppen (-CONHNH<sub>2</sub>) hat. Beispiele hierzu umfassen Dihydradidisophthalat, Dihydradidterephthalat, Dihydradidazelat, Dihydradidadipat, Dihydradidsuccinat, Dihydradideicosandiat, 7,11-Octadecadien-1, 18-Dicarbohydrazid, Hydrazidsalicilat, Hydrazid 4-methylbenzoat und Hydrazid 3-hydroxy-N<sup>-</sup>-(1,3-dimethylbutyliden)-2-naphthoat. Bei der vorliegenden Erfindung wird aus diesen Beispielen die Anwendung von Dihydradidverbindungen bevorzugt, und die von Dihydradidisophthalat wird besonders bevorzugt.

**[0047]** Beim Herstellungsverfahren für die Kautschukzusammensetzung nach der vorliegenden Erfindung wird die Hydrazidverbindung in einer Menge bevorzugt von 0,2 bis 4,0 Masseteile, besonders bevorzugt von 0,2 bis 1 Masseteil für 100 Masseteile des dienbasierten Kautschuks beigemischt.

**[0048]** Das Anti-Aging-Mittel kann ein Anti-Aging-Mittel sein, das gewöhnlich für Kautschuke verwendbar ist, Beispiele hierfür umfassen Anti-Aging-Mittel des aromatischen Amintyps, Amin-Ketontyps, monophenolischen Typs, bisphenolischen Typs, polyphenolischen Typs, Dithiocarbaminsäuresalztyps und Thioharnstofftyps. Diese können einzeln oder in Form einer geeigneten Mischung verwendet werden. Der Gehalt an Anti-Aging-Mittel (n) ist bevorzugt von 0,5 bis 4,0 Masseteile, besonders bevorzugt von 1 bis 3 Masseteile für 100 Masseteile der Kautschukkomponente.

**[0049]** Die Schwefelkomponente kann eine gewöhnliche Schwefelart für Kautschuke sein. Beispiele hierzu umfassen pulvrigen Schwefel, ausgefällten Schwefel, unlöslichen Schwefel und stark dispergierten Schwefel. Wenn die physikalischen Eigenschaften und die Haltbarkeit des Kautschuks nach Vulkanisierung der Zusammensetzung und andere Eigenschaften überlegt werden, ist die Mischmenge der Schwefelkomponente bevorzugt von 0,7 bis 5 Masseteile, besonders bevorzugt von 1 bis 3 Masseteile für 100 Masseteile der Kautschukkomponente, wobei diese Menge eine Menge in Bezug auf Schwefel ist.

**[0050]** Bei der vorliegenden Erfindung kann neben dem Ruß ein anorganischer Füllstoff wie Kieselsäure zusätzlich als Füllstoff verwendet werden. Wenn der anorganische Füllstoff zusätzlich verwendet wird, ist der Gehalt an Ruß und anorganischem Füllstoff bevorzugt von 35 bis 80 Masseteile für 100 Masseteile des dienbasierten Kautschuks.

**[0051]** Das Herstellungsverfahren für die Kautschukzusammensetzung der vorliegenden Erfindung ist dadurch charakterisiert, dass ein Zeitpunkt, an dem die Hydrazidverbindung in den Innenmischer gefüllt wird, nicht derselbe Zeitpunkt ist, an dem das Anti-Aging-Mittel dort eingefüllt wird, sondern derselbe Zeitpunkt, an dem der Schwefel dort eingefüllt wird. Dieses Merkmal macht es möglich, eine Kautschukzusammensetzung herzustellen, die fähig ist, einen daraus erhaltenen vulkanisierten Kautschuk in seiner Zerreißfestigkeitsleistung und niedriger exothermer Leistung zu verbessern.

**[0052]** Es wird besonders bevorzugt, dass das Herstellungsverfahren für die Kautschukzusammensetzung der vorliegenden Erfindung anfänglich einen Schritt (I) umfasst, bei dem mindestens der nasse Kautschuk-Masterbatch und das Anti-Aging-Mittel miteinander vermischt werden und anschließend die resultierende Mischung, die den nassen Kautschuk-Masterbatch und das Anti-Aging-Mittel enthält, aus dem Innenmischer ausgezogen wird. Wenn ein Bunbury-Mischer des Klaueneingriffstyps als Innenmischer benutzt wird, wird in Schritt (I) der Knetzeitraum bevorzugt auf einen Bereich von 100 bis 600 Sekunden eingestellt, und die Rotationsgeschwindigkeit seines Rührrotors wird bevorzugt auf einen Bereich von 30 bis 60 U/min gesetzt. Die Knettemperatur wird bevorzugt auf 170 °C oder niedriger gestellt.

**[0053]** Bevorzugt hat das Herstellungsverfahren der vorliegenden Erfindung als Nächstes einen Schritt (II), bei dem die Mischung geknetet wird, die mindestens den nassen Kautschuk-Masterbatch und das Anti-Aging-Mittel enthält, wiederum im Innenmischer, um ein Reaggregat des Rußes in der Mischung zu brechen. Wenn ein Bunbury-Mischer des Klaueneingriffstyps im Innenmischer eingesetzt wird, wird in Schritt (II) der Knetzeitraum bevorzugt auf 15 Sekunden oder mehr gesetzt, und die Rotationsgeschwindigkeit seines Rührrotors wird bevorzugt auf 35 U/min oder höher eingestellt. Die obere Grenze des Knetzeitraums und die der Rotationsgeschwindigkeit des Rührrotors sind nicht besonders begrenzt. Unter dem Gesichtspunkt der Produktivität der Kautschukzusammensetzung und der Vermeidung einer vorzeitigen Vulkanisierung des Kautschuks sind erstere und letztere Grenze 180 Sekunden oder darunter beziehungsweise 100 U/min oder weniger. Der Knetzeitraum wird bevorzugt auf 120 °C oder weniger eingestellt.



**[0054]** Bevorzugt hat das Herstellungsverfahren der vorliegenden Erfindung nach Schritt (II) einen Schritt (III), bei dem die Hydrazidverbindung und der Schwefel gleichzeitig in den Innenmischer gefüllt werden, um die Mischung zu kneten, die den nassen Kautschuk-Masterbatch und das Anti-Aging-Mittel, die Hydrazidverbindung und den Schwefel enthält, und damit diese Materialien miteinander zu vermischen. Wenn ein Bunbury-Mischer des Klaueneingriffstyps als Innenmischer eingesetzt wird, wird der Knetzeitraum bevorzugt auf 40 Sekunden oder höher gestellt, und die Rotationsgeschwindigkeit seines Rührrotors wird bevorzugt in den Bereich von 15 bis 25 U/min gesetzt. Die obere Grenze des Knetzeitraums ist nicht besonders schränkt. Unter dem Gesichtspunkt der Produktivität und der Verhinderung einer vorzeitigen Kautschukvulkanisierung ist die Grenze bevorzugt 500 Sekunden oder darunter. Die Knettemperatur wird bevorzugt auf 120 °C eingestellt.

**[0055]** Bei der vorliegenden Erfindung wird bevorzugt, Schritt (III) auszuführen, während eine PID-Steuerung erfolgt. Insbesondere wird bei einem Motor zum Rotieren eines Paares Rührrotoren, die in einer Knetkammer des Innenmischers angeordnet sind, die Rotationsgeschwindigkeit auf der Basis von Steuersignalen eingeregelt. In seinem Steuerabschnitt kann die Rotationsgeschwindigkeit des Motors auf der Basis von Daten zur Temperatur des Inneren der Knetkammer gesteuert werden, wobei die Daten von einem Temperaturfühler übertragen werden. Der Motor kann jede Struktur haben, solange die Struktur es ermöglicht, die Rotationsgeschwindigkeit nach Belieben über den Steuerabschnitt abzuändern. Der Motor kann zum Beispiel auf einen Umrichtermotor konfiguriert sein.

**[0056]** Insbesondere führt ein im Steuerabschnitt angeordneter PID-Operationsverarbeitungsabschnitt eine PID-Steuerung der Rotationsgeschwindigkeit des Motors durch basierend auf der Durchführung von proportionalen (P), integralen (I) und differentialen (D) Operationen aus einer Abweichung zwischen einer tatsächlich gemessenen Temperatur  $T_p$  des Inneren der Knetkammer, wobei diese Temperatur durch den Temperaturfühler festgestellt wird, und einer Zieltemperatur  $T_s$ . Mit anderen Worten, der PID-Operationsverarbeitungsabschnitt bestimmt die Rotationsgeschwindigkeit des Motors in Übereinstimmung mit proportionaler (P) Operation für die Berechnung einer Kontrollmenge im Verhältnis zum Unterschied (Abweichung „e“) zwischen der tatsächlich gemessenen Temperatur  $T_p$  des Inneren der Knetkammer, wobei diese Temperatur über den Temperaturfühler festgestellt wird, und der Zieltemperatur  $T_s$ , integraler (I) Operation für die Berechnung einer Kontrollmenge in Übereinstimmung mit einem integralen Wert, der durch Integrieren der Abweichung „e“ in einer Zeit-axialen Richtung erhalten wird, und differentialer (D) Operation für die Berechnung einer Kontrollmenge in Übereinstimmung mit der Neigung einer Änderung in der Abweichung „e“, d. h., dem Differentialwert.

**[0057]** Bei dem Herstellungsverfahren für die Kautschukzusammensetzung nach der vorliegenden Erfindung wird ein Mischmittel außer einem vulkanisationsbezogenen Mischmittel bevorzugt in das System bei Schritt (I) eingemischt/dispergiert. Beispiele eines Mischmittels außer einem vulkanisationsbezogenen Mischmittel umfassen Kieselsäure, einen Silanhaftvermittler, ein Anti-Aging-Mittel, Zinkoxid, Stearinsäure, Weichmacher wie Wachs und Öl, Verarbeitungshilfe, ein Metallsalz einer organischen Säure und einen Methylenempfänger und einen Methylengeber.

**[0058]** Beispiele des Metallsalzes einer organischen Säure umfassen Kobaltnaphthenat, Kobaltstearat, Kobaltborat, Kobaltoleat, Kobaltmaleat und Kobaltboratrineodacanoat.

**[0059]** Der Methylenempfänger kann jede Phenolverbindung und jeder Phenolharz sein, der durch Kondensieren einer Phenolverbindung mit Formaldehyd gewonnen wird. Beispiele der Phenolverbindung umfassen Phenol, Resorcin und Alkylderivate dieser Verbindungen. Beispiele der Alkylderivate umfassen Methylgruppen-gebundene Derivate wie Kresol und Xylenol und Langketten-Alkylgebundene-Derivate wie Nonylphenol und Octylphenol. Die Phenolverbindung kann eine Phenolverbindung sein, die eine Acylgruppe wie eine Acetylgruppe enthält.

**[0060]** Beispiele des Phenolharzes, der durch Kondensieren einer Phenolverbindung mit Formaldehyd erhalten wird, umfassen Resorcin-Formaldehydharze, Phenolharze (Phenol-Formaldehydharze), Kresolharze (Kresol-Formaldehydharze) und Formaldehydharze, die alle aus mehreren Verbindungen hergestellt werden. Alle diese Harze werden in ungehärtetem Zustand verwendet, um in flüssiger Form zu sein, oder sie besitzen thermale Fließfähigkeit.

**[0061]** Von diesen Beispielen wird Resorcin oder jedes Resorcinderivat bevorzugt, und Resorcin oder Resorcin-Alkylphenol-Formalinharz wird als Methylenempfänger besonders bevorzugt aus der Sicht der Kompatibilität dieser Verbindung oder dieses Harzes mit der Kautschukkomponente oder anderen Komponenten, aus der Sicht der Kompaktheit eines Harzes, der nach Aushärten der Kautschukzusammensetzung erhalten wird, und der Zuverlässigkeit desselben.

**[0062]** Der Methylengeber kann Hexamethylentetramin oder ein Melaminharz sein. Beispiele des Melaminharzes umfassen Methylolmelamin, ein besonders ätherisiertes Produkt von Methylolmelamin und ein Kondensat, das aus Melamin, Formmaldehyd und Merthanol hergestellt wird. Von diesen Beispielen wird Hexamethoxymethylmelamin besonders bevorzugt.

**[0063]** Beim Herstellungsverfahren für die Kautschukzusammensetzung der vorliegenden Erfindung wird bei Schritt (III) bevorzugt, ein vulkanisationsbezogenes Mischmittel wie einen Vulkanisationsförderer zusammen mit Schwefel in das System zu mischen/dispersieren. Nach der Erfindung werden in Schritt (I) mindestens der nasse Kautschuk-Masterbatch und das Anti-Aging-Mittel geknetet, um miteinander vermischt zu werden, und anschließend wird die resultierende Mischung, die mindestens den nassen Kautschuk-Masterbatch und das Anti-Aging-Mittel enthält, aus dem Innenmischer ausgetragen, so dass die Mischung abkühlt. Durch das Abkühlen kann die ursprüngliche Temperatur der Kautschukzusammensetzung in Schritt (III) herabgesetzt werden, so dass eine vorzeitige Vulkanisierung der Kautschukzusammensetzung verhindert werden kann. Das vulkanisationsbezogene Mischmittel außer Schwefel ist zum Beispiel ein Vulkanisator wie ein organisches Peroxid, ein Vulkanisationsförderer, eine Vulkanisationsförderhilfe oder ein Vulkanisationshemmmittel.

**[0064]** Der Vulkanisationsförderer kann ein Vulkanisationsförderer sein, wie er gewöhnlich für die Kautschukvulkanisierung verwendbar ist. Beispiele dafür umfassen Vulkanisationsförderer des Sulfenamidtyps, Thiuramtyps, Thiazoltyps, Thioharnstofftyps, Guanidintyps und Dithiocarbaminsäuresalztyps. Diese können einzeln oder in Form einer geeigneten Mischung verwendet werden. Die Mischungsmenge des (der) Vulkanisationsförderers (Vulkanisationsförderer) ist bevorzugt von 0,5 bis 3 Masseanteile für 100 Masseanteile der Kautschukkomponente.

#### BEISPIELE

**[0065]** Nachstehend wird diese Erfindung durch die Beschreibung von Ausführungsbeispielen eingehender umschrieben.

#### Vorbereitung jeder Kautschukzusammensetzung:

**[0066]** Entsprechend einer Mischrezeptur in einer der Tabellen 1 bis 4 wurde eine Kautschukzusammensetzung für jedes der Beispiele 1 bis 20 und Vergleichsbeispiele 1 bis 15 gemischt. Ein üblicher Bunbury-Mischer wurde benutzt, um die Resultante zu kneten und eine Kautschukzusammensetzung herzustellen. Die individuellen Mischmittel, die in Tabelle 1 bis 4 angegeben werden, werden nachstehend geschildert (in jeder der Tabellen 1 bis 4 wird die Mischungsmenge von jedem der Mischmittel als die Anzahl der Masseanteile für 100 Masseanteile der entsprechenden Kautschukkomponente dargestellt). In jeder der Tabellen 1 bis 4 stellt „U/min“ bei den Mischbedingungen die Rotationsgeschwindigkeit der Rührrotoren eines Innenmischers dar, und der Knetzeitraum (Anzahl von Sekunden) wird mit Hilfe von „s“ dargestellt. Bei jedem der Beispiele 4 bis 5 und 15 bis 16 wurden die Schritte (II) und (III) kontinuierlich durchgeführt, ohne die Rotationsgeschwindigkeit abzuändern, und eine dazu angegebener Knetzeitraum stellt den gesamten Zeitraum der Schritte (II) und (III) dar.

#### Verwendete Materialien:

##### a) Ruße (CBs)

Ruß „N220“: „SEAST 6“ (hergestellt von Tokai Carbon Co., Ltd.) ( $N_2SA$ : 111  $m^2/g$ )

Ruß „N234“: „SHOWA BLACK N234“ (hergestellt von Cabot Japan K.K.) ( $N_2SA$ : 123  $m^2/g$ );

Ruß „N339“: „SEAST KH“ (hergestellt von Tokai Carbon Co., Ltd.) ( $N_2SA$ : 93  $m^2/g$ )

Ruß „N550“: „SEAST SO“ (hergestellt von Tokai Carbon Co., Ltd.) ( $N_2SA$ : 42  $m^2/g$ )

##### b) Dispergierlösungsmittel: Wasser

##### c) Kautschuklatexlösungen:

Konzentrierte Naturkautschuklatexlösung, hergestellt von Regitex Co., Ltd. (Latexlösung hergestellt durch Einregelung von Latex mit einem Kautschuk-Trockengehalt von 60 %, um eine Kautschukkonzentration von 25 Masseprozent zu erhalten; Massemittel des Molekulargewichts  $M_w = 236.000$ )

Naturkautschuklatexlösung (NR Field Latex), hergestellt von der Firma Golden Hope (Latexlösung erhalten durch Einregelung von Latex mit einem Kautschuk-Trockengehalt von 31,2 %, um eine Kautschukkonzentration von 25 Masseprozent zu erhalten; Massemittel des Molekulargewichts  $M_w = 232.000$ )

d) Verfestigungsmittel: Ameisensäure (Lösung erhalten durch Verdünnen einer erstklassigen 85 % Lösung derselben in eine 10 % Lösung, um den pH-Wert der verdünnten Lösung auf 1,2 einzuregulieren), hergestellt von Nacalai Tesque, Inc.

e) Öl: „PROCESS OIL“, hergestellt von Japan Energy Corp.

f) Anti-Aging-Mittel:

N-phenyl-N'-(1,3-dimethylbutyl)-p-phenylendiamin „6PPD“, hergestellt von der Firma Monsanto

g) Zinkblume: Zinkblume Nr. 1, hergestellt von Mitsui Mining & Smelting Co., Ltd.

h) Stearinsäure, hergestellt von NOF Corp.

i) Schwefel, hergestellt von Tsurumi Chemical Industry Co., Ltd.

j) Vulkanisationsförderer: „SOXINOL CZ“ hergestellt von Sumitomo Chemical Co., Ltd.

k) Hydrazidverbindungen:

(A) Hydrazidsalicylat, hergestellt von Otsuka Chemical Co., Ltd.

(B) Hydrazid 4-methylenbenzoat, hergestellt von Japan, Finechem Inc.

(C) Dihydrazid-isophthalat, hergestellt von Japan Finechem Inc.

(D) Dihydrazidadipat, hergestellt von Japan Finechem Inc.

1) Naturkautschuk: RSS Nr. 3

#### Beispiel 1

**[0067]** Zu einer verdünnten Latexlösung in Wasser, deren Konzentration auf 0,5 Masseprozent eingeregelt wurde, wurden 50 Masseteile des Rußes „N234“ hinzugefügt, und dann wurde ein von PRIMIX Ccrp hergestellter ROBOMIX eingesetzt, um den Ruß darin zu dispergieren (Bedingungen des ROMOMIX: 9000 U/min; Dispergierzeitraum: 35 Minuten). Auf diese Weise wurde eine Ruß enthaltende Aufschlammungslösung hergestellt, in der Naturkautschuklatexpartikel am Ruß hafteten (Schritt ( $\alpha - (a)$ )).

**[0068]** Als Nächstes wurde der Rest der Naturkautschuklatexlösung (zu der Wasser hinzugefügt wurde, um die Feststoffkonzentration (Kautschuk) darin auf 25 Masseprozent einzuregeln) zur Ruß enthaltenden Aufschlammungslösung hinzugefügt, die in Schritt ( $\alpha - (a)$ ) hergestellt wurde, um den Feststoffgehalt (Kautschuk) auf 100 Masseteile in der Gesamtheit des Rests und der Ruß enthaltenden Aufschlammungslösung einzustellen. Als Nächstes wurde ein Mischer für den Haushaltsgebrauch, hergestellt von SANYO Electric Co., Ltd. (Mischerbedingung: 11300 U/min für 30 Minuten) eingesetzt, um eine Ruß enthaltende Naturkautschuklatexlösung herzustellen, in der Naturkautschuklatexpartikel am Ruß hafteten (Schritt ( $\beta - (a)$ )).

**[0069]** Eine 10 Masseprozent-Lösung der Ameisensäure in Wasser wurde als Verfestigungsmittel zur Ruß enthaltenden Naturkautschuklatexlösung hinzugefügt, die in Schritt ( $\beta - (a)$ ) hergestellt wurde, und in der Naturkautschuklatexpartikel am Ruß hafteten, bis der pH-Wert 4 wurde. Auf diese Weise wurde die Ruß enthaltende Naturkautschuklatexlösung, in der Naturkautschuklatexpartikel am Ruß hafteten, verfestigt, als sie auf 90 °C erhitzt wurden (Schritt (III)).

**[0070]** Ein aus SUS hergestelltes Stanzmetall, 2,0 Inch Durchmesser und 3,5 P, wurde verwendet, um die Lösung einer Filtrierabscheidung zu unterziehen und das verfestigte Produkt von der Lösung zu trennen. Das Produkt wurde durch eine monoaxiale Quetschertyp-Extrusionsentwässerungsmaschine getrocknet (V-02 Modell), die von Suehiro EPM Corp. hergestellt wurde, um einen nassen Naturkautschuk-Masterbatch (NR-WMB (N234)) herzustellen (Schritt (III)). Bei dem in Tabelle 1 beschriebenen Posten „NR-WMB (N234)“, zeigt „(N234)“ die verwendete Rußsorte. Bei dem in Tabelle 2 beschriebenen Posten „NR-WMB (N234/N550)“, zeigt „(N234/N550)“, dass zwei Rußsorten von N234 und N550 zusammen verwendet wurden.

**[0071]** Ein Bunbury-Mischer (hergestellt von Kobe Steel, Ltd.) wurde eingesetzt, um verschiedene, in Tabelle 1 gezeigte Additive in den resultierenden nassen Naturkautschuk-Masterbatch zu mischen, um eine Kautschukzusammensetzung herzustellen. Physikalische Eigenschaften eines davon erhaltenen vulkanisierten Kautschuks wurden gemessen. Bei dem durchgeführten Schritt (I) wurden der wie oben beschrieben erhaltene nasse Naturkautschuk-Masterbatch, das Öl, das Anti-Aging-Mittel, Zinkblume und Stearinsäure miteinander in den jeweiligen in Tabelle 1 gezeigten Mischmengen vermischt (Knetzeitraum: 30 Sekunden; Rotationsgeschwindigkeit der Rührrotoren des Innenmischers: 50 U/min). Dann wurde Schritt (II) ausgeführt, mit dem Reaggregate des Rußes gebrochen wurden (Knetzeitraum: 15 Sekunden; Rotationsgeschwindigkeit der Rührrotoren des Innenmischers: 40 U/min). Danach wurden in die Resultante Schwefel, der Vulkanisationsförderer und Dihydrazidisophthalat in den in Tabelle 1 gezeigten jeweiligen Mischmengen gemischt (Knetzeitraum: 45 Sekunden; Rotationsgeschwindigkeit der Rührrotoren des Innenmischers: 20 U/min) in Schritt (III).

#### Beispiele 2 bis 20 und Vergleichsbeispiele 1 bis 15

**[0072]** Bei jedem der Beispiele wurde eine Kautschukzusammensetzung auf dieselbe Weise hergestellt wie bei Beispiel 1, ausgenommen, dass die individuellen Mischmittelsorten und die Zeitvorgabe für das Mischen abgeändert wurden.

## Bewertungen:

**[0073]** Bewertungen wurden bei einem Kautschuk durchgeführt, der unter Verwendung einer vorgegebenen Form erhalten wurde, mit der jede der Kautschukzusammensetzungen 30 Minuten lang bei 150 °C zu erhitzt und vulkanisiert wurde.

## Niedrige exotherme Leistung:

**[0074]** Nach JIS K6265 wurde die niedrige exotherme Leistung von jedem der hergestellten vulkanisierten Kautschuke anhand ihrer Verlusttangente  $\tan\delta$  bewertet. Ein Rheospektrometer E4000, hergestellt von der Firma UBM, wurde verwendet, um die Verlusttangente bei 50 Hz und 80 °C unter der Bedingung einer dynamischen Beanspruchung von 2 % zu messen. Bei der Bewertung wurde der Wert von Vergleichsbeispiel 2 als 100 genommen, und Beispiele 1 bis 11 und Vergleichsbeispiele 1 und 3 bis 7 wurden jeweils anhand eines hierzu relativen Indexes bewertet; der Wert von Vergleichsbeispiel 9 wurde als 100 genommen, und Beispiele 12 bis 16 und Vergleichsbeispiele 8 und 10 bis 12 wurden jeweils anhand eines hierzu relativen Indexes bewertet; der Wert von Vergleichsbeispiel 13 wurde als 100 genommen, und Beispiel 17 wurde anhand eines hierzu relativen Indexes bewertet; der Wert von Vergleichsbeispiel 14 wurde als 100 genommen, und Beispiele 18 und 19 wurden jeweils anhand eines hierzu relativen Indexes bewertet; ferner wurde der Wert von Vergleichsbeispiel 15 als 100 genommen, und Beispiel 20 wurde anhand eines hierzu relativen Indexes bewertet. Es wird angemerkt, dass die niedrige exotherme Leistung besser ist, da der numerische Wert niedriger ist. Die Ergebnisse werden in den Tabellen 1 bis 4 gezeigt.

## Zerreifestigkeitsleistung:

**[0075]** Nach JIS K6265 wurde die Zerreifestigkeitsleistung von jedem der hergestellten vulkanisierten Kautschuke bewertet. Bei der Bewertung wurde der Wert von Vergleichsbeispiel 2 als 100 genommen, und Beispiele 1 bis 11 und Vergleichsbeispiel 1 und 3 bis 7 wurde jeweils anhand eines hierzu relativen Indexes bewertet; der Wert von Vergleichsbeispiel 9 wurde als 100 genommen und Beispiele 12 bis 16 und Vergleichsbeispiele 8 und 10 bis 12 wurden jeweils anhand eines hierzu relativen Indexes bewertet; der Wert von Vergleichsbeispiel 13 wurde als 100 genommen, und Beispiel 17 wurde anhand eines hierzu relativen Indexes bewertet; der Wert von Vergleichsbeispiel 14 wurde als 100 genommen, und Beispiele 18 bis 19 wurden jeweils anhand eines hierzu relativen Indexes bewertet; und ferner wurde der Wert von Vergleichsbeispiel 15 als 100 genommen, und Beispiel 20 wurde anhand eines hierzu relativen Indexes bewertet. Es wird vermerkt, dass die Zerreifestigkeitsleistung besser ist, da der numerische Wert hher ist. Die Ergebnisse werden in den Tabellen 1 bis 4 gezeigt.

[Tabelle 1]

	Vergleichs- beispiel 1	Vergleichs- beispiel 2	Vergleichs- beispiel 3	Vergleichs- beispiel 4	Vergleichs- beispiel 5	Vergleichs- beispiel 6	Bei- spiel 1	Bei- spiel 2	Bei- spiel 3	Bei- spiel 4	Bei- spiel 5	
Schritt (I)	Naturkautschuk	100	-	100	100	100	-	-	-	-	-	
	CB"N234"	50	-	50	50	50	-	-	-	-	-	
	NR-WMB(N234) <sup>*A</sup>	-	150	-	-	-	150	150	150	150	150	
	Öl	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
	Anti-Aging-Mittel	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
	Zinkblume	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	
	Stearinsäure	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
	Dihydrazidisophthalat	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Mischbedingungen	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/ min/30s	50U/ min/30s	50U/ min/30s	50U/ min/30s	50U/ min/30s
	Schritt (II) Mischbedingungen	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/ min/ 15s	40U/ min/ 15s	40U/ min/ 15s	40U/ min/ 15s	*2



[Tabelle 2]

	Vergleichs- beispiel 1	Vergleichs- beispiel 7	Beispiel 6	Beispiel 7	Beispiel 8	Beispiel 9	Beispiel 10	Beispiel 11	
Schritt (I)	Naturkautschuk	100	-	-	-	-	-	-	
	CB"N234"	50	-	-	-	-	-	-	
	NR-WMB(N234) <sup>*A</sup>	-	150	150	150	150	150	150	
	Öl	2	2	2	2	2	2	2	
	Anti-Aging-Mittel	2	2	2	2	2	2	2	
	Zinkblume	3	3	3	3	3	3	3	
	Stearinsäure	2	2	2	2	2	2	2	
	Dihydrazidisophthalat	-	0,7	-	-	-	-	-	-
	Mischbedingungen	50U/min /30s	50 U/min /30s	50 U/min /30s	50 U/min /30s	50 U/min /30s	50 U/min /30s	50 U/min /30s	50 U/min /30s
	Mischbedingungen	40 U/min /15s	40 U/min /15s	40 U/min /15s	40 U/min /15s	40 U/min /15s	40 U/min /15s	40 U/min /15s	40 U/min /15s
Schritt (II)	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	
Schritt									

(III)	Vulkanisationsförderer	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
	Hydrazidsalicylat	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Hydrazid 4-methylbenzoat	-	-	3	-	-	-	-	-	-	-	-
	Dihydrazidisophthalat	-	-	-	1	2	-	-	-	0,7	-	0,7
	Dihydrazidadipat	-	-	-	-	-	-	1	-	-	-	-
	Mischbedingungen	15 U/min /60s	20 U/min /45s	20 U/min /45s	20 U/min /45s	20 U/min /45s	20 U/min /45s	15 U/min /60s	20 U/min /55s	20 U/min /30s		
	Vulkanisierter Kautschuk physikalische Eigenschaften											
	Niedrige exotherme Leistung (tanδ)	105	97	90	90	88	94	97	98			
	Zerreißeigkeitsleistung	97	90	104	107	109	108	104	102			

\*A: Menge von N234 in NR-WMB: 50 Masseteile für 100 Masseteile der Kautschukkomponente



[Tabelle 3]

	Vergleichs- beispiel 8	Vergleichs- beispiel 9	Vergleichs- beispiel 10	Vergleichs- beispiel 11	Bei- spiel 12	Bei- spiel 13	Bei- spiel 14	Bei- spiel 15	Bei- spiel 16	Vergleichs- beispiel 12
Naturkautschuk	100	-	100	100	-	-	-	-	-	-
CB"N234"	25	-	25	25	-	-	-	-	-	-
CB"N220"	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
CB"N339"	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
CB"N550"	25	-	25	25	-	-	-	-	-	-
NR-WMB(N234/N550) <sup>*A</sup>	-	150	-	-	150	150	150	150	150	150
NR-WMB(N234/N220) <sup>*B</sup>	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
NR-WMB(N234/N339) <sup>*C</sup>	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
NR-WMB(N339/N550) <sup>*D</sup>	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Öl	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Anti-Aging-Mittel	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2

Schritt (I)

	Zinkblume	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	Stearinsäure	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
	Dihydrazidisophthalat	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.7
	Mischbedingungen	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min/30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s
Schritt (II)	Mischbedingungen	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s
	Schwefel	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
	Vulkanisationsförderer	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
	Hydrazidsalicylat	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Schritt (III)	Hydrazid 4-methylbenzoat	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Dihydrazidisophthalat	-	0,7	2	0,7	0,3	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	2
	Dihydrazidipat	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Mischbedingungen	15U/min	15U/min	15U/min	15U/min	15U/min	15U/min	15U/min	15U/min	15U/min	15U/min	15U/min	15U/min	20U/min
				*3			*3					*1		*2

	/60s	/60s	/60s	n /45s	n	n /45s	/45s
Vulkanisierter Kautschuk physikalische Eigenschaften							
Niedrige exotherme Leistung (tanδ)	103	100	100	99	85	90	95
Zerreiβfestigkeitsleistung	95	100	94	92	110	108	103

\*1: Schritte (II) und (III) laufend durchgeföhrt bei 40 U/min, 60 Sekunden insgesamt.

\*2: Schritte (II) und (III) laufend durchgeföhrt bei 20 U/min, 60 Sekunden insgesamt.

\*3: PID-Steuerung wurde durchgeföhrt, um die Komponenten bei einer Steuertemperatur von 110°C 45 Sekunden zu kneten. Rotationsgeschwindigkeit der Röhrrotoren bei PID-Steuerzeit: 17 bis 23 U/min

\*A: Jeweilige Mengen von N234 und N550 in NR-WMB: 25 Teile und 25 Masseteile für 100 Masseteile der Kautschukkomponente

\*B: Jeweilige Mengen von N234 und N220 in NR-WMB: 25 Teile und 25 Masseteile für 100 Masseteile der Kautschukkomponente

\*C: Jeweilige Mengen von N234 und N339 in NR-WMB: 25 Teile und 25 Masseteile für 100 Masseteile der Kautschukkomponente

\*D: Jeweilige Mengen von N339 und N550 in NR-WMB: 35 Teile und 15 Masseteile für 100 Masseteile der Kautschukkomponente

[Tabelle 4]

	Vergleichs- beispiel 13	Beispiel 17	Vergleichs- beispiel 14	Beispiel 18	Beispiel 19	Vergleichs- beispiel 15	Beispiel 20
Naturkautschuk	-	-	-	-	-	-	-
CB"N234"	-	-	-	-	-	-	-
CB"N220"	-	-	-	-	-	-	-
CB"N339"	-	-	-	-	-	-	-
CB"N550"	-	-	-	-	-	-	-
NR-WMB(N234/N550) <sup>*A</sup>	-	-	-	-	-	-	-
NR-WMB(N234/N220) <sup>*B</sup>	150	150	-	-	-	-	-
NR-WMB(N234/N339) <sup>*C</sup>	-	-	150	150	150	-	-
NR-WMB(N339/N550) <sup>*D</sup>	-	-	-	-	-	150	150
Öl	2	2	2	2	2	2	2
Anti-Aging-Mittel	2	2	2	2	2	2	2
Zinkblume	3	3	3	3	3	3	3
Stearinsäure	2	2	2	2	2	2	2

Schritt

(I)

	Dihydrazidisophthalat	-	-	-	-	-	-	-	-
	Mischbedingungen	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s	50U/min /30s
Schritt (II)	Mischbedingungen	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s	40U/min /15s
	Schwefel	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
	Vulkanisationsförderer	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
	Hydrazidsalicylat	-	-	-	-	-	-	-	-
Schritt (III)	Hydrazid 4-methylbenzoat	-	-	-	-	-	-	-	-
	Dihydrazidisophthalat	-	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7
	Dihydrazidipat	-	-	-	-	-	-	-	-
	Mischbedingungen	20U/min /45s	20U/min /45s	20U/min /45s	20U/min /45s	*3	20U/min /45s	20U/min /45s	20U/min /45s
Vulkanisierter Kautschuk physikalische Eigenschaften									
Niedrige exotherme Leistung (tanδ)		100	91	100	81	80	100	83	83

Zerreifestigkeitsleistung	100	106	100	110	117	100	115
----------------------------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

\*3: PID-Steuerung wurde durchgefhrt, um die Komponenten bei einer Steuertemperatur von 110°C 45 Sekunden zu kneten. Rotationsgeschwindigkeit von Rhrrotoren bei PID-Steuerzeit: 17 bis 23 U/min

\*A: Jeweilige Mengen von N234 und N550 in NR-WMB: 25 Teile und 25 Masseteile fr 100 Masseteile der Kautschukkomponente

\*B: Jeweilige Mengen von N234 und N220 in NR-WMB: 25 Teile und 25 Masseteile fr 100 Masseteile der Kautschukkomponente

\*C: Jeweilige Mengen von N234 und N339 in NR-WMB: 25 Teile und 25 Masseteile fr 100 Masseteile der Kautschukkomponente

\*D: Jeweilige Mengen von N339 und N550 in NR-WMB: 35 Teile und 15 Masseteile fr 100 Masseteile der Kautschukkomponente

[0076] Aus den Ergebnissen in den Tabellen 1 bis 4 ergibt sich, dass der vulkanisierte Kautschuk der Kautschukzusammensetzung, die mit dem Herstellungsverfahren eines jeden Ausführungsbeispiels hergestellt wurde, in Bezug auf Zerreifestigkeitsleistung und niedrige exotherme Leistung ausgezeichnet ist.

### Patentansprche

1. Herstellungsverfahren fr eine Kautschukzusammensetzung umfassend:  
Verwendung eines Innenmischers, um einen nassen Kautschuk-Masterbatch zu mischen/dispergieren, der einen Ru, eine Hydrazidverbindung, ein Anti-Aging-Mittel und Schwefel enthlt, wobei der Zeitpunkt, an dem die Hydrazidverbindung in den Innenmischer gefllt wird, nicht der gleiche Zeitpunkt ist, an dem das Anti-Aging-Mittel dort eingefllt wird, aber derselbe Zeitpunkt, an dem die Schwefelkomponente dort eingefllt wird.
2. Herstellungsverfahren fr eine Kautschukzusammensetzung nach Anspruch 1, wobei der nasse Kautschuk-Masterbatch erhalten wird  
durch einen Schritt ( $\alpha$ ), bei dem als Rohmaterialien mindestens der Ru, ein Dispergierlsungsmittel und eine Kautschuklatexlsung verwendet werden, um mindestens den Ru in das Dispergierlsungsmittel zu dispergieren und eine Ru enthaltende Aufschlmmlsung zu erhalten,  
durch einen Schritt ( $\beta$ ), mit dem die Ru enthaltende Aufschlmmlsung mit der Kautschuklatexlsung vermischt wird, um eine Ru enthaltende Kautschuklatexlsung herzustellen, und  
durch einen Schritt ( $\gamma$ ), bei dem die Ru enthaltende Kautschuklatexlsung verfestigt/getrocknet wird, wobei Schritt ( $\alpha$ ) ein Schritt ( $\alpha - (a)$ ) ist, bei welchem, wenn der Ru in das Dispergierlsungsmittel dispergiert wird, mindestens ein Teil der Kautschuklatexlsung hinzugefgt wird und dadurch eine Aufschlmmlsung hergestellt wird, die den Ru enthlt, an dem Kautschuklatexpartikel haften, und wobei Schritt ( $\beta$ ) ein Schritt ( $\beta - (a)$ ) ist, bei dem die Aufschlmmlsung, die den Ru enthlt, an dem die Kautschuklatexpartikel haften, mit dem Rest der Kautschuklatexlsung gemischt wird, um eine Kautschuklatexlsung herzustellen, die den Ru enthlt, an dem die Kautschuklatexpartikel haften.
3. Herstellungsverfahren fr eine Kautschukzusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2 umfassend:  
einen Schritt (I), bei dem mindestens der nasse Kautschuk-Masterbatch und das Anti-Aging-Mittel, die miteinander vermischt werden sollen, geknetet werden und nachfolgend die resultierende Mischung, die den nassen Kautschuk-Masterbatch und das Anti-Agent-Mittel enthlt, aus dem Innenmischer ausgetragen wird,  
einen Schritt (II), mit dem die Mischung erneut im Innenmischer geknetet wird, um ein Reaggregat des Rues in der Mischung zu brechen, und  
einen Schritt (III), mi dem nach Schritt (II) die Hydrazidverbindung und die Schwefelkomponente gleichzeitig in den Innenmischer gefllt werden, um die Mischung, die Hydrazidverbindung und die Schwefelkomponente zu kneten und dadurch diese Materialien miteinander zu vermischen.
4. Herstellungsverfahren fr eine Kautschukzusammensetzung nach Anspruch 3, wobei in Schritt (II) der Zeitraum fr das Kneten mindestens 15 Sekunden oder lnger ist, und ein Rhrrotor des Innenmischers eine Rotationsgeschwindigkeit von 35 U/min oder mehr zeigt, und wobei in Schritt (III) der Zeitraum fr das Kneten mindestens 40 Sekunden oder lnger ist, und der Rhrrotor des Innenmischers eine Rotationsgeschwindigkeit von 15 bis 25 U/min oder mehr zeigt.
5. Kautschukzusammensetzung, die durch das in einem der Ansprche 1 bis 4 angefhrte Herstellungsverfahren erhalten wird.
6. Luftreifen umfassend ein Lagenbeschichtungsgummi, das bei Anwendung der in Anspruch 5 angefhrten Kautschukzusammensetzung erhalten wird.
7. Luftreifen umfassend ein Laufflchenkronengummi, das bei Anwendung der in Anspruch 5 angefhrten Kautschukzusammensetzung erhalten wird.
8. Luftreifen umfassend ein Laufflchenbasisgummi, das bei Anwendung der in Anspruch 5 angefhrten Kautschukzusammensetzung erhalten wird.

Es folgen keine Zeichnungen