

ÖZET**ÇÖKELTİLEN SİLİKALARIN HAZIRLANMASINA YÖNELİK YENİ PROSES,
ÇÖKELTİLEN YENİ SİLİKALAR VE BUNLARIN ÖZELLİKLE POLİMERLERİN
TAKVİYELENDİRİLMESİNE YÖNELİK KULLANIMLARI**

5

Buluş, bir çökeltilen silikanın hazırlanmasına yönelik yeni bir proses ile ilgilidir, burada:

- çökeltilen silikanın bir süspansiyonunun elde edileceği şekilde, en az bir asitleştirme ajanı ile bir silika reakte ettirilir, - bir filtrasyon kekinin elde edileceği şekilde çökeltilen silikanın söz konusu süspansiyonu filtrelenir, - söz konusu filtrasyon keki, bir

10

alüminyum bileşiğinin eklenmesini içeren bir parçalanma işlemine tabi tutulur, - parçalama işleminden sonra, bir kurutma adımına devam edilir, filtrasyon kekine, parçalama işlemi esnasında veya bundan sonra, metilglutarik asidin eklenmesi ile karakterize edilir. Bu aynı zamanda çökeltilen yeni silikalar ve bunların kullanımları ile ilgilidir.

İSTEMLER

1. Çökeltilen silika olup, özelliği bunun aşağıdaki unsurlara sahip olması ile:
 - 45 ile 550 m²/g arasında, özellikle 70 ile 370 m²/g arasında, özel olarak 80 ile 300 m²/g arasında bulunan bir BET spesifik yüzeyi,
 - ağırlıkça en az %0,15, özellikle ağırlıkça en az %0,20 olan, toplam karbon bakımından ifade edilen, karşılık gelen bir polikarboksilik asit + karboksilat içeriği (C),
 - ağırlıkça en az %0,20, özellikle ağırlıkça en az %0,25 olan bir alüminyum (Al) içeriği ve
 bunun yüzeyinde metilglutarik asit moleküllerine sahip olması ile karakterize edilmesidir.
2. İstem 1'e göre çökeltilen silika olup, özelliği bunun 100 ile 240 m²/g arasında, özel olarak 120 ile 190 m²/g arasında bulunan bir BET spesifik yüzeyine sahip olması ile karakterize edilmesidir.
3. İstemler 1 ve 2'den birine göre çökeltilen silika olup, özelliği bunun 43 mJ/m²'den az, özellikle 42 mJ/m²'den az bir yüzey enerjisi dağılımlı bileşene (γ_s^d) sahip olması ile karakterize edilmesidir.
4. İstemler 1 ila 3'ten birine göre çökeltilen silika olup, özelliği bunun %6'dan fazla, özel olarak %7'den fazla bir su alımına sahip olması ile karakterize edilmesidir.
5. Bir çökeltilen silikaya yönelik hazırlama prosesi olup, burada:
 - çökeltilen silikanın bir süspansiyonunun elde edileceği şekilde, en az bir silika ile en az bir asitleştirme ajanı reakte ettirilir,
 - bir filtrasyon kekinin elde edileceği şekilde, çökeltilen silikanın söz konusu süspansiyonu filtrelendir,
 - filtrasyonun sonunda elde edilen filtrasyon keki, bir alüminyum bileşiğinin eklenmesini içeren bir parçalanma işlemine tabi tutulur,
 - parçalanma işleminden sonra, tercih edildiği üzere bir kurutma işlemine devam edilir,
 özelliği filtrasyon kekine, parçalanma işlemi esnasında veya bundan sonra, metilglutarik asidin eklenmesi ile karakterize edilmesidir.

6. İstem 5'e göre bir çökeltilen silikaya yönelik hazırlama prosesi olup, özelliği bunun aşağıdaki adımları içermesi ile karakterize edilmesidir:
- aşağıdaki şekilde çökeltme reaksiyonu gerçekleştirilir:
- 5 (i). reaksiyon ile ilgili silikanın toplam miktarının en az bir bölümünü ve bir elektrolit içeren bir başlangıç başlatıcı stok oluşturulur, söz konusu başlangıç başlatıcı stok içindeki silika konsantrasyonu (SiO_2 bakımından ifade edilir) 100 g/L'den azdır, tercih edildiği üzere, söz konusu başlangıç başlatıcı stok içindeki elektrolit konsantrasyonu, 19 g/L'den azdır,
- 10 (ii). reaksiyonel ortamın en az 7,0 olan, özellikle 7,0 ile 8,5 arasında bulunan bir pH değeri elde edilene kadar söz konusu başlatıcı stoka asitleştirme ajanı eklenir,
- (iii). reaksiyonel ortama asitleştirme ajanı ve gerekli olması halinde eş zamanlı olarak silikanın geri kalan miktarı eklenir,
- 15 - elde edilen silikanın süspansiyonu filtrelenir,
- filtrasyonun sonunda elde edilen filtrasyon keki, bir alüminyum bileşiğinin eklenmesini içeren bir parçalanma işlemine tabi tutulur,
- tercih edildiği üzere ağırlıkça en fazla %25'lik bir kuru madde oranına sahip olan, böylelikle elde edilen filtrasyon keki kurutulur,
- 20 söz konusu prosenin özelliği filtrasyon kekine, parçalama işlemi esnasında veya bundan sonra ve kurutma adımından önce metilglutarik asidin eklenmesi ile karakterize edilmesidir.
7. İstemler 5 ve 6'dan birine göre proses olup, özelliği parçalama işlemi esnasında, metilglutarik asit ve alüminyum bileşiğinin eşzamanlı olarak filtrasyon kekine eklenmesidir.
- 25
8. İstemler 5 ve 6'dan birine göre proses olup, özelliği parçalama işlemi esnasında, alüminyum bileşiğinin filtrasyon kekine, metilglutarik asidin eklenmesinden önce eklenmesidir.
- 30
9. İstemler 5 ve 6'dan birine göre proses olup, özelliği metilglutarik asidin, parçalama işleminden sonra filtrasyon kekine eklenmesidir.

10. İstemler 5 ila 9'dan birine göre proses olup, özelliği kullanılan metilglutarik asidin bir bölümünün veya bunun tamamının, anhidrit, ester, metal alkalın tuzu (karboksilat) veya amonyum tuzu (karboksilat) formunda olmasıdır.
- 5 11. Elastomerlere, özellikle lastiklere yönelik, istemler 1 ila 4'ten birine göre çökeltilen veya istemler 5 ila 10'dan birine göre proses ile elde edilen bir silikanın, takviyelendirme dolgu madde olarak kullanılmasıdır.
- 10 12. İstemler 1 ila 4'ten birine göre çökeltilen veya istemler 5 ila 10'dan birine göre proses ile elde edilen bir silikayı içeren polimerlerin bileşimidir.
- 15 13. İstem 12'ye göre en az bir bileşimi içeren malzemedir, bu malzeme, bir ayakkabı tabanı, bir zemin kaplaması, bir gaz bariyeri, bir ateş geçirmez materyal, bir teleferik makarası; bir ev aleti mafsalı, bir likit veya gaz kanalı mafsalı, bir frenleme sistemi mafsalı, bir boru, bir kılıf, bir kablo, bir motor desteği, bir pil ayırıcı, bir konveyör şeridi, bir tahrik kayışı veya tercih edildiği üzere bir lastikten oluşur.
- 20 14. İstem 13'e göre lastiktir.

TARİFNAME**ÇÖKELTİLEN SİLİKALARIN HAZIRLANMASINA YÖNELİK YENİ PROSES,
ÇÖKELTİLEN YENİ SİLİKALAR VE BUNLARIN ÖZELLİKLE POLİMERLERİN
TAKVİYELENDİRİLMESİNE YÖNELİK KULLANIMLARI**

5

Mevcut buluş, çökeltilen silikanın hazırlanmasına yönelik yeni bir proses, çökeltilen yeni silikalar ve bunların, polimerlerin takviyelendirilmesi gibi uygulamaları ile ilgilidir.

Polimerler, özellikle elastomerler içinde örneğin çökeltilen silika gibi, takviyelendirici beyaz dolgu maddelerinin kullanılması bilinir.

FR2886285 çökeltilen silikanın hazırlanmasında karboksilik asidin kullanılmasını açıklar.

15 EP0735088 sülfürik asit, nitrik asit veya klorhidrik asit gibi kuvvetli bir mineral asit veya asetik asit, formik asit veya karbonik asit gibi bir organik asit olabilen, çökeltilen silikanın hazırlanmasında bir asitleştirme ajanının kullanılmasını açıklar.

Mevcut buluşun amacı özellikle, bunlara avantajlı bir şekilde viskozitelerinde bir azalma ve bunların mekanik özelliklerini muhafaza ederek dinamik özelliklerinde bir iyileşme sağlayan polimerlerin bileşimlerine yönelik bir alternatif dolgu maddesinin sunulmasıdır. Bu böylelikle avantajlı bir şekilde histerez/takviye uyuşmasında bir iyileşmeye olanak sağlar.

25 Mevcut buluş öncelikle parçalama işlemi esnasında veya bundan sonra, özel bir polikarboksilik asidi uygulayan, çökeltilen silikanın hazırlanmasına yönelik yeni bir prosesi sunar.

Genel bir şekilde, çökeltilen silikanın hazırlanması, bir metal alkalin silika (örneğin sodyum silika) gibi bir silikanın, bir asitleştirme ajanı (örneğin sülfürik asit) ile çökeltilmesi reaksiyonu, akabinde elde edilen çökeltilen silikanın, bir filtrasyon kekinin elde edilmesi ile filtrasyon yoluyla ayrılması, daha sonra söz konusu filtrasyon kekinin parçalanması ve son olarak kurutma (genel olarak atomizasyon yoluyla) ile gerçekleşir. Silikanın çökeltilmesi modu bunlardan herhangi biri olabilir: özellikle bir silika başlatıcı stok üzerine asitleştirme ajanının eklenmesi, bir su veya silika başlatıcı stok üzerine

35

asitleştirme ajanının ve silikanın tamamen veya kısmen eş zamanlı olarak eklenmesidir.

5 Buluşun amacı, bir çökeltilen silikanın hazırlanmasına yönelik yeni bir prodestir, burada:

- çökeltilen silikanın bir süspansiyonunun elde edileceği şekilde, en az bir silika ile en az bir asitleştirme ajanı reakte ettirilir,
- bir filtrasyon kekinin elde edileceği şekilde, elde edilen çökeltilen silikanın süspansiyonu filtrelenir,
- 10 • filtrasyonun sonunda elde edilen filtrasyon keki, bir alüminyum bileşiğinin eklenmesini içeren bir parçalanma işlemine tabi tutulur,
- parçalama işleminden sonra, tercih edildiği üzere bir kurutma işlemine (genel olarak atomizasyon yoluyla) devam edilir,

15 filtrasyon kekine, parçalama işlemi esnasında veya bundan sonra, metilglutarik asidin eklenmesi ile karakterize edilir.

Buluşa göre, filtrasyon keki, bu sırada bir alüminyum bileşiğinin ve metilglutarik asidin eklendiği veya bundan sonra metilglutarik asidin eklendiği bir parçalama işlemine tabi tutulur. Böylelikle elde edilen karışım (çökeltilen silikanın süspansiyonu) tercih edildiği üzere (genel olarak atomizasyon yoluyla) kurutulur.

20

Parçalama işlemi, bir akışkanlaştırma veya likitleştirme işlemidir, burada filtrasyon keki, likit hale getirilir, çökeltilen silika süspansiyon halinde bulunur.

25 Buluşun ilk iki değişkeninde, bu parçalama işlemi, filtrasyon kekinin, bir alüminyum bileşiğinin, örneğin sodyum alüminatın ve metilglutarik asidin eklenmesi ile tercih edildiği üzere alışıla geldiği üzere süspansiyon halindeki silikada granülometrik bir azalmayı indükleyen mekanik bir eyleme (örneğin sürekli olarak karıştırmalı bir tank içinden veya kollodial türü bir öğütücü içinden geçirilerek) bağlı bir kimyasal eyleme

30 tabi tutulması ile gerçekleştirilir. Parçalamadan sonra elde edilen (özellikle aköz) süspansiyon nispeten zayıf bir viskoziteye sahiptir.

Birinci değişkende, parçalama işlemi esnasında, alüminyum bileşiği ve metilglutarik asit, eş zamanlı olarak filtrasyon kekine eklenir (birlikte ekleme).

İkinci deęişkende, parçalama işlemleri esnasında, alüminyum bileşimi filtrasyon kekine, metilglutarik asidin eklenmesinden önce eklenir.

5 Buluşun bir üçüncü (tercih edilen) deęişkeninde, bu parçalama işlemleri, filtrasyon kekinin, bir alüminyum bileşiminin, örneğinin sodyum alüminatın eklenmesi ile tercih edildiği üzere alışıla geldiği üzere süspansiyon halindeki silikada granülometrik bir azalmayı indükleyen mekanik bir eyleme (örneğin sürekli olarak karıştırmalı bir tank içinden veya kolloidal türü bir öğütücü içinden geçirilerek) baęlı bir kimyasal eyleme tabi tutulması ile gerçekleştirilir.

10

Bu üçüncü deęişkende, metilglutarik asit, parçalama işlemlerinden sonra, dięer bir deyişle parçalanan silika kekine eklenir.

15 Parçalama işlemlerine tabi tutulması gereken filtrasyon keki, çok sayıda filtrasyon kekinin karışımından oluşturulabilir, söz konusu filtrasyon keklerinin her biri, önceden elde edilen çökeltile silikanın süspansiyonunun bir bölümünün filtrasyonu ile elde edilir.

Buluşa göre, metilglutarik asit tercih edildiği şekilde bir dięer karboksilik asidin ilave olarak eklenmesi olmaksızın kullanılır.

20

Buluşa göre kullanılan metilglutarik asit, anhidrit, ester, metal alkalini (örneğin sodyum veya potasyum) tuzu (karboksilat) veya amonyum tuzu (karboksilat) formunda bulunabilir.

25 Buluşta kullanılan metilglutarik asit isteğe baęlı olarak, filtrasyon kekine eklenmesinden önce (özellikle, bu örneğinin soda veya potas türü bir baz ile önceden muamele edilerek) önceden nötrale edilebilir. Bu durum özellikle elde edilen silikanın pH deęerinin modifiye edilmesine olanak sağlar.

30 Metilglutarik asit aköz solüsyon formunda kullanılabilir.

Buluşa göre, alüminyum bileşimi tercih edildiği üzere metal alkalini alüminatları arasından seçilir. Özellikle, alüminyum bileşimi sodyum alüminattır.

35 Buluşa göre, kullanılan alüminyum bileşiminin (özellikle sodyum alüminatın) miktarı,

genel olarak filtrasyon keki içinde bulunan SiO₂ bakımından ifade edilen alüminyum bileşiği / silika miktarı oranının, ağırlıkça %0,20 ile 0,50, tercih edildiği üzere ağırlıkça %0,25 ile 0,45 arasında bulunacağı şekildedir.

5 Kullanılan metilglutarik asidin miktarı, filtrasyon keki içinde bulunan SiO₂ bakımından ifade edilen metilglutarik asit / silika miktarı oranının, ağırlıkça %0,75 ile 2 arasında, tercih edildiği üzere ağırlıkça %1 ile 1,75 arasında, özellikle ağırlıkça %1,1 ile 1,5 arasında bulunacağı şekildedir.

10 Buluşta, filtrasyon keki isteğe bağlı olarak yıkanır.

Parçalama işleminden sonra böylelikle elde edilen çökeltilen silika akabinde kurutulur. Bu yıkama işlemi kendiliğinden bilinen herhangi bir yöntem ile yapılabilir.

15 Tercih edildiği üzere yıkama işlemi atomizasyon yoluyla yapılır. Bu amaçla, herhangi bir türde uygun atomizör, özellikle bir türbin, nozul, likit basınçlı veya çift akışkanlı atomizör kullanılabilir. Genel olarak filtrasyon bir pres filtresi aracılığıyla gerçekleştirildiğinde, bir nozul atomizör kullanılır ve filtrasyon bir vakum filtresi aracılığıyla gerçekleştirildiğinde, bir türbin atomizör kullanılır.

20

Kurutma işlemi bir nozul atomizör aracılığıyla gerçekleştirildiğinde, böylelikle elde edilebilen çökeltilen silika alışıla geldiği üzere büyük ölçüde küre bilyeler formunda bulunur.

25 Bu kurutma işleminin sonunda, isteğe bağlı olarak geri kazanılan ürün üzerinde bir öğütme adımına devam edilebilir: böylelikle elde edilebilen çökeltilen silika genel olarak bir toz formundadır.

30 Kurutma işlemi bir türbin atomizör aracılığıyla gerçekleştirildiğinde, böylelikle elde edilebilen silika bir toz formunda bulunabilir.

35 Son olarak, önceden belirtildiği gibi kurutulan (özellikle türbin atomizör yoluyla) veya öğütülen ürün, isteğe bağlı olarak örneğin bir doğrudan kompresyon, bir ıslak granülasyon (diğer bir deyişle su, silika süspansiyonu... gibi bir bağlayıcının kullanılması ile), bir ekstrüzyon veya tercih edildiği üzere bir kuru sıkıştırmadan oluşan

5 bir yığma adımına tabi tutulabilir. Bu son teknik gerçekleştirildiğinde, sıkıştırmaya devam edilmeden önce, bunların içinde bulunan havanın ortadan kaldırılacağı ve daha düzenli bir sıkıştırmanın sağlanacağı şekilde toz haline getirilmiş ürünlerin havasının arındırılması (aynı zamanda ön-yoğunlaştırma veya gazdan arındırma olarak adlandırılan işlem) uygun olabilir.

Bu yığma adımı ile böylelikle elde edilebilen çökeltilen silika genel olarak granüllü formda bulunur.

10 Mevcut buluşun amacı aynı zamanda bunun vasıtasıyla çökeltilen silikanın bir süspansiyonunun elde edildiği bir silika ile bir asitleştirme ajanı arasında çökeltme reaksiyonunu, akabinde bu süspansiyonun ayrılmasını veya kurutulmasını içeren türde, çökeltilen bir silikanın hazırlanmasına yönelik özel bir prosestir, bunun aşağıdaki ardışık adımları içermesi ile karakterize edilir:

15 • aşağıdaki şekilde çökeltme reaksiyonu gerçekleştirilir:

(i). reaksiyon ile ilgili silikanın toplam miktarının en az bir bölümünü ve bir elektrolit içeren bir başlangıç başlatıcı stok oluşturulur, söz konusu başlangıç başlatıcı stok içindeki silika konsantrasyonu (SiO_2 bakımından ifade edilir) 100 g/l'dan azdır, tercih edildiği üzere, söz konusu başlangıç başlatıcı stok içindeki elektrolit konsantrasyonu, 19 g/l'dan azdır,

20

(ii). reaksiyonel ortamın en az 7,0 olan, özellikle 7 ile 8,5 arasında bulunan bir pH değeri elde edilene kadar söz konusu başlatıcı stoka asitleştirme ajanı eklenir,

25

(iii). reaksiyonel ortama asitleştirme ajanı ve gerekli olması halinde eş zamanlı olarak silikanın geri kalan miktarı eklenir,

- elde edilen silikanın süspansiyonu filtrelenir,
- filtrasyonun sonunda elde edilen filtrasyon keki, bir alüminyum bileşiğinin eklenmesini içeren bir parçalanma işlemine tabi tutulur,
- tercih edildiği üzere ağırlıkça en fazla %25'lik bir kuru madde oranına sahip olan, böylelikle elde edilen filtrasyon keki kurutulur,

30

söz konusu proses, filtrasyon kekine, parçalama işlemi esnasında veya bundan sonra ve kurutma adımından önce metilglutarik asidin eklenmesi ile karakterize edilir.

Parçalama işlemi ile ilgili yukarıdaki açıklamada, metilglutarik asidin eklenmesi belirtilir

35

ve prosesin üç değişkeni buluşa göre mevcut prosese uygulanır.

Asitleştirme ajanının ve silikanın seçimi kendiliğinden iyi bilinen bir şekilde yapılır.

Genel olarak asitleştirme ajanı olarak sülfürik asit, nitrik asit veya klorhidrik asit gibi kuvvetli bir mineral asit veya asetik asit, formik asit, karbonik asit gibi bir organik asit kullanılır.

Asitleştirme ajanı seyreltilebilir veya konsantre edilebilir; bunun normalitesi 0,4 ile 36 N arasında, örneğin 0,6 ile 1,5 N arasında bulunabilir.

10 Özellikle, asitleştirme ajanının sülfürik asit olduğu durumda, bunun konsantrasyonu 40 ile 180 g/l arasında, örneğin 60 ile 130 g/l arasında bulunabilir.

15 Silika olarak, metasilikatlar, disilikatlar ve avantajlı olarak bir metal alkalın silika, özellikle sodyum veya potasyum silika gibi silikaların mevcut herhangi bir formu kullanılabilir.

Silika 40 ile 330 g/l arasında, örneğin 60 ile 300 g/l arasında bulunan bir konsantrasyona (SiO_2 bakımından ifade edilir) sahip olabilir.

20 Tercih edilen bir şekilde, silika olarak sodyum silika kullanılır.

Sodyum silikanın kullanıldığı durumda, bu, genel olarak, 2 ile 4 arasında, özellikle 2,4 ile 3,9 arasında, örneğin 3,1 ile 3,8 arasında bulunan bir $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ ağırlık oranına sahiptir.

25

Adım (i) sırasında, silikanın yanı sıra bir elektrolit içeren bir başlatıcı stok oluşturulur. Başlangıç başlatıcı stok içinde mevcut silika miktarı sadece avantajlı olarak reaksiyon ile ilgili silikanın toplam miktarının bir bölümünü temsil eder.

30 Başlangıç başlatıcı stok içinde bulunan elektrolit ile ilgili olarak (adım (i)), bu terim burada normal anlamında anlaşılır, diğer bir deyişle bu, solüsyon halinde olduğunda, iyonları veya yüklü partikülleri oluşturmaya yönelik dekompoze olan veya birbirinden ayrılan herhangi bir iyonik veya moleküler maddeyi ifade eder; elektrolit olarak, alkalın ve alkalın toprak metaller grubunun bir tuzu, özellikle başlangıç silika metalinin ve asitleştirme ajanının tuzu, örneğin klorhidrik asit ile bir sodyum silikanın reaksiyonunun

35

durumunda sodyum klorür veya tercih edildiği üzere sülfürik asit ile bir sodyum silikanın reaksiyonunun durumunda sodyum sülfat belirtilebilir.

5 Bu hazırlama prosesinin bir karakteristiğine göre, başlangıç başlatıcı stok içindeki elektrolit konsantrasyonu, 19 g/l'den az, özellikle 18 g/l'den az, özellikle 17 g/l'den az, örneğin 15 g/l'den azdır (en sık olduğu şekilde 6 g/l'den fazladır).

10 Bu prosesin bir diğer karakteristiğine göre, başlangıç başlatıcı stok içindeki silika konsantrasyonu (SiO₂ bakımından ifade edilir) 100 g/l'den azdır. Tercih edildiği üzere bu konsantrasyon 80 g/l'den az, özellikle 70 g/l'den azdır. Özellikle, nötralizasyona yönelik kullanılan asit yüksek, özellikle %70'den fazla bir konsantrasyona sahip olduğunda, SiO₂ konsantrasyonunun 80 g/l'den az olduğu bir silika başlatıcı stok ile çalışılması uygundur.

15 Adımda (ii) asitleştirme ajanının eklenmesi, reaksiyonel ortamın pH değerinde bağıntılı bir düşüşe yol açar ve reaksiyonel ortamın en az 7 olan, özellikle 7 ile 8,5 arasında bulunan, örneğin 7,5 ile 8,5 arasında bulunan bir pH değerine ulaşılan kadar yapılır.

20 İstenen pH değerine ulaşılmaması halinde ve bir başlangıç başlatıcı stokun ilgili silikanın toplam miktarının sadece bir bölümünü içermesi durumunda, böylelikle avantajlı olarak asitleştirme ajanının ve adımda (iii) geri kalan silika miktarının eş zamanlı olarak eklenmesine devam edilir.

25 Bu eş zamanlı ekleme genel olarak reaksiyonel ortamın pH değerinin, adımın (ii) sonunda ulaşılan değere sabit olarak eşit (yaklaşık $\pm 0,1$) olacağı şekilde gerçekleştirilir.

30 Adımın (iii) sonunda ve özellikle belirtilen eş zamanlı ekleden sonra, adımın (iii) sonunda elde edilen pH değerinde ve genel olarak örneğin 2 ila 45 dakika boyunca, özellikle 3 ila 30 dakika boyunca karıştırma altında, elde edilen reaksiyonel ortamın (aköz solüsyon) olgunlaştırılmasına devam edilebilir.

35 Son olarak, ilgili silikanın toplam miktarının sadece bir bölümünü içeren bir başlangıç başlatıcı stokun durumunda, aynı zamanda ilgili silikanın toplam miktarını içeren bir başlangıç başlatıcı stokun durumunda, çökeltme işleminden sonra, isteğe bağlı bir

sonraki adımda, asitleştirme ajanının ilave bir miktarının reaksiyonel ortama eklenmesi mümkündür. Bu ekleme genel olarak 3 ile 6,5 arasında, tercih edildiği üzere 4 ile 6,5 arasında bulunan bir pH değeri elde edilene kadar yapılır.

- 5 Reaksiyonel ortamın sıcaklığı genel olarak 75 ile 97 °C arasında, tercih edildiği üzere 80 ile 96 °C arasında bulunur.

10 Bu çökeltme prosesinin bir değişkenine göre, reaksiyon 75 ile 97 °C arasında bulunan sabit bir sıcaklıkta gerçekleştirilir. Bu prosesin bir diğer değişkenine göre, reaksiyonun sonundaki sıcaklık, reaksiyonun başlangıcındaki sıcaklıktan daha yüksektir: böylelikle, reaksiyonun başlangıcındaki sıcaklık tercih edildiği üzere 75 ile 90 °C arasında tutulur; akabinde sıcaklık, tercih edildiği üzere bunda sıcaklığın reaksiyonun sonuna kadar tutulduğu 90 ile 97 °C arasında bir değere kadar birkaç dakika arttırılır.

15 Açıklanan adımların sonunda, akabinde ayrılan (likit-katı ayırma) bir silika sulu karışım elde edilir. Bu ayırma alışıla geldiği üzere, uygun olan herhangi bir yöntem aracılığıyla, örneğin bir şeritli filtre, bir vakumlu filtre veya tercih edildiği üzere bir pres filtre aracılığıyla gerçekleştirilen bir filtrasyon, akabinde gerekli olması halinde bir yıkama işlemini içerir.

20 Filtrasyon keki böylelikle, bir alüminyum bileşiğinin eklenmesini içeren bir parçalanma işlemine tabi tutulur. Yukarıdaki açıklama ile uyumlu olarak, parçalama işlemi esnasında veya bundan sonra metilglutarik asit eklenir. Tercih edilen değişkene göre, metilglutarik asit, parçalanmış filtrasyon kekine parçalama işleminden sonra eklenir.

25 Parçalanmış filtrasyon keki akabinde kurutulur.

30 Tercih edildiği üzere, bu hazırlama prosesinde parçalama işleminden sonra elde edilen çökeltile silika süspansiyonu kurutulmasından hemen önce ağırlıkça en fazla %25, özellikle ağırlıkça en fazla %24, özellikle ağırlıkça en fazla %23, örneğin ağırlıkça en fazla %22 bir kuru madde oranına sahip olmalıdır.

35 Bu yıkama işlemi kendiliğinden bilinen herhangi bir yöntemle yapılabılır. Tercih edildiği üzere yıkama işlemi atomizasyon yoluyla yapılır. Bu amaçla, herhangi bir türde uygun atomizör, özellikle bir türbin, nozul, likit basınçlı veya çift akışkanlı atomizör

kullanılabilir. Genel olarak filtrasyon bir pres filtresi aracılığıyla gerçekleştirildiğinde, bir nozul atomizör kullanılır ve filtrasyon bir vakum filtresi aracılığıyla gerçekleştirildiğinde, bir türbin atomizör kullanılır.

5 Kurutma işlemi bir nozul atomizör aracılığıyla gerçekleştirildiğinde, böylelikle elde edilebilen çökeltile silika alışıla geldiği üzere büyük ölçüde küre bilyeler formunda bulunur. Bu kurutma işleminin sonunda, isteğe bağlı olarak geri kazanılan ürün üzerinde bir öğütme adımına devam edilebilir: böylelikle elde edilebilen çökeltile silika genel olarak bir toz formundadır.

10

Kurutma işlemi bir türbin atomizör aracılığıyla gerçekleştirildiğinde, böylelikle elde edilebilen çökeltile silika bir toz formunda bulunabilir.

15 Son olarak, önceden belirtildiği gibi kurutulan (özellikle bir türbin atomizör yoluyla) veya öğütülen ürün, isteğe bağlı olarak örneğin bir doğrudan kompresyon, bir ıslak granülasyon (diğer bir deyişle su, silika süspansiyonu... gibi bir bağlayıcının kullanılması ile), bir ekstrüzyon veya tercih edildiği üzere bir kuru sıkıştırmadan oluşan bir yağma adımına tabi tutulabilir. Bu son teknik gerçekleştirildiğinde, sıkıştırmaya devam edilmeden önce, bunların içinde bulunan havanın ortadan kaldırılacağı ve daha düzenli bir sıkıştırmanın sağlanacağı şekilde toz haline getirilmiş ürünlerin havasının arındırılması (aynı zamanda ön-yoğunlaştırma veya gazdan arındırma olarak adlandırılan işlem) uygun olabilir.

20

25 Bu yağma adımı ile böylelikle elde edilebilen çökeltile silika genel olarak granüllü formda bulunur.

Buluş aynı zamanda buluşa göre proses yoluyla elde edilen veya elde edilebilen çökeltile silikalar ile ilgilidir.

30 Genel olarak çökeltile silikalar yüzeylerinde metilglutarik asit ve/veya metilglutarik aside karşılık gelen karboksilat moleküllerine sahiptir.

Mevcut buluşun amacı ilave olarak özellikle, bunlara avantajlı bir şekilde viskozitelerinde bir azalma ve bunların mekanik özelliklerini muhafaza ederek dinamik

özelliklerinde bir iyileşme sağlayan polimerlerin bileşimlerine yönelik bir alternatif dolgu maddesi olarak kullanılabilen özel karakteristiklere sahip çökeltilebilir bir silikadır.

Aşağıdaki açıklamada, spesifik BET yüzeyi, « The Journal of the American Chemical Society », Vol. 60, sayfa 309, şubat 1938'de açıklanan ve NF ISO 5794-1 ek D (haziran 2010) standardına karşılık gelen BRUNAUER - EMMET - TELLER yöntemine göre belirlenir. Spesifik CTAB yüzeyi, NF ISO 5794-1 ek G (haziran 2010) standardına göre belirlenebilen dış yüzeydir.

10 Toplam karbon bakımından ifade edilen, (C) olarak belirtilen karşılık gelen polikarboksilik asit + karboksilat içeriği, Horiba EMIA 320 V2 gibi bir sülfür karbon analiz aracı aracılığıyla ölçülebilir. Sülfür karbon analiz aracının prensibi, bir indüksiyon fırını (yaklaşık 170 mA'ya ayarlanmıştır) içinde bir oksijen akışında ve yanma hızlandırıcı maddenin (yaklaşık 2 gram tungsten (özellikle Lecocel 763-266) ve 15 yaklaşık 1 gram demir) varlığında bir katı numunenin yanma işlemine dayanır. Analiz yaklaşık 1 dakika sürer.

Analiz edilecek numune içinde bulunan karbon (yaklaşık kütlesi 0,2 gram) CO₂, CO oluşturmaya yönelik oksijen ile kombine olur. Akabinde bir kızılötesi detektör ile bu 20 dekompozisyon gazları analiz edilir.

Bu oksidasyon reaksiyonları sırasında oluşan numunenin ve suyun nemi, kızılötesi ölçüme müdahale etmemek amacıyla bir dehidrasyon ajanı: magnezyum perklorat içeren bir kartuş üzerinden geçiş yoluyla elimine edilir.

25

Sonuç Karbon elementinin kütle yüzde ifadesi bakımından ifade edilir.

(Al) olarak belirtilen alüminyum içeriği örneğin bir Panalytical 2400 spektrometre ile veya tercih edildiği üzere bir Panalytical MagixPro PW2540 spektrometre ile dalga 30 boyu dağılımlı Fluorescence X ile belirlenebilir. Fluorescence X ile ölçüm yönteminin prensibi aşağıdaki şekildedir:

- silikaya yönelik bir öğütme, bu, büyük ölçüde küre biçiminde bilyeler (mikroboncuklar) veya granüllü formda olduğunda, homojen bir toz elde edilene kadar gereklidir. Öğütme, bir agat havan (15 gram'lık silikanın öğütülmesi

yaklaşık 2 dakikalık bir süre boyunca) veya alüminyum içermeyen herhangi türde bir öğütücü ile gerçekleştirilebilir.

- toz, 37 mm'lik bir ışınlama çapında, helyum atmosferi altında, 6 µm'lik bir polipropilen film ile 40 mm'lik bir hazne içinde olduğu gibi analiz edilir ve analiz edilen silikanın miktarı 9 cm³'tür. Maksimum 5 dakika gerektiren alüminyum içeriğinin ölçümü Kα ışınından (açı (2θ) = 145°, kristal PE002, kolimatör 550 µm, gaz akışı detektörü, rodyum tüpü, 32 kV ve 125 mA) elde edilir. Bu ışının yoğunluğu alüminyum içeriğine orantılıdır. ICP-AES ("Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectroscopy ") gibi bir diğer ölçüm yöntemi ile önceden gerçekleştirilen bir kalibrasyon kullanılabilir.

Alüminyum içeriği aynı zamanda florhidrik asit varlığında su içinde çözünmeden sonra, uygun olan herhangi bir diğer yöntem ile örneğin ICP-AES ile ölçülebilir.

- 15 Asit formunda ve/veya karboksilat formunda metilglutarik asidin varlığı yüzeyden kızılötesi veya ATR-elmas (Attenuated Total Reflection) ile kurulabilir.

Yüzeyden kızılötesi analizi (aktarma yoluyla) saf ürünün bir peleti üzerinde bir Bruker Equinox 55 spektrometre üzerinde gerçekleştirilir. Pelet, bir agat havan içinde silikanın olduğu gibi öğütülmesinden ve 10 saniye boyunca 2 T/cm²'de peletlemeden sonra elde edilir. Peletin çapı 17 mm'dir. Peletin ağırlığı 10 ile 20 mg arasındadır. Böylelikle elde edilen pelet, aktarma yoluyla analizden önce ortam sıcaklığında bir saat boyunca spektrometrenin ikincil vakum muhafazası (10⁻⁷ mbar) içine yerleştirilir. Edinim ikincil vakum altında gerçekleşmiştir (edinim koşulları: 400 cm⁻¹ ila 6000 cm⁻¹; tarama sayısı: 100; çözünürlük: 2 cm⁻¹).

Bir Bruker Tensor 27 spektrometre üzerinde gerçekleştirilen ATR-elmas yoluyla analiz, elmas üzerine bir agat havan içinde önceden öğütülen silika spatulasının bir ucunun biriktirilmesinden ve akabinde bir basıncın uygulanmasından oluşur. Kızılötesi spektrum 650 cm⁻¹ ila 4000 cm⁻¹ arasında 20 tarama olarak spektrometre üzerine kaydedilir. Çözünürlük 4 cm⁻¹'dir.

(R) olarak belirtilen oran aşağıdaki denklem ile belirlenir:

$$(R) = N \times \frac{\left[\left(100 \times \frac{C_T}{C_L} \right) \times M_{Al} \right]}{(Al \times M_{Ac})},$$

burada:

- N, metilglutarik asidin karboksilik fonksiyonunun sayısıdır (N, 2'ye eşittir),
- (C) ve (Al) yukarıda açıklandığı üzere içerik maddeleridir,
- 5 • C_T metilglutarik asidin karbon içeriğidir,
- M_{Al} alüminyumun moleküler kütlesidir,
- M_{Ac} metilglutarik asidin moleküler kütlesidir.

10 Yüzey enerjisinin dağılımlı bileşeni (γ_s^d) ters gaz kromatografisi ile belirlenir. Silikaya yönelik bir öğütme genel olarak bu granüllü forma sahip olduğunda gereklidir, akabinde örneğin 106 μm - 250 μm 'de bir elekten geçirme işlemi gelir.

15 Yüzey enerjisinin dağılımlı bileşenini (γ_s^d) hesaplamaya yönelik kullanılan teknik, gaz kromatografisine dayanan ancak burada mobil fazın ve yerleşik fazın görevinin (doldurma) ters çevrildiği bir teknik olan 6 ila 10 karbon atom arasında değişen bir dizi alkan (normal) kullanılarak, 110°C'de, Sonsuz Seyreltme Gaz Kromatografisidir. Burada, kolon içinde yerleşik faz, burada çöktülen silika olan analiz edilecek materyal (katı) ile yer değiştirilir. Mobil faz ile ilgili olarak, bu, vektör gaz (helyum) ve bunlarında etkileşim kapasitesine göre seçilen "sonda" molekülleri ile oluşturulur. Ölçümler ardışık olarak her bir sonda molekülü ile gerçekleştirilir. Her bir ölçüme yönelik olarak, her bir sonda molekülü oldukça düşük miktarda (sonsuz seyreltme), metan ile karışım halinde kolon içine enjekte edilir. Metan, kolonun ölü süresi olan t_0 'ı belirlemeye yönelik kullanılır.

25 Bu ölü süresinin (t_0), enjekte edilen sondanın tutulma süresinden çıkarılması, bunun net tutulma süresini (t_N) verir.

30 Sonsuz seyreltmeye yönelik uygun olan bu çalışma koşulları, bu tutulma süresinin, sadece bu moleküllere karşı numunenin interaktifliğini ifade ettiği anlamına gelir. Fiziksel olarak, t_N sonda molekülünün yerleşik faz (analiz edilen katı madde) ile temas halinde geçirdiği ortalama süreye karşılık gelir. Enjekte edilen her bir sonda molekülüne yönelik, üç net tutulma süresi (t_N) ölçülür. Ortalama değer ve karşılık gelen standart sapma, aşağıdaki denkleme (formül [1]) dayanarak spesifik tutulma hacimlerini (V_g^0) belirlemeye yönelik kullanılır.

$$V_g^0 = \frac{D_c t_N}{M_s} \cdot \frac{273,15}{T} \quad \text{formül [1]}$$

İkincisi, 1 gramlık yerleşik faza (incelenen katı madde) yönelik sonda molekülünü ayırtırmaya yönelik gerekli vektör gazın hacmine (0°C'ye yeniden getirilmiştir) karşılık gelir. Bu standart büyüklük vektör gazın debisine ve kullanılan yerleşik fazın kütlesine bakılmaksızın sonuçların karşılaştırılmasına olanak sağlar. Formül [1] aşağıdaki durumları kullanır: M_s , kolon içinde katı maddenin kütlesi, D_c , vektör gazın debisi ve T , ölçüm sıcaklığıdır.

10 Spesifik tutulma hacmi akabinde, kolonda bulunan katı madde üzerinde, ideal gazların evrensel sabiti olan R ile ($R = 8,314 \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$), formüle [2] göre, sondanın serbest adsorpsiyon entalpi değişkeni olan ΔG_a 'ya erişmeye yönelik kullanılır.

$$\Delta G_a = RT \cdot \ln(V_g^0) \quad \text{formül [2]}$$

15

Bu büyüklük (ΔG_a) yüzey enerjisinin dağılımlı bileşenini (γ_s^d) belirlemeye yönelik başlangıç noktasıdır. Bu, aşağıdaki tabloda belirtildiği üzere n-alkan sondalarının karbon sayısına (n_c) göre serbest adsorpsiyon entalpi değişkenini (ΔG_a) temsil eden düz çizgi çizilerek elde edilir.

20

N-alkan sondalar	n_c
n-hekzan	6
n-heptan	7
n-oktan	8
n-nonan	9
n-dekan	10

Böylelikle, 110°C'lik bir ölçüm sıcaklığına yönelik elde edilen metilen grubunun serbest adsorpsiyon entalpisine karşılık gelen, normal alkanların düz çizgisinin eğiminden $\Delta G_a(\text{CH}_2)$ yüzey enerjisinin dağılımlı bileşeni (γ_s^d) belirlenebilir.

Yüzey enerjisinin dağılımlı bileşeni (γ_s^d) böylelikle aşağıdaki denklem ile metilen grubunun serbest adsorpsiyon entalpisine ($\Delta G_a(CH_2)$) bağlıdır (yöntem Dorris et Gray, J. Colloid Interface Sci., 77 (180), 353-362):

5

$$\gamma_s^d = \frac{(\Delta G_a^{CH_2})^2}{4N_A^2 a_{CH_2}^2 \gamma_{CH_2}}$$

N_A Avogadro sayısıdır ($6,02 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$), a_{CH_2} absorbe edilen bir metilen grubu tarafından kaplanan havadır ve γ_{CH_2} sadece metilen grubundan oluşan bir katı maddenin yüzey enerjisidir ve polietilen üzerinde belirlenir ($20 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de $35,6 \text{ mJ/m}^2$).

Alüminyum koordinasyonu RMN alüminyum katı maddesi ile belirlenir. Su alımını ölçmeye yönelik kullanılan teknik genel olarak verilen nispi nem koşullarına ve önceden tanımlanan bir süre boyunca, önceden kurutulan silika numunesinin yerleştirilmesinden oluşur; silika böylelikle hidratlanır, bu da, numunenin kütlesinin bir başlangıç değerinden (m) (kuru durumdadır) bir nihai değere ($m + dm$) geçirir. Özellikle açıklamanın devamında, bir silikanın « su alımı » ile spesifik olarak ölçüm yöntemi sırasında aşağıdaki koşullara tabi tutulan bir silika numunesine yönelik hesaplanan yüzde bakımından ifade edilen dm/m oranına (diğer bir deyişle kuru haldeki numunenin kütlesine oranlanan numune içine dahil edilen su kütlesi) belirtilir:

20

- ön kurutma: 8 saat, $150 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de;
- hidratasyon: 24 saat, 20°C 'de ve %70'lik nispi nem altında.

Uygulanan deney protokolü ardışık olarak aşağıdaki adımlardan oluşur:

25

- test edilecek yaklaşık 2 gram silika tartılır;
- 105°C 'lik bir sıcaklığa ayarlanmış bir etüv içinde bu şekilde tartılan silika 8 saat boyunca kurutulur;
- bu kurutmanın sonunda elde edilen silikanın kütlesi (m) belirlenir;
- 24 saat boyunca, $20 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de, kuru silika, kapatılan ortamın nispi neminin %70 olacağı şekilde, bir su / gliserin karışımını içeren bir kurutucu gibi kapalı bir kap içine yerleştirilir;
- %70 nispi nemde 24 saatlik bu işlemin akabinde elde edilen silikanın kütlesinin ($m + dm$) belirlenmesi, bu kütle ölçülür, laboratuvar atmosferi ile %70'lik nispi nemdeki ortam arasındaki higrometri değişimi etkisi altında silikanın kütlesinin

30

bir deęişkeninin engelleneceęi şekilde, kurutma kabından silikanın çıkartılmasından hemen sonra gerçekleştirilir.

5 Gözenekli hacimler ve gözeneklerin çapları bir MICROMERITICS Autopore 9520 porozimetre aracılığıyla, cıvalı (Hg) porozimetri ile ölçülür ve 130°'ye eşit bir teta temas açısı ve 484 Din/cm'ye (DIN 66133 standardı) eşit bir gamma yüzeysel gerilim ile WASHBURN denklemi ile hesaplanır. Her bir numunenin hazırlanması bu şekilde yapılır: her bir numune 2 saat boyunca 200 °C'lik etüvde önceden kurutulur.

10 Silikaların dağılmaya ve saçılmaya yönelik kabiliyeti aşağıdaki çözünmeye yönelik spesifik test aracılığıyla nicemlenebilir.

15 Ultra-sonifikasyon ile önceden saçılan bir silika süspansiyonu üzerinde bir granülometrik ölçüm (lazer kırınımı yoluyla) gerçekleştirilir; böylelikle silikanın çözünmeye yönelik kabiliyeti (0,1 ila birkaç düzine mikronluk nesnelere kopması) ölçülür. Ultrason altında saçılma, 19 mm çaptan bir sonda ile donatılan bir VIBRACELL BIOBLOCK ultrason işlemcisi (600 W) yardımıyla gerçekleştirilir. Granülometrik ölçüm, Fraunhofer teorisi uygulanarak bir SYMPATEC HELIOS/BF granülometresi (R3 türü bir optik lens ile donatılmış (0,9 - 175 µm)), üzerinde lazer kırınımı ile gerçekleştirilir.

20

50 ml'lik bir beher (yükseklik: 7,5 cm ve çap: 4,5 cm) içine 2 gram'lık (+/- 0,1 gram) silika uygulanır ve 48 gramlık (+/- 0,1 gram) deiyonize suyun eklenmesi ile bu tamamlanır. Böylelikle %4'lük bir aköz silika süspansiyonu elde edilir.

25 Akabinde bu şekilde olan ultrason altında saçılmaya devam edilir: sonifikatörün « TIMER » düğmesine basılır ve süre 5 dakika 30 saniyeye ayarlanır. Sondanın genişliği (nominal güce karşılık gelir) %80'e ayarlanır, akabinde ultrasonlu sonda, beher içinde bulunan silika süspansiyonu içinde 5 santimetreye batırılır. Ultrasonlu sonda yakılır ve saçılma, %80 sonda genişliğinde 5 dakika 30 saniye boyunca gerçekleşir.

30

Akabinde granülometrenin haznesi içine süspansiyonun bir hacmi (V) (ml bakımından ifade edilir) uygulanarak granülometrik ölçüm gerçekleştirilir, bu hacim (V) granülometre üzerinde %8'lik optik yoğunluğa ulaşılacağı şekildedir.

35 Ultrasonlu saçılmadan sonra medyan çap (ϕ_{50}), partiküllerin hacimce %50'sinin,

Ø_{50} 'den az olan bir uzunluğa sahip olacağı ve %50'sinin Ø_{50} 'den fazla olan vir uzunluğa sahip olacağı şeklindedir. Elde edilen medyan çapın değeri (Ø_{50}), silikanın yüksek bir saçılma kapasitesine sahip olmasından dolayı oldukça daha düşüktür.

Aynı zamanda oran ($10 \times V / \text{granülometre ile saptanan süspansiyonun optik yoğunluğu}$) belirlenebilir, bu optik yoğunluk, silikanın uygulanması sırasında granülometre ile saptanan gerçek değere karşılık gelir.

Bu oran (saçılma faktörü (F_D), granülometre ile saptanmayan $0,1 \mu\text{m}$ 'den az boyutlu partiküllerin oranının göstergesidir. Bu oran, silikanın yüksek bir saçılma kapasitesine sahip olmasından dolayı çok daha yüksektir.

pH değeri, ISO 787/9 standardından türetilen aşağıdaki yöntemle ölçülür (su içinde %5'lik bir süspansiyonun pH değeri):

15 **Ekipman:**

- ayarlanan pH metre (1/100'lük okuma hassasiyeti)
- kombine cam elektrot
- 200 mL'lik beher
- 20 • 100 mL'lik deney parçası
- yaklaşık 0,01 g'da hassasiyet dengesi

Çalışma modu:

25 5 gramlık silika, 200 mL'lik beher içinde yaklaşık 0,01 gram'a tartılır. Kademeli deney parçasından ölçülen 95 mL'lik su akabinde silika tozuna eklenir. Böylelikle elde edilen süspansiyon 10 dakika boyunca enerjik olarak karıştırılır (manyetik karıştırma). pH değerinin ölçümü akabinde gerçekleştirilir.

30 Buluşa göre çökeltilen silika, bunun aşağıdaki unsurlara sahip olması ile karakterize edilir:

- 45 ile $550 \text{ m}^2/\text{g}$ arasında, özellikle 70 ile $370 \text{ m}^2/\text{g}$ arasında, özel olarak 80 ile $300 \text{ m}^2/\text{g}$ arasında bulunan bir BET spesifik yüzeyi,

- ağırlıkça en az %0,15, özellikle ağırlıkça en az %0,20 olan, toplam karbon bakımından ifade edilen, karşılık gelen bir polikarboksilik asit + karboksilat içeriği (C),
- ağırlıkça en az %0,20, özellikle ağırlıkça en az %0,25 olan bir alüminyum içeriği (A).

5

Buluşa göre çökeltilen silika özellikle 100 ile 240 m²/g arasında, özellikle 120 ile 190 m²/g arasında, örneğin 130 ile 170 m²/g arasında bulunan bir BET spesifik yüzeye sahip olabilir.

10

Buluşa göre çökeltilen silika özellikle ağırlıkça en az %0,25, özellikle ağırlıkça en az %0,30, örneğin ağırlıkça en az %0,35, hatta ağırlıkça en az %0,45 olan, toplam karbon bakımından ifade edilen, karşılık gelen bir polikarboksilik asit + karboksilat içeriğine (C) sahip olabilir.

15

Buluş ile uyumlu çökeltilen silika özellikle ağırlıkça en az %0,30, özellikle ağırlıkça en az %0,33 olan bir alüminyum içeriğine (Al) sahip olabilir. Bu, genel olarak ağırlıkça %1'den az, özellikle ağırlıkça en fazla %0,50, örneğin ağırlıkça en fazla %0,45 olan bir alüminyum (Al) içeriğine sahiptir.

20

Buluşa göre silikanın yüzeyinde polikarboksilik asitlere karşılık gelen polikarboksilik asitlerin ve/veya karboksilatların varlığı, özellikle yüzeyden kızılötesi (aktarma) veya ATR-elmas yoluyla elde edilen, kızılötesi spektrumlar üzerinde görülebilen, C-O ve C=O bağlarının karakteristik omuzlarının varlığı ile gösterilebilir (özellikle, C-O için 1540 ile 1590 cm⁻¹ arasında ve 1380 ile 1420 cm⁻¹ arasında ve C=O için 1700 ile 1750 cm⁻¹ arasındadır).

25

Genel olarak buluşa göre çökeltilen silika, yüzeyinde asit formunda ve/veya karboksilat formunda metilglutarik asit moleküllerine sahiptir.

30

Genel olarak, buluşa göre çökeltilen silika, 40 ile 525 m²/g arasında, özellikle 70 ile 350 m²/g arasında, özel olarak 80 ile 310 m²/g arasında, örneğin 100 ile 240 m²/g arasında bulunan bir CTAB spesifik yüzeye sahiptir. Bu, özellikle 130 ile 200 m²/g arasında, örneğin 140 ile 190 m²/g arasında bulunabilir.

Genel olarak, buluşa göre çökeltilen silika, 0,9 ile 1,2 arasında bulunan bir BET spesifik yüzeyi/CTAB spesifik yüzeyi oranına sahiptir, diğer bir deyişle bu, düşük bir mikroporoziteye sahiptir.

- 5 Tercih edildiği üzere, buluşa göre çökeltilen silika, 0,4 ile 3,5 arasında, özellikle 0,4 ile 2,5 arasında bulunan bir orana (R) sahiptir. Bu oran (R), aynı zamanda 0,5 ile 3,5 arasında , özellikle 0,5 ile 2,5 arasında bulunabilir, özel olarak 0,5 ile 2 arasında, örneğin 0,8 ile 2 arasında, hatta 0,8 ile 1,8 arasında veya 0,8 ile 1,6 arasında bulunabilir.

10

Tercih edildiği üzere, buluşa göre çökeltilen silika 43 mJ/m^2 'den az, özellikle 42 mJ/m^2 'den az bir yüzey enerjisi dağılımlı bileşene (γ_s^d) sahiptir.

15

Bu, en az 40 mJ/m^2 olan ve 43 mJ/m^2 'den az olan, özellikle tam olarak 40 ile 43 mJ/m^2 arasında bulunan, örneğin tam olarak 40 ile 42 mJ/m^2 arasında bulunan bir yüzey enerjisi dağılımlı bileşene (γ_s^d) sahip olabilir.

Tercih edilen bir şekilde, buluşa göre silika 40 mJ/m^2 'den az, özellikle 35 mJ/m^2 'den az bir yüzey enerjisi dağılımlı bileşene (γ_s^d) sahiptir.

20

Buluşa göre çökeltilen silika, RMN alüminyum katı maddesi ile belirlenen, spesifik alüminyumun koordinasyonuna yönelik bir dağılıma sahip olabilir. Genel olarak, buluşa göre silikanın alüminyum atomlarının sayıca en fazla %85'i, özellikle sayıca en fazla %80'i, özel olarak sayıca %70 ile 85 arası, bir tetrahedral koordinasyona sahip olabilir, diğer bir deyişle tetrahedral alanda bulunabilir. Buluşa göre silikanın alüminyum atomlarının özellikle sayıca %15 ile 30 arası, örneğin sayıca %20 ile 30 arası, bir pentahedral ve oktahedral koordinasyona sahip olabilir, diğer bir deyişle pentahedral veya oktahedral alanda bulunabilir.

25

30

Buluşa göre çökeltilen silika %6'dan fazla, özel olarak %7'den fazla, özellikle %7,5'ten fazla, örneğin %8'den fazla, hatta %8,5'ten fazla bir su alımına sahip olabilir.

Genel olarak, buluşa göre çökeltilen silika, yüksek bir dağılım (özellikle elastomerler içinde) ve saçılma kabiliyetine sahiptir.

Buluşa göre çökeltilen silika, ultrason altında saçılmadan sonra, en fazla 5 µm, tercih edildiği üzere en fazla 4 µm olan, özellikle 3,5 ile 2,5 µm arasında bulunan bir çapa (ϕ_{50}) sahip olabilir.

- 5 Buluşa göre çökeltilen silika, 5,5 ml'den fazla, özel olarak 7,5 ml'den fazla, örneğin 12 ml'den fazla bir ultrasonda saçılma faktörüne (F_D) sahip olabilir.
- Buluşa göre çökeltilen silikaya yönelik bir diğer parametre, dağılım veya dağıtım, bunun gözenekli hacmi ve özellikle 400 Å'dan az veya buna eşit çaplara sahip gözenekler ile oluşturulan gözenekli hacim dağılımına bağlı olabilir. İkinci hacim, elastomerlerin
- 10 takviyelendirilmesinde kullanılan dolgu maddelerinin kullanışlı gözenekli hacmine karşılık gelir. Genel olarak, programların analizi, aynı zamanda büyük ölçüde küre biçimindeki bilyeler (mikroboncuklar), toz veya granüllü formdaki bu silikanın tercih edildiği üzere çapının 175 ile 275 Å arasında bulunduğu gözenekler ile oluşturulan gözenekli hacmin (V_2), 400 Å'dan az veya buna eşit çaplara sahip gözenekler ile
- 15 oluşturulan gözenekli hacmin (V_1), en az %50'sini, özel olarak en az %55'ini, özellikle %55 ile 65'i arasını temsil edeceği şekilde bir gözenek dağılımına sahip olduğunu gösterir. Buluşa göre çökeltilen silika granüllü formda bulunduğu, bu, isteğe bağlı olarak, çapının 175 ile 275 Å arasında bulunduğu gözenekler ile oluşturulan gözenekli hacmin (V_2), 400 Å'dan az veya buna eşit çaplara sahip gözenekler ile oluşturulan
- 20 gözenekli hacmin (V_1) en az %60'ını temsil edeceği şekilde bir gözenek dağılımına sahip olabilir.

- Buluşa göre çökeltilen silika, tercih edildiği üzere 3,5 ile 7,5 arasında, daha tercih edilen bir şekilde 4 ile 7 arasında, özellikle 4,5 ile 6 arasında bulunan bir pH değerine
- 25 sahiptir.

- Buluşa göre çökeltilen silikanın bulunduğu fiziksel durum herhangi biri olabilir, diğer bir deyişle bu, büyük ölçüde küre biçimindeki bilyeler (mikroboncuklar), toz veya granüllü formda bulunabilir.

30

- Bu böylelikle en az 80 µm, tercih edildiği üzere en az 150 µm, özellikle 150 ile 270 µm arasında bulunan bir ortalama boyuta sahip büyük ölçüde küre biçimindeki bilyeler formunda bulunabilir; bu ortalama boyut, kuru halde elekten geçirme ile NF X 11507 standardına (aralık 1970) göre belirlenir ve çapın belirlenmesi, %50'lik bir kümülatif
- 35 atığa karşılık gelir.

Bu aynı zamanda en az 3 µm, özellikle en az 10 µm, tercih edildiği üzere en az 15 µm'lik ortalama boyuta sahip toz formunda bulunabilir.

5 Bu, özellikle en büyük boyutlarının eksenine göre, en az 1 mm'lik, örneğin 1 ile 10 mm arasında bulunan boyuta sahip granüllü forma (genel olarak büyük ölçüde paralelyüz formunda) sahip olabilir.

Buluşa göre silika tercih edildiği üzere önceden açıklanan proses, özellikle özel hazırlama prosesi ile elde edilir.

10

Avantajlı bir şekilde, mevcut buluşa göre çöktülen veya önceden açıklanan buluşa göre proses ile elde edilen (veya elde edilebilen) silikalar, içlerine bunların uygulandığı polimerin (polimerlerin) (elastomerin (elastomerlerin)) bileşimlerine, oldukça memnun edici bir özellik uyuşması, özellikle bunların viskozitesinde bir azalma ve tercih edildiği 15 üzere bunların mekanik özelliklerini muhafaza ederek dinamik özelliklerinde bir iyileşme sağlar. Bunlar böylelikle avantajlı bir şekilde, uygulama / takviye / histerez özellikler uyuşmasında bir iyileşmeye olanak sağlar. Tercih edilen bir şekilde, bunlar, polimerin (polimerlerin) (elastomerin (elastomerlerin)) bileşimlerinde iyi bir dağılım ve saçılma kabiliyetine sahiptir.

20

Mevcut buluşa göre çöktülen veya önceden açıklanan buluşa göre proses ile elde edilen (veya elde edilebilen) silikalar, çok sayıda uygulamada kullanılabilir.

Bunlar, örneğin katalizör desteği olarak, aktif maddelere yönelik absorban olarak (özel 25 olarak, vitaminler (E vitamini), kolin klorür gibi özellikle gıdada kullanılan likit destekler), polimerin (polimerlerin), özellikle elastomerin (elastomerlerin), silikonun (silikonların) bileşimleri içinde, viskozlaştırıcı, tekstüre edici veya topaklanma önleyici ajan olarak, pil ayırıcılarına yönelik eleman olarak, diş macunu için, beton için, kağıt için katkı maddesi olarak kullanılabilir.

30

Bununla birlikte, bunlar doğal veya sentetik polimerlerin takviyelendirilmesinde özellikle ilgi çekici bir uygulamaya sahiptir.

İçlerinde bunların özellikle takviyelendirme dolgu maddesi olarak kullanılabildiği 35 polimerin (polimerlerin) bileşimleri, genel olarak, tercih edildiği üzere -150 ile +300 °C

arasında, -150 et +20 °C arasında bulunan en az bir cam geçiş sıcaklığına sahip olan, örneğin bir veya daha fazla polimer veya kopolimer (özellikle bipolimer veya terpolimer), özel olarak bir veya daha fazla elastomer bazlıdır.

Mümkün polimerler olarak, özellikle dien polimerler, özel olarak dien elastomerler
5 belirtilebilir.

Örneğin, en az bir doymamışlık (özellikle etilen, propilen, bütadien, izopren, stiren, akrilonitril, izobütülen, vinil asetat gibi) içeren, alifatik veya aromatik monomerlerden türetilen polimerler veya kopolimerler (özellikle bipolimerler veya terpolimerler), bütül
10 poliakrilat veya bunların karışımları kullanılabilir; aynı zamanda silikon elastomerler, örneğin tüm makromoleküler zincir boyunca ve/veya bunların uçlarında düzenlenen kimyasal gruplar ile (örneğin silikanın yüzeyi ile reakte edebilen işlevler ile) işlevsel hale getirilen elastomerler ve halojenlenmiş polimerler belirtilebilir. Poliamitler belirtilebilir.

15 Polimer (kopolimer) kütlece bir polimer (kopolimer), bir polimer (kopolimer) lateksi veya su içinde veya uygun olan diğer herhangi bir dağıtıcı likit içinde bir polimer (kopolimer) solüsyonu olabilir.

Dien elastomerler olarak, örneğin polibütadienler (BR), poliizoprenler (IR), bütadien
20 kopolimerler, izopren kopolimerler veya bunların karışımları ve özel olarak stien-bütadien kopolimerler (SBR, özellikle ESBR (emülsiyon) veya SSBR (solüsyon)), izopren-bütadien kopolimerler (BIR), izopren-stien kopolimerler (SIR), izopren-bütadien-stiren kopolimerler (SBIR), etilen-propilen-dien terpolimerlerin (EPDM) yanı sıra ilişkili işlevsel hale getirilen polimerler (örneğin zincir boyunca veya bunun ucunda
25 polar gruplara sahiptir) belirtilebilir.

Aynı zamanda doğal kauçuk (NR) ve epokside doğal kauçuk (ENR) belirtilebilir.

Polimerin (polimerlerin) bileşimleri sülfür ile vulkanize edilebilir (böylelikle vulkanizatlar
30 elde edilir) veya özellikle peroksitlere veya diğer çapraz bağlanma sistemlerine (örneğin diaminler veya fenolik reçineler) çapraz bağlanabilir.

Genel olarak, polimerin (polimerlerin) bileşimleri, ilave olarak en az bir bağlayıcı ajan (silika/polimer) ve/veya en az bir kaplama ajanını içerir; bunlar aynı zamanda, diğerleri
35 arasında bir antioksidan ajanı içerebilir.

Özellikle bağlayıcı ajanlar olarak, sınırlandırıcı olmayan örnekler olarak, « simetrik » veya « asimetrik » olarak adlandırılan, polisüflülenmiş silanlar kullanılabilir, daha özel olarak trietoksililpropil tetrasüflür gibi, bis(3-(trimetoksilil)propil) polisüflürler veya 5 bis(3-(trietoksilil)propil) polisüflürler gibi bis-(alkoksil(C₁-C₄)-alkil(C₁-C₄))silil-alkil(C₁-C₄)) polisüflürler (özellikle disüflürler, trisüflürler veya tetrasüflürler) belirtilebilir. Aynı zamanda monoetoksidimetilsililpropil tetrasüflür belirtilebilir. Aynı zamanda maskelenmiş veya maskelenmemiş tiyol işlevli silanlar belirtilebilir.

10 Bağlayıcı ajan, polimer üzerine önceden aşılabilir.

Bu aynı zamanda serbest durumda kullanılabilir (diğer bir deyişle önceden aşılınmaz) veya silikanın yüzeyine aşılabilir. Bu, isteğe bağlı kaplama ajanı için aynı şekilde geçerlidir.

15

Bağlayıcı ajana isteğe bağlı olarak uygun bir « bağlayıcı aktivatörü », diğer bir deyişle ikincisinin verimliliğini arttıran, bu bağlayıcı ajan ile karıştırılan bir bileşen ile ilişkili olabilir.

20 Polimerin (polimerlerin) bileşimi içinde silikanın ağırlıkça oranı yeterli ölçüde geniş bir aralıkta değişiklik gösterebilir. Bu alışıla geldiği üzere polimerin (polimerlerin) miktarının, %10 ila 200'ünü, özel olarak %20 ila 150'sini, özellikle %20 ila 80'ini (örneğin %30 ila 70) veya %80 ila 120'sini (örneğin %90 ila 110) temsil eder.

25 Buluşa göre silika avantajlı olarak polimerin (polimerlerin) bileşiminin, inorganik takviyelendirme dolgu maddesinin toplamını ve hatta takviyelendirme dolgu maddesinin toplamını oluşturabilir.

Bununla birlikte, buluşa göre bu silikaya isteğe bağlı olarak örneğin Z1165MP, 30 Z1115MP gibi özel olarak yüksek derecede ticari olarak mevcut bir silika gibi en az bir takviyelendirme dolgu maddesi, muamele edilmiş (örneğin alüminyum gibi bir katyon yardımıyla « katkılanmış ») çökeltilebilir bir silika; alümin gibi bir diğer inorganik takviyelendirme dolgu maddesi, hatta özellikle karbon siyahı organik bir takviyelendirme dolgu maddesi (isteğe bağlı olarak bir inorganik katman, örneğin silika 35 ile kaplanmış) ilişkilendirilebilir. Buluşa göre silika böylelikle tercih edildiği üzere

takviyelendirme dolgu maddesinin toplamının ağırlıkça en az %50'sini, hatta en az %80'ini oluşturur.

Sınırlayıcı olmayan örnekler olarak, önceden açıklanan polimerin (polimerlerin) söz konusu bileşimlerinin (özellikle yukarıda belirtilen vulkanizatlar bazlıdır) en az birini içeren nihai malzemeler, ayakkabı tabanları (tercih edildiği üzere bir bağlayıcı ajanın (silika/polimer), örneğin trietoksisililpropil tetrasülfürün varlığında), zemin kaplamaları, gaz bariyerleri, ateş geçirmez materyaller ve aynı zamanda teleferik makaraları, ev aletleri mafsalları, likit veya gaz kanalları mafsalları, frenleme sistemi mafsalları, borular (esnek), kılıflar (özellikle kablo kılıfları), kablolar, motor destekleri, pil ayırıcılar, konveyör şeritleri, tahrik kayışları gibi teknik parçalar veya tercih edildiği üzere lastikler, özel olarak lastik dişleri (özellikle hafif vasıtalara yönelik veya ağır vasıtalara (örneğin kamyonlar) yönelik) belirtilebilir.

15 Aşağıdaki örnekler, bunun kapsamı sınırlandırılmaksızın buluşu açıklamaktadır.

ÖRNEKLER

ÖRNEK 1:

20

Kullanılan çöktürülen silika süspansiyonu, Z1165MP silikanın hazırlanmasına yönelik proses sırasında filtrasyon adımının sonunda elde edilen bir silika kekidir (ağırlıkça %23 olan bir kuru ekstrakta sahiptir).

25 Parçalama işleminden önce, karıştırma altında su (35 °C'de) içinde metilglutarik asidin çözündürülmesi ile kütlece %50'de bir metilglutarik asit solüsyonu hazırlanır.

Filtrasyon adımıyla elde edilen kek (303 kilogram) 1740 gram sodyum alüminat solüsyonu (%0,32 Al/SiO₂ ağırlık oranı) ile kuvvetle sürekli karıştırılan bir reaktör (yaklaşık 3 saat boyunca) içinde bir parçalama işlemine tabi tutulur. Parçalama işlemi gerçekleştirildiğinde, parçalanan kekin bir bölümüne (125 litre), önceden hazırlanan 730 gram metilglutarik asit solüsyonu (%1,20 metilglutarikasit/SiO₂ ağırlık oranı) eklenir.

35 Parçalanan kekin muamele edilen bu bölümü (ağırlıkça %22 olan bir kuru ekstrakta

sahiptir) akabinde parçalanarak kek, aşağıdaki ortalama debi ve sıcaklık koşullarında 35 dakika boyunca 25 bar'lık bir basınç ile 1,5 mm'lik bir nozül içinden pülverize edilmesi ile bir nozül atomizör aracılığıyla kurutulur:

- 5 Ortalama giriş sıcaklığı: 569 °C
Ortalama çıkış sıcaklığı: 159 °C
Ortalama debi: 211 l/saat.

- 10 Elde edilen silikanın (S1) (büyük ölçüde küre biçiminde bilyeler formundadır) karakteristikleri böylelikle aşağıdaki şekildedir:

BET (m ² /g)	157
Polikarboksilik asit + karboksilat (C) içeriği (%)	0,5
Alüminyum (Al) içeriği (%)	0,34
Oran (R)	1,2
CTAB (m ² /g)	151
γ_s^d (mJ/m ²)	34
Su alımı (%)	8,7
Ultrason altında saçılma işleminden sonra Ø_{50} (µm)	3,1
Ultrason altında saçılma işleminden sonra Fd	13,5
V2/V1 (%)	57
pH	5,2

ÖRNEK 2 (Karşılaştırmalı)

- 15 Kullanılan çöktürülen silika süspansiyonu, Z1165MP silikanın hazırlanmasına yönelik proses sırasında filtrasyon adımının sonunda elde edilen bir silika kekidir (ağırlıkça %23 olan bir kuru ekstrakta sahiptir).

- 20 Parçalama işleminden önce, karıştırma altında su (35 °C'de) içinde maleik asidin çözündürülmesi ile 100 g/l'de bir maleik asit solüsyonu hazırlanır.

Filtrasyon adımımda elde edilen kek, keke 100 g/l'de 4400 gram maleik asit solüsyonunun (%1,0 Maleik asit/SiO₂ ağırlık oranı) eklenmesi ile kuvvetle sürekli karıştırılan bir reaktör (yaklaşık 90 dakika boyunca) içinde bir parçalama işlemine tabi tutulur.

Parçalanan bu kek (ağırlıkça %22 olan bir kuru ekstrakta sahiptir) akabinde parçalanan kek, aşağıdaki ortalama debi ve sıcaklık koşullarında 25 bar'lık bir basınç ile 1,5 mm'lik bir nozül içinden pülverize edilmesi ile bir nozül atomizör aracılığıyla kurutulur:

10

Ortalama giriş sıcaklığı: 577 °C

Ortalama çıkış sıcaklığı: 157 °C

Ortalama debi: 220 l/saat.

15 Elde edilen silikanın (C1) (büyük ölçüde küre biçiminde bilyeler formundadır) karakteristikleri böylelikle aşağıdaki şekildedir:

BET (m ² /g)	169
Polikarboksilik asit + karboksilat (C) içeriği (%)	0,19
Alüminyum (Al) içeriği (%)	< 0.05
Oran (R)	> 4,3
CTAB (m ² /g)	178
γ_s^d (mJ/m ²)	51
Ultrason altında saçılma işleminden sonra \bar{D}_{50} (µm)	3,6
Ultrason altında saçılma işleminden sonra Fd	19,3
V2/V1 (%)	58
pH	3,8

ÖRNEK 3:

20

Haake türü bir iç mikser (380 ml) içinde, elastomerlerin 100 parçası için ağırlıkça parça

olarak ifade edilen oluşumunun aşağıdaki tablo l'de belirtildiği elastomer bileşimleri hazırlanır:

Tablo I

Bileşim	Kontrol 1	Bileşim 1
SBR (1)	103	103
BR (1)	25	25
Silika C1 (2)	80	
Silika S1 (3)		80
Bağlayıcı ajan (4)	6,4	6,4
Karbon siyahı (N330)	3,0	3,0
ZnO	2,5	2,5
Stearik asit	2	2
Antioksidan (5)	1,9	1,9
DPG (6)	1,5	1,5
CBS (7)	2	2
Sülfür	1,1	1,1

(1) %50+/-4 vinil birimleri; %25+/-2 stiren birimleri; -20°C'ye yakın Tg; ağırlıkça %37,5+/-2,8 yağ / BR (Lanxess Şirketine ait Buna CB 25) ile uzatılmış 100 phr SBR ile SBR solüsyonu (Lanxess şirketine ait Buna VSL5025-2)

(2) Silika C1 (maleik asidin eklenmesi ile parçalama (örnek 2 - karşılaştırmalı))

(3) Mevcut buluşa göre Silika S1 (sodyum alüminatın eklenmesi ile parçalama, akabinde parçalama işleminden sonra metilglutarik asidin eklenmesi (yukarıdaki örnek 1))

(4) TESPT (LEHVOSS France sarl şirketine ait LUVOMAXX TESPT)

(5) N-1,3-dimetilbütil-N-fenil-para-fenilendiamin (Flexsys şirketine ait Santoflex 6-PPD)

(6) Difenilguanidin (RheinChemie şirketine ait Rhenogran DPG-80)

(7) N-sikloheksil-2-benzotiazil-sülfenamit (RheinChemie şirketine ait Rhenogran CBS-80)

5

Elastomer bileşimlerin hazırlanmasına yönelik proses:

Kauçuk bileşimlerinin hazırlanmasına yönelik proses, ardışık iki hazırlama fazında yürütülür. Bir birinci faz, yüksek sıcaklıkta ermomekanik bir çalışma fazından oluşur. Bunun akabinde, 110°C'den az sıcaklıklarda bir ikinci mekanik çalışma fazı gelir. Bu
5 faz, vulkanizasyon sistemin uygulanmasına olanak sağlar.

Birinci faz, Thermofischer Haake markasının iç mikser türü bir karıştırma aparatı (380 ml'lik kapasite) aracılığıyla gerçekleştirilir. Doldurma katsayısı 0,6'dır. Başlangıç sıcaklığı ve rotorların hızı, 140-160°C'ye yakın karışımın düşüş sıcaklıklarına
10 ulaşılabileceği şekilde her defa sabitlenir.

Burada iki geçişe dekompoze edilmesi ile birinci faz bir birinci geçişte elastomerlerin, akabinde takviyelendirme dolgu maddesinin (fraksiyonel uygulama) bağlayıcı ajan ve stearik asit ile birleştirilmesine olanak sağlar. Bu geçişe yönelik olarak süre 4 ile 10
15 dakika arasında bulunur.

Karışımın soğutulmasından (100°C'den az sıcaklık) sonra, bir ikinci geçiş çinko oksit ile koruyucu/antioksidan ajanların (özellikle 6-PPD) birleştirilmesine olanak sağlar. Bu geçişin süresi 2 ile 5 dakika arasında bulunur.
20

Karışımın soğutulmasından (100°C'den az sıcaklık) sonra, ikinci faz vulkanizasyon sisteminin (CBS gibi sülfür ve hızlandırıcı maddeler) uygulanmasına olanak sağlar. Bu, önceden 50°C'ye ısıtılan, bir silindirik mikser üzerinde gerçekleştirilir. Bu fazın süresi 2 ile 6 dakika arasında bulunur.
25

Her bir nihai karışım akabinde 2-3 mm'lik kalınlığa sahip plakalar formunda kalandırlanır.

Ham olarak adlandırılan bu karışımlarda, reolojik özelliklerine yönelik bir değerlendirme
30 vulkanizasyon süresini ve sıcaklığını optimize etmeye olanak sağlar.

Akabinde, optimum pişirmede (T98) vulkanize karışımların mekanik ve dinamik özellikleri ölçülür.

35 **Reolojik özellikler**

- Ham karışımların viskozitesi:

5 Mooney kıvamı 100°C'de ham durumdaki bileşimler üzerinde bir MV 2000 reometre aracılığıyla bunun yanı sıra NF ISO 289 standardına göre Mooney gerilme gevşeme oranının belirlenmesi ile ölçülür.

10 1 dakikalık bir ön ısıtma işleminden sonra (Mooney Large (1+4) - 100°C'de) 4 dakikanın sonunda okunan torkun değeri tablo II'de belirtilir. Test, ham karışımların üretiminden sonra akabinde 23 +/- 3°C'lik bir sıcaklıkta 3 hafta boyunca bir olgunlaştırma işleminden sonra gerçekleştirilir.

Tablo II

Bileşimler		Kontrol 1	Bileşim 1
ML (1+4) - 100°C	Başlangıç	96	87
Money Gevşeme	Başlangıç	0,303	0,322
ML (1+4) - 100°C	3 haftadan sonra (23 +/- 3°C)	106	94
Money Gevşeme	3 haftadan sonra (23 +/- 3°C)	0,260	0,290

15 Mevcut buluşun silikasinin (S1) (Bileşim 1) kontrol karışımın değerine göre, başlangıç ham maddedeki viskozitede önemli bir azalmaya olanak sağladığı bulunur.

20 Aynı zamanda mevcut buluşun silikasinin (1) (Bileşim 1), 3 haftalık depolamadan sonra, kontrol karışımının değerine göre, azaltılmış ham maddedeki viskoziteye yönelik avantajın korunmasına olanak sağladığı bulunur.

Zaman içinde bu türde bir davranış, silika içeren kauçuk karışımlarında uygulanması durumunda teknikte uzman kişi için oldukça kullanışlıdır.

25 Bileşimlerin reometrisi:

Ölçümler ham durumdaki bileşimler üzerinde gerçekleştirilir. Tablo III'te, NF ISO 3417 standardına göre bir ODR MONSANTO reometresi aracılığıyla 160°C'de yürütülen reoloji testi ile ilgili sonuçlar gösterilmiştir.

Bu teste göre, test edilecek bileşim 30 dakika boyunca 160°C'lik sıcaklığa ayarlanan deney bölmesi içine yerleştirilir ve bileşimin karşısındaki dirençli tork, test bölmesi içine dahil edilen bir bikonik rotorun düşük genliğe sahip (3°) bir salınımında ölçülür, bileşim, göz önünde bulundurulmuş bölme tamamen doldurur.

Zamana göre torkun değişken eğrisinden aşağıdaki unsurlar belirlenir:

- göz önünde bulundurulmuş sıcaklıkta bileşimin viskozitesini yansıtan minimum tork (Cmin);
- maksimum tork (Cmaks);
- çapraz bağlanma sisteminin ve meydana gelmesi halinde bağlayıcı ajanların eyleminden kaynaklanan çapraz bağlama oranını yansıtan delta-tork ($\Delta C = C_{maks} - C_{min}$);
- tam vulkanizasyonun %98'ine karşılık gelen bir vulkanizasyon durumunu elde etmeye yönelik gerekli süre (T98) (bu süre optimum vulkanizasyon olarak alınır);
- ve göz önünde bulundurulmuş sıcaklıkta (160°C) minimum torkun 2 puanlık üstüne çıkmaya yönelik gerekli süreye karşılık gelen ve bu boyunca vulkanizasyonun başlatılması olmaksızın bu sıcaklıkta ham karışımların uygulanmasının mümkün olduğu süreyi yansıtan pişme süresidir (TS2) (karışım TS2'den itibaren sertleşir).

Elde edilen sonuçlar, tablo III'te belirtilir.

Bileşimler	Tablo III	
	Kontrol 1	Bileşim 1
Cmin (dN.m)	21,9	19,7
Cmaks (dN.m)	64,9	69,7
Delta tork (dN.m)	43,0	50,0
TS2 (min)	4,7	6,1
T98 (min)	26,9	25,1

Buluşun sonunda bileşimin (Bileşim 1) memnun edici bir takım reolojik özelliklere sahip olduğu bulunur.

- 5 Özel olarak, azaltılmış ham maddedeki viskoziteye sahip olarak bu, kontrol karışımının sahip olduklarından daha zayıf bir minimum tork değerine ve daha yüksek bir maksimum tork değerine sahiptir, bu da, hazırlanan karışımın uygulanmasına yönelik oldukça büyük bir kolaylık yansıtır.

- 10 Mevcut buluşun silikasının (S1) (Bileşim 1) kullanılması, vulkanizasyonda davranışa zarar vermeksizin kontrol karışımına göre minimal viskozitenin (ham maddedeki viskoziteye yönelik bir iyileştirmenin işareti) azaltılmasına olanak sağlar.

Vulkanizatların mekanik özellikleri:

- 15 Ölçümler, 160°C'lik bir sıcaklığa yönelik optimumda (T98) vulkanize edilen bileşimler üzerinde gerçekleştirilir.

- 20 Tekeksenli gerilim deneyleri bir INSTRON 5564 aparatı üzerinde 50 mm/dakikalık bir hızda H2 türü deney parçaları ile NF ISO 37 standardının bulguları ile uyumlu olarak gerçekleştirilir. %x çekimde deformasyonda ölçülen gerilmeye karşılık gelen %x modülleri MPa bakımından ifade edilir. %300 deformasyonda modüller ile %100 deformasyonda modül arasındaki orana eşit bir takviyelendirme indeksinin (I.R.) belirlenmesi mümkündür.

- 25 Vulkanizatların Shore A sertlik ölçümü, ASTM D 2240 standardının bulgularına göre gerçekleştirilir. Verilen değer 15 saniyede ölçülür.

Ölçülen sonuçlar, tablo IV'de toplanmıştır.

30

Tablo IV

Bileşimler	Kontrol 1	Bileşim 1
%10 Modül (Mpa)	0,7	0,6
%100 Modül (Mpa)	2,4	2,5
%300 Modül (Mpa)	12,5	15,4

Bileşimler	Kontrol 1	Bileşim 1
I.R.	5,3	6,1
Shore A Sertlik-15 saniye (pts)	63	59

Buluşun sonundaki bileşimin (Bileşim 1) kontrol karışımı ile elde edilmiş olana göre mekanik özelliklere yönelik memnun edici bir uyuşmaya sahip olduğu bulunur.

- 5 Bileşim 1 böylelikle nispeten düşük %10 ve %100 modüllerine ve nispeten yüksek bir %300 modülüne, dolayısıyla iyi bir takviyelendirme indeksine sahiptir.

- 10 Mevcut buluşun bir silikasının (S1) (Bileşim 1) kullanılması, önemli bir şekilde modül 300'ü iyileştirerek kontrol karışımına göre memnun edici bir takviyelendirme düzeyinin elde edilmesine olanak sağlar.

Vulkanizatların dinamik özellikleri:

- 15 Dinamik özellikler, ASTM D5992 standardına göre bir viskozanaliz cihazı (Metravib VA3000) üzerinde ölçülür.

- 20 Kayıp faktör değerleri ($\tan \delta$) vulkanize numunelerin (95 mm²'lik kesite ve 14 mm'lik yüksekliğe sahip silindirik deney parçası) üzerine kaydedilir. Numune, başlangıçta %10'luk bir ön-deformasyona, akabinde %2'den fazla veya bundan az olan dönüşümlü sıkıştırma işleminde sinüzoidal bir deformasyona tabi tutulur. Ölçümler 60°C'de ve 10 Hz'lik bir frekansta gerçekleştirilir.

Tablo V'te gösterilen sonuçlar kayıp faktördür ($\tan \delta$ - 60°C - 10 Hz).

- 25 Kayıp faktörün ($\tan \delta$) ve dinamik kaymada elastik modül genliğinin ($\Delta G'$) değerleri vulkanize numunelerin (8 mm²'lik kesite ve 7 mm'lik yüksekliğe sahip paralelyüzlü deney parçası) üzerine kaydedilir. Numune 40°C'lik bir sıcaklıkta ve 10 Hz'lik bir frekansta değişen çift kaymada bir sinüzodial deformasyona tabi tutulur. Deformasyonların genliğindeki tarama prosesleri, %0,1 ila %50 gidiş akabinde %50 ila 30 %0,1 dönüş olmak üzere bir gidiş-dönüş döngüsüne göre gerçekleşir.

Tablo V'te sunulan sonuçlar dönüşte deformasyonların genliğindeki tarama işleminin sonucunda elde edilir ve kayıp faktörünün maksimum değerinin ($\tan \delta$ maks dönüş - 40°C - 10 Hz) yanı sıra %0,1 ile %50 deformasyonlardaki (Payne etkisi) değerler arasındaki elastik modül genliği ($\Delta G'$ - 40°C - 10 Hz) ile ilgilidir.

Tablo V

Referanslar	Kontrol 1	Bileşim 1
Tan δ - 60°C - 10 Hz	0,143	0,124
$\Delta G'$ - 40°C - 10 Hz (MPa)	1,9	1,0
Tan δ maks dönüş - 40°C - 10 Hz	0,228	0,183

Mevcut buluşa göre bir silikanın (S1) (Bileşim 1) kullanılması kontrol karışımına göre, dinamik sıkıştırmada kayıp faktörünün maksimum değerini, elastik modülün veya Payne etkisinin genliğini ve Tan δ maks dönüş kayıp faktörünü iyileştirmeye olanak sağlar.

Farklı tablolar II ila V'in incelenmesi, buluş ile uyumlu bileşimin (Bileşim 1), kontrol karışımına göre uygulama / takviye / histerez özelliklerde iyi bir uyuşmanın ve özellikle zaman içinde depolamada stabil halde kalan ham maddedeki viskozitede önemli bir kazanımın elde edilmesine olanak sağladığını gösterir.