

(19)



Евразийское  
патентное  
ведомство

(21) 202491273 (13) A1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки  
2024.09.06

(22) Дата подачи заявки  
2023.01.04

(51) Int. Cl. C07C 209/28 (2006.01)  
C07C 211/55 (2006.01)  
C09K 15/16 (2006.01)  
C08L 7/00 (2006.01)

(54) N-(3,5,5-ТРИМЕТИЛЦИКЛОГЕКСИЛ)-N'-ФЕНИЛ-ПАРА-ФЕНИЛЕНДИАМИН И СПОСОБ ЕГО СИНТЕЗА

(31) 202210004337.4

(32) 2022.01.04

(33) CN

(86) PCT/CN2023/070250

(87) WO 2023/131140 2023.07.13

(71) Заявитель:  
СЕННИКС КО., ЛТД. (CN)

(72) Изобретатель:

Мяо Чжэньгань, Ли Шиу, Гао Ян, Цю  
Линлин, Чжан Пинтин (CN)

(74) Представитель:

Билык А.В., Поликарпов А.В.,  
Соколова М.В., Путинцев А.И.,  
Черкас Д.А., Игнатьев А.В., Дмитриев  
А.В., Бельтюкова М.В. (RU)

(57) Настоящее изобретение относится к новому агенту, замедляющему старение резины, на основе пара-фенилендиамина, который содержит циклоалкильную структуру: N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамина, и к способу его синтеза. Применение агента, замедляющего старение резины, согласно настоящему изобретению может повышать скорость вулканизации резинового материала, снижать продолжительность подвулканизации, повышать стойкость резины к термоокислительному старению и в то же время обеспечивать хорошие первоначальные физические свойства, стойкость к изгибу и стойкость к динамической усталости.

A1

202491273

202491273

A1

## **N-(3,5,5-ТРИМЕТИЛЦИКЛОГЕКСИЛ)-N'-ФЕНИЛ-ПАРА-ФЕНИЛЕНДИАМИН И СПОСОБ ЕГО СИНТЕЗА**

### **ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ**

Настоящее изобретение относится к области техники замедлителей старения (англ. *antidegradants*) на основе пара-фенилендиамина, в частности, изобретение относится к N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамину и способу его синтеза.

### **ПРЕДШЕСТВУЮЩИЙ УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ**

Замедлители старения на основе пара-фенилендиамина относятся к классу высокоэффективных замедлителей старения резины, которые широко применяются в шинах, лентах и других промышленных резиновых изделиях.

Замедлитель старения 6PPD, также известный как N-(1,3-диметилбутил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин, является замедлителем старения на основе пара-фенилендиамина, который широко используют в резиновых изделиях, таких как шины. Он может обеспечить резиновым изделиям, таким как шины, наличие хороших первоначальных физических свойств, стойкости к изгибу и стойкости к динамической усталости. Однако имеется необходимость в улучшении скорости вулканизации, продолжительности подвулканизации и стойкости резины к термоокислительному старению.

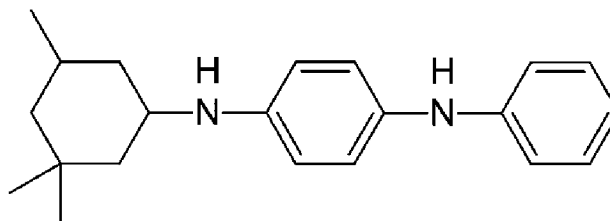
Таким образом, в данной области техники имеется необходимость в разработке замедлителя старения, который позволяет повышать скорость вулканизации, снижать продолжительность подвулканизации и повышать стойкость резинового материала к термоокислительному старению.

### **СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ**

Для преодоления указанных выше недостатков настоящим изобретением предоставлен новый замедлитель старения резины на основе пара-фенилендиамина, который содержит циклоалкильную структуру, а именно, N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин, и способ его синтеза. Агент, замедляющий старение резины, согласно настоящему изобретению может повышать скорость вулканизации резинового материала, снижать продолжительность подвулканизации, повышать стойкость резины к термоокислительному старению и в то же время обеспечивать

хорошие первоначальные физические свойства, стойкость к изгибу и стойкость к динамической усталости.

В частности, один из аспектов настоящего изобретения относится к соединению (N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N<sup>1</sup>-фенил-пара-фенилендиамин), имеющему структуру, представленную нижеследующей формулой:



Другой аспект настоящего изобретения относится к способу получения N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N<sup>1</sup>-фенил-пара-фенилендиамина, где способ включает взаимодействие соединения А, 4-аминодифениламина и водорода в реакции конденсации с гидрированием в присутствии катализатора, где соединение А выбрано из одного или более следующих соединений: 3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-она, 3,3,5-триметилциклогексанона и 3,3,5-триметилциклогексанола.

В одном или более воплощениях способ включает непрерывное проведение реакции конденсации с гидрированием в реакторе с неподвижным слоем катализатора, таком как реактор с орошаемым слоем.

В одном или более воплощениях катализатор выбран из одного или более следующих катализаторов: катализатора Pd/C, катализатора Pt/C, катализатора Pt-S/C и катализатора Pb/C.

В одном или более воплощениях содержание Pd в катализаторе Pd/C составляет от 0,1% масс. до 0,5% масс., содержание Pt в катализаторе Pt/C и катализаторе Pt-S/C составляет от 0,5% масс. до 3% масс., и содержание Pb в катализаторе Pb/C составляет от 1% масс. до 5% масс.

В одном или более воплощениях температура реакции составляет от 100°C до 140°C.

В одном или более воплощениях давление реакции составляет от 1 МПа до 3 МПа.

В одном или более воплощениях скорость подачи водорода составляет от 30 мл/мин до 100 мл/мин.

В одном или более воплощениях молярное отношение количества соединения А к количеству 4-аминодифениламина составляет от 2:1 до 5:1.

В одном или более воплощениях суммарная скорость подачи соединения А и 4-аминодифениламина составляет от 0,2 мл/мин до 1,5 мл/мин.

Настоящее изобретение также относится к резиновой смеси, где резиновая смесь включает N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин.

Настоящее изобретение также относится к резиновому изделию, где резиновое изделие включает резиновую смесь, описанную в любом из воплощений, представленных в настоящем документе; предпочтительно резиновое изделие представляет собой шину.

Настоящее изобретение также относится к замедлителю старения резины, где замедлитель старения резины включает N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин.

Настоящее изобретение также относится к применению N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамина для повышения скорости вулканизации резиновых смесей, сокращения продолжительности подвулканизации резиновых смесей и/или повышения стойкости резиновых смесей к термоокислительному старению.

#### КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ГРАФИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

На Фиг. 1 представлена диаграмма сравнения стойкости к изгибу вулканизированных пленок, полученных в Примере 1 и Сравнительном Примере.

На Фиг. 2 представлена диаграмма сравнения стойкости к усталости при растягивающем напряжении вулканизированных пленок, полученных в Примере 1 и Сравнительном Примере.

#### ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Для лучшего понимания специалистом в данной области техники признаков и полезного эффекта настоящего изобретения, ниже приведены общее описание и определения терминов и фраз, употребляемых в описании и формуле изобретения. Если не указано иное, все технические и научные термины, употребляемые в настоящем документе, имеют обычное значение, известное специалистам в данной области техники, но в случае конфликта значений приоритет имеет определение, приведенное в настоящем документе.

Описанные и рассмотренные в настоящем документе теории или механизмы, независимо от того, верны они или нет, не должны никоим образом ограничивать объем настоящего изобретения, то есть осуществление настоящего изобретения не ограничено какой-либо конкретной теорией или механизмом.

В настоящем описании все параметры, такие как числовые величины, количества и концентрации, указанные в виде числовых диапазонов или процентных диапазонов,

приведены лишь для простоты и удобства. Соответственно, указанные числовые диапазоны или процентные диапазоны должны рассматриваться как включающие и конкретно указывающие все возможные поддиапазоны и индивидуальные величины (включая целые числа и дроби), имеющиеся в указанном диапазоне.

В настоящем документе сумма процентных содержаний всех компонентов композиции составляет 100%.

Для краткости изложения в настоящем документе не описаны все возможные комбинации различных технических признаков в различных воплощениях или примерах. Таким образом, при условии отсутствия противоречий в комбинации соответствующих технических признаков, различные технические признаки из различных воплощений или примеров могут быть скомбинированы, образуя любую комбинацию, и все такие возможные комбинации включены в объем настоящего изобретения.

Согласно настоящему изобретению, было обнаружено, что N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин может быть применен в качестве замедлителя старения резины. В отличие от замедлителя старения 6PPD, присутствие N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамина позволяет повышать скорость вулканизации резинового материала, сокращать продолжительность подвулканизации, повышать стойкость резины к термоокислительному старению и в то же время позволяет сохранять хорошие первоначальные физические свойства, стойкость к изгибу и стойкость к динамической усталости. Кроме того, по сравнению с замедлителем старения 4010 (N-циклогексил-N'-фенил-пара-фенилендиамин), N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин имеет более высокую растворимость, лучшую совместимость, более высокую сопротивляемость воздействию озона, лучше диспергируется, менее подвержен миграции и менее подвержен выделению из резины (англ. frost spraying), что делает его особенно подходящим для добавления в натуральный каучук и синтетический каучук.

N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин может быть синтезирован из соединения А, 4-аминодифениламина и водорода конденсацией с гидрированием в присутствии катализатора. Согласно настоящему изобретению, соединение А выбрано из одного или более следующих соединений: 3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-она, 3,3,5-триметилциклогексанона и 3,3,5-триметилциклогексанола.

В некоторых воплощениях соединение А и 4-аминодифениламин используют в качестве сырья для проведения непрерывной реакции конденсации с гидрированием в присутствии катализатора в реакторе с неподвижным слоем катализатора, чтобы получить N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин. По сравнению с

функционирующими в периодическом режиме реакторами котлообразного типа, непрерывное получение N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин в реакторе с неподвижным слоем катализатора больше подходит для промышленного применения. Доступные реакторы с неподвижным слоем катализатора включают, без ограничений, реактор с орошаемым слоем.

Подходящий катализатор выбирают из одного или более следующих доступных катализаторов: катализатора Pd/C, катализатора Pt/C, катализатора Pt-S/C и катализатора Pb/C. Содержание Pd в катализаторе Pd/C может составлять от 0,1% масс. до 0,5% масс., например, 0,2% масс., 0,25% масс., 0,3% масс., 0,35% масс. и 0,4% масс. Содержание Pt в катализаторе Pt/C и катализаторе Pt-S/C может составлять от 0,5% масс. до 3% масс., например, 0,5% масс., 1% масс., 1,5% масс., 2% масс. и 3% масс. Содержание Pb в катализаторе Pb/C может составлять от 1% масс. до 5% масс., например, 2% масс., 3% масс. и 4% масс. Подходящие для осуществления настоящего изобретения катализатор Pd/C, катализатор Pt/C, катализатор Pt-S/C и катализатор Pb/C коммерчески доступны.

При получении N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин температура реакции может составлять от 100°C до 140°C, например, 115°C, 120°C, 130°C и 140°C. Давление реакции может составлять от 1 МПа до 3 МПа, например, 1 МПа, 1,2 МПа, 1,5 МПа, 2 МПа, 2,5 МПа и 3 МПа. Скорость подачи водорода может составлять от 30 мл/мин до 100 мл/мин, например, 30 мл/мин, 60 мл/мин, 80 мл/мин, 90 мл/мин и 100 мл/мин. Молярное отношение количества соединения А к количеству 4-аминодифениламина может составлять от 2:1 до 5:1, например, 2,5:1, 3:1, 4:1. Суммарная скорость подачи соединения А и 4-аминодифениламина может составлять от 0,2 мл/мин до 1,5 мл/мин, например, 0,2 мл/мин, 0,25 мл/мин, 0,42 мл/мин, 1,5 мл/мин. Продолжительность реакции может определяться объемной скоростью жидкого реакционного раствора, которая может достигать величины от 2 час<sup>-1</sup> до 4 час<sup>-1</sup>, например, 2 час<sup>-1</sup>, 3 час<sup>-1</sup>, 3,3 час<sup>-1</sup>, 3,5 час<sup>-1</sup>, 4 час<sup>-1</sup>.

Способ получения N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин согласно настоящему изобретению может обеспечить достижение следующих полезных эффектов:

(1) Способ получения согласно настоящему изобретению повышает степень использования исходных материалов, имеет низкое потребление энергии для производственных целей и обеспечивает высокое содержание продукта; способ также позволяет преодолеть недостатки существующего способа, в котором применяют реактор с неподвижным слоем катализатора, которые включают: высокое давление реакции,

высокую температуру реакции, быстрое слеживание продукта при хранении и транспортировке, и т.п.;

(2) Катализатор Pt/C, применяемый в способе получения согласно настоящему изобретению, имеет низкую емкость загрузки и может участвовать в реакции при низкой температуре и низком давлении, в то время как в реакторах котлообразного типа периодического действия необходимо поддержание высоких температур и высоких давлений; способ согласно настоящему изобретению позволяет, с одной стороны, снижать инвестиции в основные средства производства, а с другой стороны, повышать безопасность; способ согласно настоящему изобретению позволяет избежать попадания остатков разрушенных катализаторов на основе меди в продукт, и продукт может иметь более широкий диапазон применения; продукт согласно настоящему изобретению имеет высокую начальную температуру плавления и не склонен к спеканию; в частности, успешно подавляется побочная реакция гидрирования кетонов, в которой образуются соответствующие спирты;

(3) Катализатор Pt-S/C, применяемый в способе получения согласно настоящему изобретению, имеет высокую активность, высокую селективность и может функционировать в непрерывном режиме;

(4) Способ получения согласно настоящему изобретению позволяет снижать отношение кетон/амин в исходном материале, снижать потребление энергии, благодаря снижению отношения кетон/амин, одновременно снижать нагрузку на последующую обработку и, вследствие указанного, снижать производственные затраты.

Настоящее изобретение также относится к резиновой смеси, которая включает N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин в качестве замедлителя старения.

Исходные материалы для резиновой смеси обычно включают диеновый эластомер, армирующий наполнитель, замедлитель старения и сшивающий агент. Согласно настоящему изобретению, резиновая смесь включает невулканизированную резину и вулканизированную резину. Вулканизированная резина может быть получена вулканизацией (отверждением) невулканизированной резины.

Исходные материалы для резиновой смеси согласно настоящему изобретению включают диеновый эластомер, армирующий наполнитель, замедлитель старения и сшивающий агент, причем в расчете на 100 масс. частей диенового эластомера содержание армирующего наполнителя может составлять от 30 до 70 масс. частей, содержание замедлителя старения может составлять от 0,1 до 8 масс. частей, а содержание сшивающего агента может составлять от 0,5 до 3 масс. частей, причем замедлитель

старения включает N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин. Согласно настоящему изобретению, если не указано иное, то количества массовых частей исходных материалов для резиновой смеси указаны в расчете на 100 масс. частей диенового эластомера.

Согласно настоящему изобретению, диеновым эластомером называется эластомер, полученный с использованием мономеров, включающих диены (такие как бутадиен и изопрен). Диеновыми эластомерами, подходящими для осуществления настоящего изобретения, могут быть различные диеновые эластомеры, известные в данной области техники, примеры которых включают, без ограничений, один или более эластомеров, выбранных из натурального каучука (НК), бутадиенового каучука (БК), изопренового каучука, стирол-бутадиенового каучука (СБК), хлоропренового каучука (ХК), нитрильного каучука (НБК), сополимера изопрена и бутадиена, сополимера изопрена и стирола и сополимера изопрена, бутадиена и стирола. В некоторых воплощениях в исходных материалах для резиновой смеси согласно настоящему изобретению диеновый эластомер включает натуральный каучук и бутадиеновый каучук или состоит из натурального каучука и бутадиенового каучука. Массовое отношение количества натурального каучука к количеству бутадиенового каучука может составлять от 1:9 до 9:1, от 2:8 до 8:2, от 3:7 до 7:3, от 4:6 до 6:4, от 4,5:5,5 до 5,5:4,5 или 1:1. Примеры натурального каучука включают материал SCR5. Примеры бутадиенового каучука включают материал BR9000.

Резиновая смесь согласно настоящему изобретению обычно включает от 0,1 до 8 масс. частей, предпочтительно от 1 до 5 масс. частей, например, 2 масс. части, 2,5 масс. части, 3 масс. части, 3,5 масс. части и 4 масс. части замедлителя старения. Характерной особенностью резиновой смеси согласно настоящему изобретению является то, что замедлитель старения, содержащийся в резиновой смеси, включает N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин. Резиновая смесь согласно настоящему изобретению может включать от 0,1 до 8 масс. частей, предпочтительно от 1 до 5 масс. частей, например, 2 масс. части, 2,5 масс. части, 3 масс. части, 3,5 масс. части и 4 масс. части N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамина. Резиновая смесь согласно настоящему изобретению может также включать другой замедлитель старения, такой как замедлитель старения ТМQ (2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолиновый полимер). В некоторых воплощениях замедлитель старения, содержащийся в резиновой смеси согласно настоящему изобретению, включает N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин и замедлитель старения ТМQ, или состоит из N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамина и замедлителя старения ТМQ.



Предпочтительным для целей настоящего изобретения замедлителем старения ТМQ является замедлитель старения S-ТМQ, который представляет собой замедлитель старения ТМQ, в котором общее количество димеров и тримеров 2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина составляет  $\geq 70\%$ . Применение комбинации N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин и замедлителя старения ТМQ может повышать скорость вулканизации резинового материала, сокращать продолжительность подвулканизации, повышать стойкость резины к термоокислительному старению и в то же время позволяет сохранять хорошие первоначальные физические свойства, стойкость к изгибу и стойкость к динамической усталости. Если замедлитель старения, содержащийся в резиновой смеси, представляет собой комбинацию N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин и другого замедлителя старения, то массовое отношение N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин к другому замедлителю старения (такому как замедлитель старения ТМQ) может составлять от 1:5 до 5:1, предпочтительно от 1:1 до 5:1, например, 2:1, 5:2 и 3:1.

Армирующим наполнителем, подходящим для осуществления настоящего изобретения, может быть армирующий наполнитель, традиционно добавляемый в резиновую смесь, примеры которого включают, без ограничений, один или более армирующих наполнителей, выбранных из углеродной сажи, оксида титана, оксида магния, карбоната кальция, карбоната магния, гидроксида алюминия, гидроксида магния, глины и талька. В некоторых воплощениях в резиновой смеси согласно настоящему изобретению армирующим наполнителем является углеродная сажа. Исходные материалы для резиновой смеси обычно включают от 30 до 70 масс. частей, предпочтительно от 40 до 60 масс. частей и более предпочтительно от 45 до 55 масс. частей армирующего наполнителя. В некоторых воплощениях исходные материалы резиновой смеси согласно настоящему изобретению включают от 30 до 70 масс. частей, предпочтительно от 40 до 60 масс. частей, более предпочтительно от 45 до 55 масс. частей, например,  $50 \pm 2$  масс. частей углеродной сажи.

Сшивающим агентом может быть сера. Исходные материалы для резиновой смеси обычно включают от 0,5 до 3 масс. частей, предпочтительно от 1 до 3 масс. частей и более предпочтительно от 1 до 2 масс. частей сшивающего агента. В некоторых воплощениях исходные материалы для резиновой смеси согласно настоящему изобретению включают от 0,5 до 3 масс. частей, предпочтительно от 1 до 3 масс. частей, более предпочтительно от 1 до 2 масс. частей, например,  $1,5 \pm 0,2$  масс. части,  $1,5 \pm 0,1$  масс. части серы.

Исходные материалы для резиновой смеси согласно настоящему изобретению также могут включать другие компоненты, обычно добавляемые в резиновую смесь, примеры которых включают, без ограничений, одну или более технологических добавок и промоторов. Соответствующие количества технологических добавок и промоторов могут быть количествами, традиционно применяемыми в данной области техники.

Технологические добавки могут включать мягчители, используемые для улучшения таких свойств, как способность к обработке. Мягчители могут включать нефтяные (получаемые из нефти) мягчители (рабочие масла), такие как нефтяные масла, ароматические масла, технологические масла, смазочные масла, парафины, жидкие парафины, нефтяной асфальт, вазелин и т.д., а также могут включать мягчители на основе жирных масел, такие как стеариновая кислота, касторовое масло, льняное масло, рапсовое масло, кокосовое масло, воски (такие как пчелиный воск, карнаубский воск и ланолин), талловое масло, линолевая кислота, пальмитиновая кислота и лауриновая кислота и т.д. Технологические добавки также могут включать активаторы, такие как оксид цинка, которые могут повышать скорость вулканизации и улучшать теплопроводность, сопротивление износу и прочность резины на разрыв. Технологические добавки также могут включать защитный воск, который вносит определенный вклад в предотвращение физического старения и увеличение срока службы. Обычно технологические добавки вводят в количестве, составляющем в сумме от 2 до 20 масс. частей на 100 масс. частей диенового эластомера. В некоторых воплощениях исходные материалы для резиновой смеси согласно настоящему изобретению включают нефтяной мягчитель, такой как нефтяное масло. Исходные материалы для резиновой смеси согласно настоящему изобретению могут включать от 0 до 20 масс. частей, предпочтительно от 1 до 10 масс. частей, более предпочтительно от 2 до 8 масс. частей, например,  $5 \pm 2$  масс. частей или  $5 \pm 1$  масс. частей нефтяного мягчителя, например, нефтяного масла. В некоторых воплощениях исходные материалы для резиновой смеси согласно настоящему изобретению включают мягчитель на основе жирного масла, например, стеариновую кислоту. Исходные материалы для резиновой смеси согласно настоящему изобретению могут включать от 0 до 5 масс. частей, предпочтительно от 0,5 до 4 масс. частей, более предпочтительно от 1 до 3 масс. частей, например,  $2 \pm 0,5$  масс. части или  $2 \pm 0,2$  масс. части мягчителя на основе жирного масла, например, стеариновой кислоты. В некоторых воплощениях исходные материалы для резиновой смеси согласно настоящему изобретению включают активатор, например, оксид цинка. Исходные материалы для резиновой смеси согласно настоящему изобретению могут включать от 0 до 10 масс. частей, предпочтительно от 2 до 8 масс. частей, более предпочтительно от 3 до 7 масс.

частей, например,  $5 \pm 1$  масс. частей активатора, например, оксида цинка. В некоторых воплощениях исходные материалы для резиновой смеси согласно настоящему изобретению включают защитный воск. Исходные материалы для резиновой смеси согласно настоящему изобретению могут включать от 0 до 5 масс. частей, предпочтительно от 1 до 3 масс. частей, например,  $1,5 \pm 0,5$  масс. части защитного воска. В некоторых воплощениях исходные материалы для резиновой смеси согласно настоящему изобретению включают нефтяной мягчитель, мягчитель на основе жирного масла, активатор и защитный воск, где соответствующие количества нефтяного мягчителя, мягчителя на основе жирного масла, активатора и защитного воска могут находиться в диапазонах, описанных выше.

Промоторы обычно представляют собой ускорители вулканизации, которые могут представлять собой один или более из ускорителей вулканизации на основе сульфонида, ускорителей вулканизации на основе тиазола, ускорителей вулканизации на основе тиурама, ускорителей вулканизации на основе тиомочевины, ускорителей вулканизации на основе гуанидина, ускорителей вулканизации на основе дитиокарбамата, ускорителей вулканизации на основе альдегидамина, ускорителей вулканизации на основе альдегидаммиака, ускорителей вулканизации на основе имидазолина или ускорителей вулканизации на основе ксантановой кислоты. Например, промотор может представлять собой промотор NS (N-трет-бутил-2-бензотиазолсульфенамид). В некоторых воплощениях исходные материалы для резиновой смеси согласно настоящему изобретению включают промотор, например, промотор NS. Исходные материалы для резиновой смеси согласно настоящему изобретению могут включать от 0 до 1,5 масс. частей, предпочтительно от 0,5 до 1,5 масс. частей, более предпочтительно от 0,5 до 1,2 масс. частей, например,  $0,8 \pm 0,2$  масс. части,  $0,8 \pm 0,1$  масс. части промотора, например, промотора NS.

Кроме того, при необходимости в резиновую смесь может быть добавлен пластификатор, например, ДМФ (диметилфталат), ДЭФ (диэтилфталат), ДБФ (дибутилфталат), ДГФ (дигептилфталат), ДОФ (диоктилфталат), ДИНФ (диизонилфталат), ДИДФ (диизодецилфталат), ББФ (бутилбензилфталат), ДЛФ (дилаурилфталат) и ДЦГФ (дициклогексилфталат). Пластификатор может быть добавлен в количестве, традиционно используемом в данной области техники.

В некоторых предпочтительных воплощениях исходные материалы для резиновой смеси согласно настоящему изобретению включают: 100 масс. частей диенового эластомера, от 40 до 60 масс. частей, предпочтительно от 45 до 55 масс. частей армирующего наполнителя, от 1 до 3 масс. частей, предпочтительно от 1 до 2 масс. частей серы, от 2 до 5 масс. частей, предпочтительно от 2,5 до 4,5 масс. частей замедлителя

старения, от 2 до 8 масс. частей, предпочтительно от 3 до 7 масс. частей активатора, от 0,5 до 4 масс. частей, предпочтительно от 1 до 3 масс. частей мягчителя на основе жирного масла, от 1 до 10 масс. частей, предпочтительно от 2 до 8 масс. частей нефтяного мягчителя, от 0,5 до 5 масс. частей, предпочтительно от 1 до 3 масс. частей защитного воска и от 0,5 до 1,5 масс. частей, предпочтительно от 0,5 до 1,2 масс. частей промотора; при этом диеновый эластомер предпочтительно включают натуральный каучук и бутадиеновый каучук в массовом отношении, составляющем от 4:6 до 6:4, предпочтительно от 4,5:5,5 до 5,5:4,5; армирующий наполнитель предпочтительно представляет собой углеродную сажу; замедлитель старения включает N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин и необязательно может дополнительно включать замедлитель старения TMQ; активатор предпочтительно представляет собой оксид цинка; мягчитель на основе жирного масла предпочтительно представляет собой стеариновую кислоту; нефтяной мягчитель предпочтительно представляет собой нефтяное масло; промотор предпочтительно представляет собой промотор NS.

Невулканизированная резина согласно настоящему изобретению может быть получена традиционным способом смешивания резины, например, двухэтапным способом смешивания следующим образом: на первом этапе диеновые эластомеры, армирующие наполнители, технологические добавки и замедлители старения смешивают в закрытом смесителе, а температура выгружаемой резиновой смеси составляет 110°C или выше; на втором этапе резиновую смесь, полученную на первом этапе, смешивают со сшивающими агентами и промоторами в мельнице открытого типа. В общем случае, сначала в термомеханический смеситель (например, закрытый смеситель) добавляют диеновый эластомер. После вымешивания в течение определенного периода времени добавляют армирующий наполнитель, технологическую добавку и замедлитель старения, и вымешивание продолжают до тех пор, пока смесь не станет однородной; при этом армирующий наполнитель, технологическая добавка и замедлитель старения могут быть добавлены порциями. Температуру во время вымешивания устанавливают в диапазоне от 110°C до 190°C, например, от 130°C до 140°C. Смесь затем охлаждают до 100°C или ниже. В смесь добавляют сшивающий агент и промотор, и выполняют второе вымешивание, во время которого температуру устанавливают равной 110°C или ниже, например, 50±5°C, и получают невулканизированную резину.

Невулканизированная резина согласно настоящему изобретению может быть подвергнута вулканизации традиционным способом, что приводит к получению вулканизированной резины. Температура вулканизации обычно составляет от 130°C до

200°C, например, от 140°C до 150°C или 145±2°C. Продолжительность вулканизации зависит от температуры вулканизации, вулканизирующей системы и кинетики вулканизации и обычно составляет от 15 до 60 минут, например, от 20 до 30 минут или 25±2 минут. Перед вулканизацией вымешанная невулканизованная резина может быть подвергнута традиционному таблетированию.

В некоторых воплощениях резиновую смесь согласно настоящему изобретению получают следующим способом:

(1) смешивание диеновых эластомеров, армирующих наполнителей, технологических добавок и замедлителей старения до однородности в термомеханическом смесителе (например, закрытом смесителе), предпочтительно при достижении температуры выгружаемой резины 110°C или выше, например, 135 ± 5°C;

(2) смешивание резинового материала, полученного на этапе (1), вулканизирующих агентов и промоторов до однородности в термомеханическом смесителе (например, в мельнице открытого типа), предпочтительно при достижении температуры выгружаемого таблетированного материала 110°C или ниже, например, 50±5°C, с получением невулканизованной резины.

В некоторых воплощениях способ получения резиновой смеси согласно настоящему изобретению дополнительно включает:

(3) после необязательного таблетирования невулканизованной резины, проведение вулканизации невулканизованной резины с получением вулканизованной резины. Предпочтительно температура вулканизации составляет от 130°C до 200°C, например, от 140 до 150°C, и предпочтительно продолжительность вулканизации составляет от 15 до 60 минут, например, от 20 до 30 минут.

Применение резиновой смеси согласно настоящему изобретению в резиновых изделиях, в частности, резиновых шинах, может повысить скорость вулканизации резинового материала, сократить продолжительность подвулканизации, повысить стойкость резины к термоокислительному старению и в то же время позволяет сохранять хорошие первоначальные физические свойства, стойкость к изгибу и стойкость к динамической усталости.

Таким образом, настоящее изобретение также относится к резиновому изделию, включающему резиновую смесь, описанную в настоящем документе. Резиновое изделие может представлять собой шину, резиновую обувь, герметизирующую ленту, звукоизолирующую панель или амортизирующую пластину. В некоторых воплощениях резиновое изделие представляет собой шину, например, протектор, слой брекера или боковину шины. Если резиновое изделие представляет собой слой брекера шины, то оно

может дополнительно включать армирующий материал, традиционно применяемый в данной области техники, в комбинации с резиновой смесью согласно настоящему изобретению.

Ниже описаны конкретные примеры воплощения настоящего изобретения. Следует понимать, что эти примеры приведены только для иллюстрации изобретения и не ограничивают его объем. Если не указано иное, способы, реагенты и материалы, применяемые в нижеследующих примерах и сравнительных примерах, являются способами, реагентами и материалами, традиционно применяемыми в данной области техники. Исходные материалы, используемые в примерах и сравнительных примерах, коммерчески доступны.

#### Пример получения 1

В реактор с орошаемым слоем помещали определенное количество катализатора Pd/C (катализатор N3001, Shanghai Xunkai Technology, содержание Pd составляет 0,35%) так, чтобы высота заполняющего слоя катализатора составляла 40 см. Для замещения воздушной атмосферы 6 раз применяли баллон с водородом. Реакционное устройство нагревали до тех пор, пока температура не достигала 100°C, и вводили водород и отводили отходящий газ. Давление водорода составляло 1,5 МПа, а скорость потока отходящего газа составляла 30 мл/мин. В систему с помощью насоса с постоянной производительностью со скоростью 0,25 мл/мин закачивали смесь 3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-она и 4-АДФА (4-аминодифениламин) (в молярном отношении 4:1). Давление в системе составляло 1,5 МПа, а температура реакции составляла 115°C. После того, как объемная скорость жидкого реакционного раствора достигла 3 час<sup>-1</sup>, производили отбор образцов, которые анализировали методом ГХ (газовая хроматография). Степень превращения 4-АДФА составила 99,14%. Селективность по N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамину составила 98,52%.

#### Пример получения 2

В реактор с орошаемым слоем помещали определенное количество катализатора Pt/C (катализатор N4001, Shanghai Xunkai Technology, содержание Pt составляет 0,5%) так, чтобы высота заполняющего слоя катализатора составляла 40 см. Для замещения воздушной атмосферы 6 раз применяли баллон с водородом. Реакционное устройство нагревали до тех пор, пока температура не достигала 90°C, и вводили водород и отводили отходящий газ. Давление водорода составляло 1,0 МПа, а скорость потока отходящего газа составляла 60 мл/мин. В систему с помощью насоса с постоянной

производительностью со скоростью 0,20 мл/мин закачивали смесь 3,3,5-триметилциклогексана и 4-АДФА (в молярном отношении 3:1). Давление в системе составляло 1,0 МПа, а температура реакции составляла 120°C. После того, как объемная скорость жидкого реакционного раствора достигла 4 час<sup>-1</sup>, производили отбор образцов, которые анализировали методом ГХ. Степень превращения 4-АДФА составила 99,95%. Селективность по N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамину составила 98,82%.

### Пример получения 3

В реактор с орошаемым слоем помещали определенное количество катализатора Pt-S/C (катализатор N4002, Shanghai Xunkai Technology, содержание Pt составляет 1,5%) так, чтобы высота заполняющего слоя катализатора составляла 40 см. Для замещения воздушной атмосферы 6 раз применяли баллон с водородом. Реакционное устройство нагревали до тех пор, пока температура не достигала 95°C, и вводили водород и отводили отходящий газ. Давление водорода составляло 1,2 МПа, а скорость потока отходящего газа составляла 100 мл/мин. В систему с помощью насоса с постоянной производительностью со скоростью 0,42 мл/мин закачивали смесь 3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-она и 4-АДФА (в молярном отношении 2,5:1). Давление в системе составляло 1,2 МПа, а температура реакции составляла 130°C. После того, как объемная скорость жидкого реакционного раствора достигла 2 час<sup>-1</sup>, производили отбор образцов, которые анализировали методом ГХ. Степень превращения 4-АДФА составила 99,2%. Селективность по N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамину составила 98,02%.

### Пример получения 4

В реактор с орошаемым слоем помещали определенное количество катализатора Pt/C (катализатор N4003, Shanghai Xunkai Technology, содержание Pt составляет 3%) так, чтобы высота заполняющего слоя катализатора составляла 40 см. Для замещения воздушной атмосферы 6 раз применяли баллон с водородом. Реакционное устройство нагревали до тех пор, пока температура не достигала 100°C, и вводили водород и отводили отходящий газ. Давление водорода составляло 2,5 МПа, а скорость потока отходящего газа составляла 60 мл/мин. В систему с помощью насоса с постоянной производительностью со скоростью 0,25 мл/мин закачивали смесь 3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-она и 4-АДФА (в молярном отношении 4:1). Давление в системе составляло 2,5 МПа, а температура реакции составляла 120°C. После того, как объемная

скорость жидкого реакционного раствора достигла  $3,3 \text{ час}^{-1}$ , производили отбор образцов, которые анализировали методом ГХ. Степень превращения 4-АДФА составила 99,5%. Селективность по N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамину составила 70,6%.

#### Пример получения 5

В реактор с орошаемым слоем помещали определенное количество катализатора Pt-S/C (катализатор N4003s, Shanghai Xunkai Technology, содержание Pt составляет 3%) так, чтобы высота заполняющего слоя катализатора составляла 40 см. Для замещения воздушной атмосферы 6 раз применяли баллон с водородом. Реакционное устройство нагревали до тех пор, пока температура не достигала  $140^\circ\text{C}$ , и вводили водород и отводили отходящий газ. Давление водорода составляло 3,0 МПа, а скорость потока отходящего газа составляла 90 мл/мин. В систему с помощью насоса с постоянной производительностью со скоростью 1,5 мл/мин закачивали смесь 3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-она и 4-АДФА (в молярном отношении 3:1). Давление в системе составляло 3,0 МПа, а температура реакции составляла  $140^\circ\text{C}$ . После того, как объемная скорость жидкого реакционного раствора достигла  $3,3 \text{ час}^{-1}$ , производили отбор образцов, которые анализировали методом ГХ. Степень превращения 4-АДФА составила 99,9%. Селективность по N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамину составила 98%.

#### Пример получения 6

В реактор с орошаемым слоем помещали определенное количество катализатора Pb/C (катализатор N3002, Shanghai Xunkai Technology, содержание Pb составляет 3%) так, чтобы высота заполняющего слоя катализатора составляла 40 см. Для замещения воздушной атмосферы 6 раз применяли баллон с водородом. Реакционное устройство нагревали до тех пор, пока температура не достигала  $140^\circ\text{C}$ , и вводили водород и отводили отходящий газ. Давление водорода составляло 3,0 МПа, а скорость потока отходящего газа составляла 90 мл/мин. В систему с помощью насоса с постоянной производительностью со скоростью 1,5 мл/мин закачивали смесь 3,3,5-триметил-2-циклогексанола и 4-АДФА (в молярном отношении 3:1). Давление в системе составляло 3,0 МПа, а температура реакции составляла  $140^\circ\text{C}$ . После того, как объемная скорость жидкого реакционного раствора достигла  $3,3 \text{ час}^{-1}$ , производили отбор образцов, которые анализировали методом ГХ. Степень превращения 4-АДФА составила 98,5%.



Селективность по N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамину составила 98,2%.

### Пример и Сравнительный Пример Получение вулканизированных пленок

Резиновые смеси Примера 1 и Сравнительного Примера были получены способом двухэтапного смешивания составов, указанных в Таблице 1, где способ включал следующие этапы:

1. первый этап смешивания в закрытом смесителе: натуральный каучук (НК), синтетический каучук BR9000, углеродную сажу N550, оксид цинка, стеариновую кислоту (СК), защитный воск, рабочее масло и замедлители старения помещали в закрытый смеситель, и смесь перемешивали до однородности; температура выгружаемой резины составляла 135°C;

2. второй этап смешивания в мельнице открытого типа: резиновый материал, полученный на первом этапе, серу (S) и промотор NS помещали в мельницу открытого типа, и смесь перемешивали до однородности; температура выгружаемой пленки составляла 50°C;

3. вулканизация: резиновый материал, полученный на втором этапе, каландрировали с получением невулканизированной пленки толщиной 2 мм, которую подвергали вулканизации при 145°C в течение 25 минут с получением вулканизированной резиновой пленки.

В Примере и Сравнительном Примере использовали следующие источники исходных материалов:

НК: SCR5, Xishuangbanna Sinochem Rubber Co., Ltd.;

BR900: синтетический каучук BR9000, Nanjing Yangzi Petrochemical Rubber Co., Ltd.;

N550: углеродная сажа N550, Cabot Corporation;

Оксид цинка: обычный реагент оксид цинка (чда), Shanghai Titan Scientific Co., Ltd.;

Стеариновая кислота: обычный реагент стеариновая кислота (чда), Shanghai Titan Scientific Co., Ltd.;

Защитный воск: H2830, Shandong Yanggu Huatai;

Нафthenовое масло: Kunlun Naphthenic Oils KL4006, Xinjiang Kelian;

Замедлитель старения 6PPD: Sennics Co., Ltd.;

Замедлитель старения MZG6: N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин;

Замедлитель старения S-TMQ: Sennics Co., Ltd.;

Промотор NS: Sennics Co., Ltd.;

S: сублимированная сера (чда), Sinopharm Chemical Reagent Co., Ltd.

Таблица 1

Состав резиновой смеси (единицы: масс. части)

	Сравнительный Пример	Пример 1
НК	50	50
BR9000	50	50
N550	50	50
ZnO	5	5
СК	2	2
Защитный воск	1,5	1,5
Нафтовое масло	5	5
Замедлитель старения бPPD	2,5	
Замедлитель старения MZG6		2,5
Замедлитель старения S-TMQ	1,0	1,0
Промотор NS	0,8	0,8
S	1,5	1,5
Итого:	169,3	169,3

### Пример испытания 1

#### Скорость и степень вулканизации

В соответствии со стандартом GB/T16584-1996 (Rubber – Measurement of vulcanization characteristics with rotorless curemeters (Резина – Определение характеристик вулканизации с помощью безроторного устройства для определения степени отверждения)), скорость и степень вулканизации резинового материала были измерены с помощью реометра (145°C; 60 минут), и полученные результаты представлены в Таблице 2.

Таблица 2

Скорость и степень вулканизации резинового материала

	Сравнительный Пример	Пример 1
--	----------------------	----------

t <sub>10</sub> (мин)	8,02	7,34
t <sub>90</sub> (мин)	16,58	14,95
МН-МЛ (дНм)	12,5	12,3

В Таблице 2 «МН-МЛ» представляет собой степень вулканизации, которая непосредственно влияет на физические свойства резинового материала. Данные, представленные в Таблице 2, показывают, что скорость вулканизации резинового материала, полученного в Примере 1, который включает N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин, повышается приблизительно на 10% по сравнению со скоростью вулканизации резинового материала, включающего замедлитель старения БРРД, а величины степени вулканизации приблизительно одинаковы.

### Пример испытания 2

#### Продолжительность подвулканизации

В соответствии со стандартом GB/T1233-2008 (Rubber unvulcanized – Determinations of pre-vulcanization characteristic (Резина невулканизированная – Определение характеристик подвулканизации)), продолжительность подвулканизации резинового материала была измерена с помощью вискозиметра Муни (120°C, t<sub>5</sub>), и полученные результаты представлены в Таблице 3.

Таблица 3

#### Продолжительность подвулканизации резинового материала

	Сравнительный Пример	Пример 1
t <sub>5</sub> (мин)	36,66	32,78
t <sub>35</sub> (мин)	40,71	35,69

Данные, представленные в Таблице 3, показывают, что продолжительность подвулканизации резинового материала, полученного в Примере 1, который включает N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин, сокращается приблизительно на 10% по сравнению с продолжительностью подвулканизации резинового материала, включающего замедлитель старения БРРД, что определяется по влиянию на величину вязкости по Муни резинового материала.

### Пример испытания 3

Первоначальные физические свойства и стойкость к термоокислительному старению

Первоначальные физические свойства и стойкость к термоокислительному старению вулканизированных пленок, полученных в Примере 1 и Сравнительном Примере, определяли в соответствии с приведенными ниже стандартами испытаний резины, и результаты испытаний представлены в Таблице 4.

Удлинение при разрыве и прочность при растяжении: GB/T 528-2009, Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of tensile stress-strain properties (Резина, вулканизированная или термопластичная – Определение зависимости деформации от напряжения при растяжении);

Прочность на разрыв: GB/T 529-2008, Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of tear strength (Резина, вулканизированная или термопластичная – Определение прочности на разрыв);

Твердость: GB/T 531.1-2008, Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of indentation hardness (Резина, вулканизированная или термопластичная – Определение твердости на вдавливание);

Стойкость к термоокислительному старению: GB/T 3512-2001, Rubber, vulcanized or thermoplastic – Accelerated aging and heat resistance tests – Air-oven method (Резина, вулканизированная или термопластичная – Испытания на ускоренное старение и термостойкость – Испытание в сушильном шкафу).

Таблица 4

Первоначальные физические свойства и стойкость к термоокислительному старению резинового материала

	Сравнительный Пример	Пример 1
Первоначальные физические свойства		
Прочность при растяжении (МПа)	19,2	18,7
Удлинение при разрыве (%)	572	574
Прочность на разрыв (Н·мм <sup>-1</sup> )	38,5	41,4
Твердость (по Шору)	57	57
Стойкость к термоокислительному старению (100°С*48 часов)		
Сохранение физических свойств (%)	54	61
Сохранение физических свойств (%)	39	43

Данные, представленные в Таблице 4, показывают, что резиновый материал, полученный в Примере 1, который включает N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-

пара-фенилендиамин, имеет несколько более высокую прочность на разрыв и немного меньшую прочность при растяжении по сравнению с резиновым материалом, включающим замедлитель старения 6PPD, в то время как удлинение при разрыве и твердость оказываются по существу приблизительно одинаковыми. Применение N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамина обеспечивает более высокую стойкость к термоокислительному старению, чем применение 6PPD, причем улучшение этой характеристики составляет более 5%.

#### Пример испытания 4

##### Стойкость к изгибу

В соответствии с GB/T13934-2006 (Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of flex cracking and crack growth (De Mattia) (Резина, вулканизированная или термопластичная – Определение образования и распространения трещин при изгибе (Де Маттиа))), определяли характеристики стойкости к изгибу вулканизированных пленок, полученных в Примере 1 и Сравнительном Примере, и результаты испытаний представлены в Таблице 5 и на Фиг. 1.

#### Пример испытания 5

##### Стойкость к усталости при растягивающем напряжении

В соответствии с GB/T1688-2008 (Rubber, vulcanized – Determination of tensile fatigue (Резина, вулканизированная – Определение усталости при растягивающем напряжении)), определяли стойкость к усталости при растягивающем напряжении вулканизированных пленок, полученных в Примере 1 и Сравнительном Примере, и результаты испытаний представлены в Таблице 5 и на Фиг. 2.

Таблица 5

Стойкость к изгибу и стойкость к усталости при растягивающем напряжении резинового материала

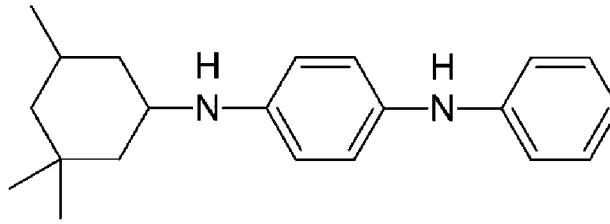
	Сравнительный Пример	Пример 1
Долговечность при усталостных нагрузках на уровне 6 / 10000 циклов	100	107
Циклы до разрыва / 10000 циклов	153	149

Данные, представленные в Таблице 5, показывают, что стойкость к изгибу и стойкость к усталости при растягивающем напряжении резинового материала,

включающего бРРД, и резинового материала, включающего N-(3,5,5-триметилциклогексил)-N'-фенил-пара-фенилендиамин, по существу находятся на одном уровне.

## ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Соединение, имеющее структуру, представленную нижеследующей формулой:



2. Способ получения соединения по п. 1, где способ включает взаимодействие соединения А, 4-аминодифениламина и водорода в реакции конденсации с гидрированием в присутствии катализатора, где соединение А выбрано из одного или более следующих соединений: 3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-она, 3,3,5-триметилциклогексанона и 3,3,5-триметилциклогексанола.

3. Способ по п. 2, где способ включает непрерывное проведение реакции конденсации с гидрированием в реакторе с неподвижным слоем катализатора, таком как реактор с орошаемым слоем.

4. Способ по п. 2, где катализатор выбран из одного или более следующих катализаторов: катализатора Pd/C, катализатора Pt/C, катализатора Pt-S/C и катализатора Pb/C.

5. Способ по п. 4, где содержание Pd в катализаторе Pd/C составляет от 0,1% масс. до 0,5% масс., содержание Pt в катализаторе Pt/C и катализаторе Pt-S/C составляет от 0,5% масс. до 3% масс., и содержание Pb в катализаторе Pb/C составляет от 1% масс. до 5% масс.

6. Способ по п. 2, где способ имеет один или более следующих признаков:  
температура реакции составляет от 100°C до 140°C;  
давление реакции составляет от 1 МПа до 3 МПа;  
скорость подачи водорода составляет от 30 мл/мин до 100 мл/мин;  
молярное отношение количества соединения А к количеству 4-аминодифениламина составляет от 2:1 до 5:1;

суммарная скорость подачи соединения А и 4-аминодифениламина составляет от 0,2 мл/мин до 1,5 мл/мин.

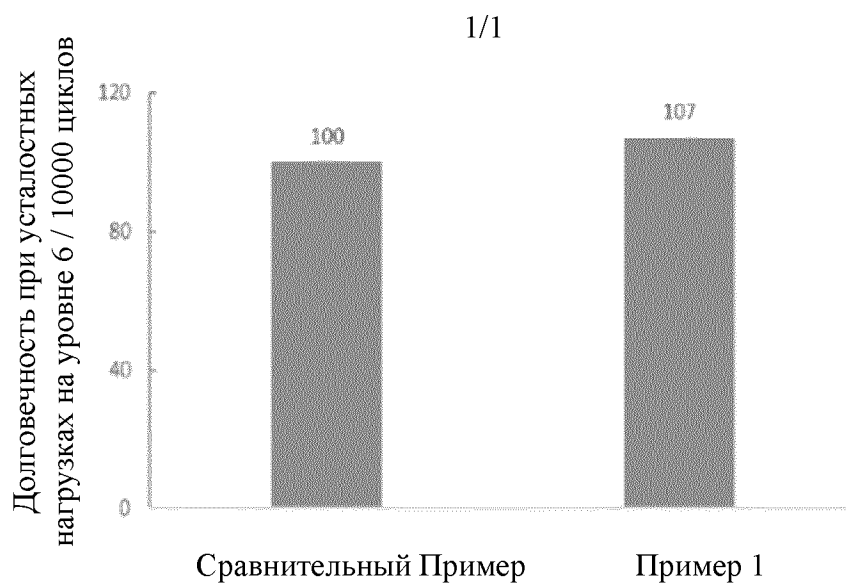
7. Резиновая смесь, где резиновая смесь включает соединение по п. 1.

8. Резиновое изделие, где резиновое изделие включает резиновую смесь по п. 7; предпочтительно, резиновое изделие представляет собой шину.

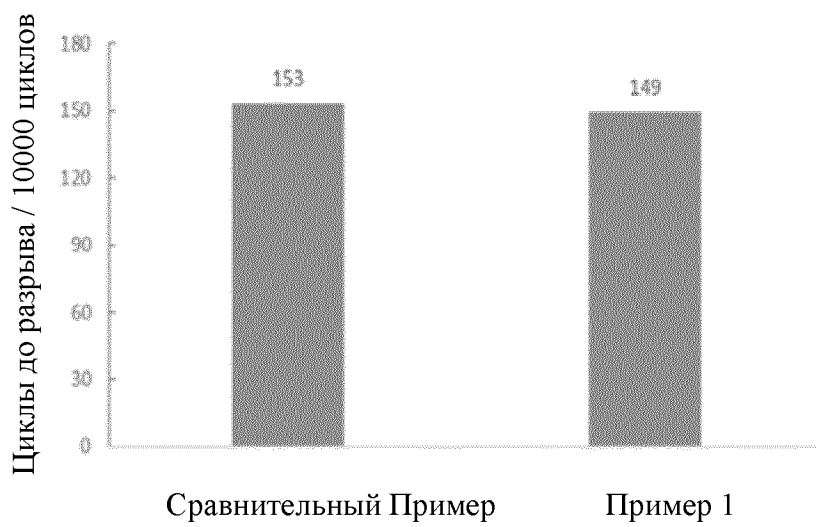
9. Замедлитель старения резины, где замедлитель старения резины включает соединение по п. 1.

10. Применение соединения по п. 1 для повышения скорости вулканизации резиновых смесей, сокращения продолжительности подвулканизации резиновых смесей и/или повышения стойкости резиновых смесей к термоокислительному старению.





Фиг. 1



Фиг. 2