

KÖZZÉTÉTEL PÉLDÁNY

05002

P0302578

ELASZTOMER KÉSZÍTMÉNY

A2

K i v o n a t

- 5 A találmány készítményre vonatkozik, amely izobutilén-alapú kopolimert és polibutént tartalmaz. A kopolimer egy rétegszétválasztó vegyülettel és agyaggal elegyíthető, a teljes készítmény nanokompozitot alkot. Az agyagot az interpolimerrel való bekeverés előtt adott esetben további rétegszétválasztó kezelésnek vetik alá. A találmány szerinti készítmény javított légzáró tulaj-
- 10 donságokkal és feldolgozási tulajdonságokkal rendelkezik, és légzáróként alkalmazható. A találmány egyik kiviteli alakja egy elasztomer készítmény, amely legalább egy 4-7 szénatomos izomonoolefinből származó egységet tartalmazó random kopolimert, legalább egy töltőanyagot és polibutén olajat tartalmaz, amelynek szám szerinti átlagos móltömege nagyobb mint 400. A kopo-
- 15 limert halogénezett poli(izobutilén-ko-p-metilsztirol), halogénezett csillag-elágazású butilkaucsuk és halogénezett butilkaucsuk, valamint ezek elegyei közül választják.

20

547 / H = 55

25

LT 02.08.01

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

A2

ELASZTOMER KÉSZÍTMÉNY

- 5 A találmány kis áteresztőképességű elasztomer készítményre vonatkozik, amely egy nanoagyagot tartalmazhat, és még közelebbről egy töltőanyagot, például kormot és agyagot polibutén feldolgozási olajjal együtt tartalmazó izobutilén-alapú kopolimer készítményre, amelyből légzáró, például gumiabroncs belső kísérőszöve készíthető.
- 10 A találmány hátterét az alábbiakban ismertetjük.

A brómbutil- és klórbutilkaucsukok belső nélküli gumiabroncsokban a levegőtartás biztosítására előszeretettel alkalmazott polimerek. Hasonlóképpen, brómozott poli(izobutilén-ko-p-metilsztirol)-t (BIMS), például az US 5162445 és 5698640 számú szabadalmi iratban leírtakat tipikusan akkor alkalmazzák,
- 15 ha a hőállóságnak vagy egyéb fontos tulajdonságnak jelentősége van. Az elasztomerek kereskedelmi formuláihoz a komponensek megválasztása a kívánt tulajdonságok, és az alkalmazás és végfelhasználás egyensúlyától függ. Például az abroncsiparban a nyers (vulkanizálatlan) keverék feldolgozási tulajdonságai az üzemben, szemben a vulkanizált gumiabroncs kompozit használat közbeni viselkedésével, a gumiabroncs természete, azaz diagonál szemben a radiál gumiabronccsal, valamint a személyautó gumiabroncs szemben a teherautó vagy a repülőgép gumiabronccsal, mind olyan fontos szempont, amelyeknek egymással egyensúlyban kell lenniük.
- 20 A terméktulajdonságok megváltoztatásának és a légzáró tulajdonságok javításának egyik módszere az, hogy az elasztomerekhez agyagot adnak, amellyel "nanokompozit"-ot alakítanak ki. A nanokompozitok polimer rendszerek, amelyek olyan szervesetlen részecskéket tartalmaznak, amelyeknek legalább

egyik dimenziója nanométeres tartományban van. Néhány példa ezekre az US 6060549, 6103817, 6034164, 5973053, 5936023, 5883173, 5807629, 5665183, 5576373 és 5576372 számú szabadalmi iratokban található. A nanokompozitokban alkalmazott szervesetlen részecskék egyik gyakori típusa a filloszilikátok, ez egy szervesetlen anyag az ún. "nanoagyagok" vagy "agyagok" csoportjából. Ideális esetben a nanokompozitban interkalációnak kell végbemennie, amikor a polimer beilleszkedik az agyagfelületek közötti térbe vagy vá-
 5 gatba. Végsősoron az a kívánatos, hogy közel teljes rétegszétválást kapjunk, amikor a polimer teljesen diszpergálva van az egyes, nanométer méretű
 10 agyaglemezekkel. Mivel a különféle polimer készítmények légzáróképesége általánosan fokozódik, ha agyagot tartalmaznak, az a cél, hogy alacsony légát-
 eresztő-képességű nanokompozitot kapjanak. Nanokompozitokat már előállít-
 ottak izobutilén és p-metilsztirol brómozott kopolimerjei alkalmazásával [lásd például Elspass és munkatársai, US 5807629, 5883173 és 6034164 szá-
 15 mú szabadalmi iratokat]. A fenti elasztomer készítmények vulkanizálatlan és vulkanizált tulajdonságainak további javulását lehet elérni feldolgozási adalé-
 kok alkalmazásával. Az elasztomer keverékek feldolgozhatóságának javítására gyanták és olajok (vagy feldolgozási adalékok), például naftén bázisú, paraf-
 fin bázisú és alifás gyanták alkalmazhatók. Azonban az olajok és gyanták je-
 20 lenlétének köszönhető jobb feldolgozhatóság azzal az árral jár, hogy csökken a légzáróképeség és fokozódik a nem-kívánatos elszíneződés, a különféle
 egyéb tulajdonságok nem-kívánatos változásai közül.

Polibutén és paraffin típusú feldolgozási olajokat ismertetnek az US 4279284 (Spadone), US 5964969 (Sandstrom és munkatársai) és EP 0314416
 25 (Mohammed) számú szabadalmi iratokban. Paraffin típusú feldolgozási olajo-
 kat ismertetnek az US 5631316 (Costemalle és munkatársai) iratban. A WO 94/01295 számú szabadalmi iratban (Gursky és munkatársai) kőolaj-viaszok és nafténes olajok és gyanták alkalmazását ismertetik gumiabroncsok oldalrészé-
 hez való gumikészítményben, és Waddell és munkatársai az U.S.S.N.
 30 09/691764 számon 2000. október 18-án bejelentett szabadalmi leírásban szí-
 nezhető kaucsukkeverékeket ismertetnek. Feldolgozási olaj- vagy gyantatar-
 talmú elasztomer vagy tapadó készítményeket ismertetnek továbbá az



US 5005625, 5013793, 5162409, 5178702, 5234987, 5234987, 5242727, 5397832, 5733621, 5755899, EP 0682071 A1, EP 0376558 B1, WO 92/16587, JP 11005874, JP 05179068A és JO 3028244 számú szabadalmi iratokban. Azonban a fenti iratok egyikében sem oldottak meg a gumiabroncsok, léggá-
5 tak, stb. előállítására alkalmazható elasztomer készítmények feldolgozhatósá-
ga javításának problémáját, az ilyen készítmények légzáróképességének meg-
tartása vagy javítása mellett.

Tehát még mindig problémás egy légzáróként alkalmazható nanokompozit, különösen egy 4-7 szénatomos izomonoolefin és egy p-metilsztirol és egy
10 p-halogénmetilsztirol és/vagy halogénezett elágazó butilkaucsuk kopolimerjét
(vagy terpolimerjét) tartalmazó monokompozit előállítása. Ugyanis az elasz-
tomer készítmény légzáró tulajdonságainak növelése közben a nanokompozit
kialakítása a feldolgozhatóság rovására fog menni.

Problematikus továbbá a természetes kaucsuk beépítése is a fenti kopolimerek
15 blendjeibe, mivel bizonyos kívánatos tulajdonságok elvesznek a természetes
kaucsuk hozzáadásának hatására. Szükség van egy elasztomer készítményre és
nanokompozit készítményre, amely megtartja a kívánatos légzáró tulajdonsá-
gokat, azonban javított feldolgozhatósággal rendelkezik, amelyet feldolgozási
olajok és gyanták biztosíthatnak még természetes kaucsuk blendek jelenlét-
20 ében is.

A találmányt összefoglalóan az alábbiakban ismertetjük.

A találmány kiviteli alakjai egy elasztomer készítményt foglalnak magukban, amely egy 4-7 szénatomos izomonoolefinből származó egységet tartalmazó le-
galább egy random kopolimert, legalább egy töltőanyagot és polibutén olajat
25 tartalmaz, amelynek szám szerinti átlagos móltömege nagyobb, mint 400 és
viszkozitása nagyobb, mint 35 cSt 100 °C-on. A kopolimert poli(izobutilén-
-ko-p-metilsztirol), halogénezett poli(izobutilén-ko-p-metilsztirol), halogéne-
zett csillag-elágazású butilkaucsuk, halogénezett butilkaucsuk és ezek elegyei
közül választjuk. A készítmény tartalmazhat egy termoplasztikus gyantát, egy
30 töltőanyagot és/vagy egy rétegesen szétváló agyagot is. Megfelelő termoplasz-
tikus gyanták közé tartoznak a poliolefinek, nylonok és egyéb polimerek. A

töltőanyagot kalcium-karbonát, agyag, csillámpala, szilícium-dioxid és szilikátok, talkum, titán-dioxid, keményítő és egyéb szerves töltőanyagok, például faliszt és korom, és ezek elegyei közül választjuk. A rétegesen szétváló agyagot rétegesen szétváló természetes vagy szintetikus montmorillonit, nontronit, beidellit, volkonskoit, laponit, hektorit, szaponit, szaukonit, magadit, kenyait, stevensit, vermikulit, halloysit, alumínium-oxidok, hidrotalcit és ezek elegyei közül választjuk. Ezek a készítmények légzáró célokra, például gumiabroncsok belső kiserőszöveteként alkalmazhatók.

A találmányt részletesen az alábbiakban ismertetjük.

10 A "phr" kifejezés jelentése rész per száz rész gumi, ez a szakterületen szokásosan alkalmazott mérték, ahol egy készítmény komponenseit egy fő elasztomer komponenshez viszonyítva adjuk meg, az elasztomer vagy elasztomerek 100 tömegrészére vonatkoztatva.

A leírásban a periódikus rendszer "csoportjai" a periódikus rendszer csoportjainak új számozási sémája szerint vannak megadva (lásd Hawley's Condensed Chemical Dictionary 852, 13. kiadás, 1997).

Az "elasztomer" kifejezés a leírásban az ASTM D1566 definíciójával megegyező polimereket vagy polimer kompozíciókat jelenti. Az "elasztomer" kifejezés a "kaucsuk" kifejezéssel egyenértékűen használható.

20 Elasztomer

A találmány szerinti készítmények legalább egy elasztomert tartalmaznak. A találmány egyik kiviteli alakjában az elasztomer egy izobutilén alapú homopolimer vagy kopolimer. Ezek a polimerek egy 4-7 szénatomos izomonoolefinből származó egység, például izobutilénből származó egység, és legalább egy egyéb polimerizálható egység random kopolimerjének nevezhetők. Az izobutilén alapú kopolimer adott esetben halogénezett lehet.

A találmány egyik kiviteli alakjában az izobutilén alapú elasztomer egy butil-típusú kaucsuk, vagy elágazó butil-típusú kaucsuk, különösen a fenti elasztomerek halogénezett változatai. Megfelelő elasztomerek a telítetlen butilkaucsukok, például az olefinek vagy izoolefinek és multiolefinek homopoli-

merjei és kopolimerjei, vagy a multiolefinnek homopolimerjei. Az elasztomerek fenti és egyéb típusai, amelyek a találmány értelmében alkalmazhatók, jól ismertek, lásd például Rubber Technology 209-581 (szerk. Maurice Morton, Chapman & Hall 1995), The Vanderbilt Rubber Handbook 105-122 (szerk. Robert F. Ohm, R. T. Vanderbilt Co., Inc., 1990) és Edward Kresge és H. C. Wang, Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 8, 934-955 (4. kiadás, John Wiley & Sons, Inc., 1993). A találmány szerinti eljárásban és készítményben alkalmazható telítetlen elasztomerekre példa - a korlátozás szándéka nélkül - a poli(izobutilén-ko-izoprén), poliizoprén, polibutadién, poliizobutilén, poli(sztírol-ko-butadién), természetes kaucsuk, csillag-elágazású butilkaucsuk, és ezek elegyei. A találmány értelmében alkalmazható elasztomerek szakember számára ismert bármely alkalmas módon előállíthatók, a találmányt nem korlátozza az elasztomer előállításának módszere.

A butilkaucsukokat úgy állítják elő, hogy a monomerek elegyét, amely legalább egy 4-12 szénatomos izoolefin monomer komponens, például izobutilént tartalmaz, (2) egy multiolefin monomer komponenssel reagáltatják. Az izoolefin mennyisége 70-99,5 tömeg%-át teszi ki a teljes monomerelegynek egyik kiviteli alakban, míg 85-99,5 tömeg%-át teszi ki egy másik kiviteli alakban. A multiolefin komponens a monomerelegyen 30-0,5 tömeg% mennyiségben van jelen az egyik kiviteli alakban, és 15-0,5 tömeg% mennyiségben egy másik kiviteli alakban. Egy további kiviteli alakban a monomer elegy 8-0,5 tömeg%-a multiolefin.

Az izoolefin egy 4-12 szénatomos vegyület lehet, amelyekre a korlátozás szándéka nélkül példa az izobutilén, izobutén, 2-metil-1-butén, 3-metil-1-butén, 2-metil-2-butén, 1-butén, 2-butén, metil-vinil-éter, indén, viniltrimetilszilán, hexén és 4-metil-1-pentén. A multiolefin egy 4-14 szénatomos multiolefin, például izoprén, butadién, 2,3-dimetil-1,3-butadién, mircén, 6,6-dimetilfulvén, hexadién, ciklopentadién, piperilén vagy egyéb monomer, amelyeket például az EP 0279456 és US 5506316 és 5162425 számú szabadalmi iratokban ismertetnek. Egyéb polimerizálható monomerek, például sztírol és diklórsztírol is alkalmasak a homopolimerizálásra vagy kopolimerizálásra butilkaucsukokban. A találmány szerinti butilkaucsuk polimer egyik kiviteli alakját

úgy állítjuk elő, hogy 95-99,5 tömeg% izobutilént 0,5-8 tömeg% izoprénnel reagáltatunk, vagy 0,5-5,0 tömeg% izoprénnel reagáltatunk egy másik kiviteli alakban. A butilkaucsukokat és ezek előállítási eljárásait részletesen például az US 2356128, 3968076, 4474924, 4068051 és 5532312 számú szabadalmi iratokban ismertetik.

Egy megfelelő butilkaucsuk szokványos példája az EXXONTM BUTYL néven kapható poli(izobutilén-ko-izoprén), amelynek Mooney viszkozitása $32 \pm 2 - 51 \pm 5$ (ML 1+8, 125 °C-on). Egy másik szokványos példa a megfelelő butil típusú kaucsukra a VISTANEXTM poliizobutilén-kaucsuk, amelynek viszkozitás szerinti átlagos móltömege $0,9 \pm 0,15 - 2,11 \pm 0,23 \times 10^6$.

A találmány értelmében alkalmazható butilkaucsuk további kiviteli alakja egy elágazó vagy csillag-elágazású butilkaucsuk. Ezek a kaucsukok például az EP 0678529 B1, US 5182333 és 5071913 számú szabadalmi iratokban kerültek ismertetésre. Egy másik kiviteli alakban a csillag-elágazású butilkaucsuk (SBB) egy adott esetben halogénezett butilkaucsuk és egy adott esetben halogénezett polidién vagy blokk-kopolimer keveréke. A találmányt nem korlátozza az SBB előállítási eljárása. A polidiének/blokk-kopolimerek, vagy elágaztatószer (továbbiakban polidiének) tipikusan kationosan reaktívak és vagy a butil- vagy halogénezett butilkaucsuk polimerizációja során vannak jelen, vagy az SBB kialakítása céljából a butilkaucsukval összekeverhetők. Az elágaztatószer vagy polidién bármely arra alkalmas elágaztatószer lehet, a találmány nem korlátozódik az SBB előállítására alkalmazott polidién típusára.

Egyik kiviteli alakban az SBB jellegzetesen a fent említett butilkaucsuk vagy halogénezett butilkaucsuk és egy polidién és egy részlegesen hidrogénezett polidién kopolimerjének keveréke, amelyet sztirol, polibutadién, poliizoprén, polipiperilén, természetes kaucsuk, sztirol-butadién kaucsuk, etilén-propilén-dién kaucsuk (EPDM), etilén-propilén kaucsuk (EPM), sztirol-butadién-sztirol és sztirol-izoprén-sztirol blokk-kopolimerek közül választunk. Ezek a polidiének a monomer tömeg%-ára vonatkoztatva nagyobb, mint 0,3 tömeg% mennyiségben vannak jelen egyik kiviteli alakban, és 0,3 - 3 tömeg%

mennyiségben egy másik kiviteli alakban, és 0,4 - 2,7 tömeg% mennyiségben egy további kiviteli alakban.

A találmány értelmében alkalmazható SBB egyik szokványos kiviteli alakja az SB Butyl 4266 (ExxonMobil Chemical Company, Houston TX), amelynek
5 Mooney viszkozitása 34 - 44 (ML 1+8, 125 °C-on, ASTM D 1646). Az SB Butyl 4266 vulkanizálási jellemzői továbbá az alábbiak: MH 69±6 dN·m, ML 11,5±4,5 dN·m (ASTM D2084).

A találmány értelmében alkalmazható izobutilén alapú kopolimerek egyik cél-
szerű kiviteli alakjában az izobutilén alapú kaucsuk halogénezett is lehet. A
10 halogénezett butilkaucsuk a fent ismertetett butilkaucsuk termék halogénezé-
sével van előállítva. A halogénezés bármely módszerrel végrehajtható, a ta-
lálmány nem korlátozódik a halogénezési eljárásra. A polimerek halogénezé-
sére, például a butil-polimerek halogénezésére alkalmas eljárások az US
2631984, 3099644, 4554326, 4681921, 4650831, 4384072, 4513116 és
15 5681901 számú szabadalmi iratokban kerültek ismertetésre. Egyik kiviteli
alakban a butilkaucsuk hexán hígítóanyagban van halogénezve 4-60 °C-on
bróm (Br₂) vagy klór (Cl₂) mint halogénezőszer alkalmazásával. A halogéne-
zett butilkaucsuk Mooney viszkozitása 20-70 (ML 1+8, 125 °C-on) egyik ki-
viteli alakban, és 25-55 egy másik kiviteli alakban. A halogéntartalom 0,1-10
20 tömeg% a halogénezett butilkaucsuk tömegére vonatkoztatva egyik kiviteli
alakban, és 0,5-5 tömeg% egy másik kiviteli alakban. Egy további kiviteli
alakban a halogénezett butilkaucsuk halogéntartalma 1-2,5 tömeg%.

A találmány értelmében alkalmazható halogénezett butilkaucsuk egyik keres-
kedelmi forgalomban lévő formája a Bromobutyl 2222 (ExxonMobil Chemical
25 Company). Ennek Mooney viszkozitása 27-37 (ML 1+8, 125 °C-on, módosított
ASTM 1646), és brómtartalma 1,8-2,2 tömeg% a Bromobutyl 2222 tömegére
vonatkoztatva. Ezekívül, a Bromobutyl 2222 vulkanizálási jellemzői az aláb-
biak: MH 28-40 dN·m, ML 7-18 dN·m (ASTM D2084). A halogénezett
butilkaucsuk egy másik kereskedelmi formája a Bromobutyl 2255
30 (ExxonMobil Chemical Company). Ennek Mooney viszkozitása 41-51 (ML
1+8, 125 °C-on, ASTM D1646) és brómtartalma 1,8-2,2 tömeg%. A

Bromobutyl 2255 vulkanizálási jellemzői az alábbiak: MH 34-48 dN·m, ML 11-21 dN·m (ASTM D2084).

A találmány értelmében alkalmazható brómozott kaucsuk komponens másik kiviteli alakja egy elágazó vagy csillag-elágazású halogénezett butilkaucsuk.

- 5 Egyik kiviteli alakban a halogénezett csillag-elágazású butilkaucsuk (HSSB) egy butilkaucsuk (halogénezett vagy nem-halogénezett) és polidién vagy blokk-kopolimer (halogénezett vagy nem-halogénezett) keveréke. A halogénezési eljárást részletesen az US 4074035, 5071913, 5286804, 5182333 és 6228978 számú szabadalmi iratokban ismertetik. A találmányt nem korlátozza
- 10 a HSSB előállítási eljárása. A polidiének/blokk-kopolimerek vagy elágaztató szerek (továbbiakban polidiének) tipikusan kationosan reaktívak, és vagy a butilkaucsuk vagy halogénezett butilkaucsuk polimerizálása során vannak jelen, vagy a butilkaucsukhoz vagy halogénezett butilkaucsukhoz keverhetők a HSSB kialakítására. Az elágaztató szer vagy polidién bármely megfelelő el-
- 15 ágaztató szer lehet, a találmányt nem korlátozza a HSSB előállítására alkalmazott polidién típusa.

- Egyik kiviteli alakban az HSSB jellegzetesen a fent említett butilkaucsuk vagy halogénezett butilkaucsuk és egy polidién és egy részlegesen hidrogénezett polidién kopolimerjének keveréke, amelyet sztirol, polibutadién, poliizoprén,
- 20 polipiperilén, természetes kaucsuk, sztirol-butadién kaucsuk, etilén-propilén-dién kaucsuk, etilén-propilén kaucsuk, sztirol-butadién-sztirol és sztirol-izoprén-sztirol blokk-kopolimerek közül választunk. Ezek a polidiének a monomer tömeg%-ára vonatkoztatva nagyobb, mint 0,3 tömeg% mennyiségben vannak jelen egyik kiviteli alakban, és 0,3 - 3 tömeg% mennyiségben egy
- 25 másik kiviteli alakban, továbbá 0,4 - 2,7 tömeg% mennyiségben egy újabb kiviteli alakban.

- A találmány értelmében alkalmazható HSSB egyik kereskedelmi formája a Bromobutyl 6222 (ExxonMobil Chemical Company), amelynek Mooney viszkozitása (ML 1+8, 125 °C-on, ASTM D1646) 27-37, és brómtartalma 2,2-2,6
- 30 tömeg% a HSSB-re vonatkoztatva. A Bromobutyl 6222 vulkanizálási jellemzője az alábbiak: MH 24-38 dN·m, ML 6-16 dN·m (ASTM D2084).

Az izoolefin kopolimer tartalmazhat egyéb monomerből származó egységeket is. A kopolimerben lévő izoolefin egy 4-12 szénatomos vegyület lehet, amelyekre a korlátozás szándéka nélkül példa az izobutilén, izobutén, 2-metil-1-butén, 3-metil-1-butén, 2-metil-2-butén, 1-butén, 2-butén, metil-vinil-éter, indén, viniltrimetilszilán, hexén és 4-metil-1-pentén. A kopolimer tartalmazhat továbbá multiolefinből származó egységeket is. A multiolefin egy 4-14 szénatomos multiolefin, például izoprén, butadién, 2,3-dimetil-1,3-butadién, mircén, 6,6-dimetilfulvén, hexadién, ciklopentadién, piperilén vagy egyéb monomer, amelyeket például az EP 0279456 és US 5506316 és 5162425 számú szabadalmi iratokban ismertetnek. A kopolimerben lévő előnyös, sztirollos monomerből származó egységek közé tartoznak a sztirol, metilsztirol, klórsztirol, metoxisztirol, indén és indénszármazékok és ezek kombinációi.

A találmány egy másik megvalósítása szerint az interpolimer egy etilénből származó egység vagy egy 3-6 szénatomos α -olefinből származó egység, és egy halogénmetilsztirolból származó egység, előnyösen legalább 80 tömeg%, még előnyösebben legalább 90 tömeg% para-izomert tartalmazó p-halogén-

metilsztirolból származó egység random elasztomer kopolimerje, és ide tartoznak a funkcionális interpolimerek is, ahol a sztírol monomer egységben lévő alkil szubsztituens csoportok legalább egy része benziles halogénatomot vagy egyéb funkciós csoportot tartalmaz.

- 5 Az előnyös izoolefin kopolimerek úgy jellemezhetők, mint interpolimerek, amelyek az (1) és (2) általános képletű monomer egységeket tartalmazzák véletlenszerű elhelyezkedésben a polimer lánc mentén, ahol

R és R¹ jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, rövid szénláncú alkilcsoport, előnyösen 1-7 szénatomos alkilcsoport, vagy primer vagy szekunder
10 alkil-halogenid, és X jelentése funkciós csoport, például halogénatom.

Megfelelő halogénatomok a klór-, brómatom, vagy ezek kombinációi. Előnyösen R és R¹ jelentése is hidrogénatom. A -CRR₁H és -CRR₁X csoportok a sztírolgyűrűben orto-, meta- vagy para-helyzetben, előnyösen para-helyzetben lehetnek. Az interpolimer szerkezetben jelen lévő p-szubsztituált sztírolnak
15 legfeljebb 60 mól%-a lehet (2) általános képletű funkcionális szerkezet az egyik megvalósítás szerint, míg egy másik megvalósítás szerint ez 0,1 - 5 mól%. Egy további megvalósítás szerint a (2) általános képletű funkcionális szerkezet mennyisége 0,4 - 1 mól%.

Az X funkciós csoport lehet halogénatom vagy egyéb funkciós csoport, amely
20 a benziles halogénatom nukleofil szubsztitúciójával bevezethető, ilyenek például a karbonsavak, karbonsavak, karbonsav-észterek, amidok és imidek, hidroxilcsoport, alkoxid, fenoxid, tiolát, tioéter, xantát, cianid, cianát, aminocsoport és ezek elegyei. A fenti funkcionális izomonoolefin kopolimereket, ezek előállításának eljárását, a funkcionálizálási módszereket, és a térhálósítást közelebbről az US 5162445 számú szabadalmi irat ismerteti.
25

A leghasznosabb ilyen funkcionális anyagok az izobutilén és p-metilsztirol elasztomer random interpolimerjei, amelyek 0,5 - 20 mól% p-metilsztirolt tartalmaznak, ahol a benzilgyűrűn lévő metilcsoport szubsztituensek legfeljebb 60 mól%-a tartalmaz bróm- vagy klóratomot, előnyösen brómatomot (p-brómmetilsztirol), valamint ezek sav vagy észter funkcionális változatait,
30 ahol a halogénatom maleinsav-anhidrid vagy akrilsav vagy metakrilsav funk-

cionalitással van helyettesítve. Ezeket az interpolimereket "halogénezett poli(izobutilén-ko-p-metilsztirol)"-nak vagy "brómozott poli(izobutilén-ko-p-metilsztirol)"-nak nevezzük, és ezek kereskedelmi forgalomból EXXPRO™ elasztomerek (ExxonMobil Chemical Company, Houston, TX) néven beszerezhetők. Magától értetődően a "halogénezett" vagy a "brómozott" kifejezések alkalmazása nem korlátozódik a kopolimer halogénezési eljárására, csupán a kopolimer leírására szolgál, amely izobutilénből származó egységeket, p-metilsztirolból származó egységeket és p-halogénmetilsztirolból származó egységeket tartalmaz.

- 10 Ezek a funkcionizált polimerek előnyösen lényegében homogén összetételi eloszlást mutatnak úgy, hogy a polimer legalább 95 tömeg%-ának p-alkilsztirol-tartalma a polimer átlagos p-alkilsztirol-tartalmának 10%-án belül van. Még előnyösebben a polimerekre egy keskeny móltömeg-eloszlás is jellemző, Mw/Mn kisebb, mint 5, még előnyösebben kisebb, mint 2,5; az előnyös visz-
- 15 kozítás szerinti átlagos móltömeg 200000 és 2000000 között van; és az előnyös szám szerinti átlagos móltömeg 25000 és 750000 között van gélpermeációs kromatográfiás meghatározás szerint.

A kopolimereket a monomerelegy szuszpenziós polimerizálásával állíthatjuk elő Lewis-sav katalizátor alkalmazásával, majd halogénezéssel, előnyösen brómozással, oldatban, a halogén és egy gyökiniciátor, például hő- és/vagy fény és/vagy kémiai iniciátor jelenlétében, és adott esetben a bróm különféle funkcionálisan származtatott egységgel történő elektrofil szubsztitúciójával.

Az előnyös halogénezett poli(izobutilén-ko-p-metilsztirol) brómozott polimer, amely általában 0,1 - 5 tömeg% brómetilcsoportot tartalmaz. Egy másik megvalósítás szerint a brómmetilcsoportok mennyisége 0,2 - 2,5 tömeg%. Más-

25 képpen kifejezve az előnyös kopolimerek 0,05 - 2,5 mól% brómot tartalmaznak a polimer tömegére vonatkoztatva, még előnyösebben 0,1 - 1,25 mól% brómot tartalmaznak, és lényegében a gyűrűben vagy a polimerváz láncában nem tartalmaznak halogén szubsztitúciót. A találmány egyik megvalósítása

30 szerint az interpolimer 4-7 szénatomos izomonoolefinből származó egységek, p-metilsztirolból származó egységek és p-halogénmetilsztirolból származó

egységek kopolimerje, ahol a p-halogénmetilsztirol egységek 0,4 - 1 mól% mennyiségben vannak jelen az interpolimerben az interpolimer tömegére vonatkoztatva. Egy másik megvalósítás szerint a p-halogénmetilsztirol a p-brómmetilsztirol. A Mooney viszkozitás (1+8, 125 °C, ASTM D1646, módosított) 30 és 60 MU között van.

A találmány szerinti készítményben jelen lévő elasztomer komponens egy, kettő vagy több különböző elasztomer különféle mennyiségeit tartalmazhatja. Például a találmány szerinti készítmények kiviteli alakjai 5-100 phr halogénezett butilkaucsukot, 5-95 phr csillag-elágazú butilkaucsukot, 5-95 phr halogénezett csillag-elágazású butilkaucsukot vagy 5-95 phr halogénezett poli(izobutilén-ko-p-metilsztirol)-t tartalmazhatnak. Egy másik kiviteli alakban a készítmények 40-100 phr halogénezett poli(izobutilén-ko-p-metilsztirol)-t és/vagy 40-100 phr halogénezett csillag-elágazású butilkaucsukot (HSSB) tartalmazhatnak. A találmány szerinti elasztomer készítmények egyéb elasztomereket, ún. szekunder elasztomer komponenseket is tartalmazhatnak.

Szekunder elasztomer komponens

A találmány szerinti készítményekben adott esetben egy szekunder elasztomer komponens lehet jelen. Az ilyen kaucsukok közé tartoznak - a korlátozás szándéka nélkül - a természetes kaucsukok, a poliizoprén kaucsuk, a sztírol-butadién kaucsuk (SBR), a polibutadién kaucsuk, az izoprén-butadién kaucsuk (IBR), a sztírol-izoprén-butadién kaucsuk (SIBR), az etilén-propilén kaucsuk, az etilén-propilén-dién kaucsuk (EPDM), a poliszulfid, a nitrilkaucsuk, a propilén-oxid polimerek, a csillag-elágazású butilkaucsuk és a halogénezett csillag-elágazású butilkaucsuk, a brómozott butilkaucsuk, a klórozott butilkaucsuk, a csillag-elágazású poliizobutilén kaucsuk, a csillag-elágazú brómozott butilkaucsuk (poliizobutilén/izoprén kopolimer), az izobutilén/metilsztirol kopolimerek, például izobutilén/meta-brómmetilsztirol, izobutilén/brómmetilsztirol, izobutilén/klórmetsztirol, halogénezett izobutilén-ciklopentadién és izobutilén/klórmetsztirol, és ezek elegyei.

Egy szekunder kaucsuk komponens is jelen lehet a találmány szerinti légzárokban és készítményekben. A szekunder kaucsuk komponens egyik kiviteli

alakja a természetes kaucsuk. A természetes kaucsukokat részletesen Subramaniam ismerteti [Rubber Technology, 179-208 (1995)]. A találmány értelmében alkalmazható természetes kaucsukok célszerű kiviteli alakjait a maláj kaucsuk, például SMR CV, SMR 5, SMR 10, SMR 20 és SMR 50 és ezek elegyei közül választjuk, ahol a természetes kaucsuk Mooney viszkozitása 100 °C-on (ML 1+4) 30-120, előnyösebben 40-65. A fentiekben említett Mooney viszkozitási vizsgálat az ASTM D1646 szerinti.

A találmány értelmében alkalmazható szintetikus szekunder kaucsukok kereskedelmi forgalomban lévő formái például a NATSYNTM (Goodyear Chemical Company) és a BUDENETM 1207 vagy BR 1207 (Goodyear Chemical Company). Egy alkalmas kaucsuk a magas cisz-polibutadién (cisz-BR). A "cisz-polibutadién" vagy "magas cisz-polibutadién" azt jelenti, hogy olyan 1,4-cisz-polibutadiént alkalmazunk, amelyben a cisz-komponens mennyisége legalább 95%. A készítményben alkalmazható magas cisz-polibutadién kereskedelmi forgalomban például BUDENETM 1207 néven van. Megfelelő etilén-propilén kaucsuk a VISTALONTM néven forgalmazott termék (Exxon-Mobil Chemical Company).

A találmány egyik kiviteli alakjában egy ún. félig-kristályos kopolimer (SCC) van jelen szekunder kaucsukként. A félig-kristályos kopolimereket az U.S.S.N. 09/569363 számon 2000. május 11-én bejelentett szabadalmi leírás ismerteti. Általánosságban az SCC etilénből vagy propilénből származó egységek és α -olefinből származó egységek kopolimerje, ahol az α -olefin 4-16 szénatomot tartalmaz egyik kiviteli alakban, míg egy másik kiviteli alakban az SCC etilénből származó egységek és α -olefinből származó egységek kopolimerje, ahol az α -olefin 4-10 szénatomot tartalmaz, és ahol az SCC bizonyos mértékig kristályos. Egy további kiviteli alakban az SCC 1-buténből származó egységek és egy eltérő α -olefinből származó egységek kopolimerje, az eltérő α -olefin 5-16 szénatomot tartalmaz, és az SCC bizonyos mértékig kristályos. Az SCC lehet etilén és sztirol kopolimerje is.

Az elasztomer készítmény szekunder kaucsuk komponense legfeljebb 50 phr mennyiségben lehet jelen egyik kiviteli alakban, legfeljebb 40 phr mennyiség-

ben lehet jelen egy másik kiviteli alakban, és legfeljebb 30 phr mennyiségben lehet jelen egy további kiviteli alakban.

Termoplasztikus gyanta

5 A találmány szerinti készítmények adott esetben egy termoplasztikus gyantát is tartalmazhatnak. A találmány értelmében alkalmazható termoplasztikus gyantákat használhatjuk külön-külön vagy kombinációban, ezek olyan gyanták, amelyek nitrogén-, oxigén-, halogén-, kén- és egyéb atomokat tartalmaznak, amelyek aromás funkciós csoportokkal, például halogénatommal vagy savas csoportokkal képesek kölcsönhatásba lépni. A nanokompozitban lévő
10 gyanták a nanokompozit 30-90 tömeg%-át tehetik ki egyik kiviteli alakban, 40-80 tömeg%-át egy másik kiviteli alakban, és 50-70 tömeg%-át egy további kiviteli alakban. Egy további kiviteli alakban a gyanta több, mint 40 tömeg% mennyiségben van jelen a nanokompozitban, míg egy másik kiviteli alakban ez a mennyiség több, mint 60 tömeg%.

15 A megfelelő termoplasztikus gyanták közé tartoznak a poliamidok, poliimidek, polikarbonátok, poliészterek, poliszulfonok, polilaktonok, poli-acetálok, akril-nitril-butadién-sztirol gyanták (ABS), poli(fenilén-oxid) (PPO), poli(fenilén-szulfid) (PPS), polisztirol, sztirol-akril-nitril gyanták (SAN), sztirol-maleinsavanhidrid gyanták (SMA), aromás poliketonok
20 (PEEK, PED és PEKK) és ezek elegyei.

A megfelelő termoplasztikus poliamidok (nylonok) közé tartoznak a kristályos vagy gyantás, nagy móltömegű, szilárd polimerek, beleértve a polimerláncban ismétlődő amid egységekkel rendelkező kopolimereket és terpolimereket. A poliamidok egy vagy több epszilon-laktám, például kaprolaktám, pirrolidinon,
25 laurillaktám és aminoundekán-laktám vagy aminosav polimerizálásával, vagy kétbázisú savak és diaminok kondenzálásával állíthatók elő. Mind a szálképző, mind a prés minőségű nylonok megfelelnek. A fenti poliamidokra példa a polikaprolaktám (nylon-6), polilaurillaktám (nylon-12), polihexametiléndipamid (nylon-6,6), polihexametilénazelamid (nylon-6,9), polihexametilénszebacamid (nylon-6,10), polihexametilénizoftálamid (nylon-6,IP) és a 11-amino-
30 undekánsav kondenzációs terméke (nylon-11). A megfelelő poliamidok tovább-

bi példái (különösen azok, amelyek lágyuláspontja 275 °C alatti) az alábbi irodalmi helyeken találhatók: Encyclopedia of Chemical Technology 16, 1-105 (John Wiley & Sons, 1968), Concise Encyclopedia of Polymer Science and Technology 10, 392-414 (John Wiley & Sons, 1969). A találmány kivitelezésében kereskedelmi forgalomból beszerezhető termoplasztikus poliamidok alkalmazhatók célszerűen, előnyösek a lineáris kristályos poliamidok, amelyek lágyuláspontja vagy olvadáspontja 160 °C és 260 °C között van.

A találmány értelmében alkalmazható, megfelelő termoplasztikus poliészterek közé tartoznak az egy vagy több alifás vagy aromás polikarbonsav-észter vagy -anhidrid és egy vagy több diol polimer reakciótermékei. A megfelelő poliészterekre példa a poli(transz-1,4-ciklohexilén), poli(2-6 szénatomos alkán-biszkarboxilát)-ok, például poli(transz-1,4-ciklohexilén-szukcinát) és poli(transz-1,4-ciklohexilén-adipát); poli(cisz- vagy transz-1,4-ciklohexándimetilén-alkándikarboxilát)-ok, például poli[cisz-1,4-ciklohexán-dimetilén)-oxalát] és poli[cisz-1,4-ciklohexán-dimetilén)-szukcinát], a poli(2-4 szénatomos alkilén-tereftalát)-ok, például poli(etilén-tereftalát) és poli(tetrametilén-tereftalát), a poli(2-4 szénatomos alkilén-izoftalát)-ok, például poli(etilén-izoftalát) és poli(tetrametilén-izoftalát), és hasonló anyagok. Az előnyös poliészterek aromás dikarbonsavakból, például naftalin- vagy oftalminsavból és 2-4 szénatomos diolokból származnak, ilyenek például a poli(etilén-tereftalát) és a poli(butilén-tereftalát). Az előnyös poliészterek olvadáspontja 160 °C és 260 °C között van.

A találmány értelmében alkalmazható poli(fenilén-éter) (PPE) termoplasztikus gyanták jól ismert, kereskedelmi forgalomban lévő termékek, amelyeket alkil-szubsztituált fenolok oxidatív kapcsolásos polimerizálásával állítanak elő. Ezek általában lineáris, amorf polimerek, amelyeknek üvegesedési hőmérséklete 190 °C és 235 °C között van. Ezek a polimerek, előállítási eljárásuk, és polisztirollal alkotott keverékeik közelebbről az US 3383435 számú szabadalmi iratban találhatók.

Az alkalmazható termoplasztikus gyanták közé tartoznak továbbá a fent ismertetett poliészterek polikarbonát analógjai, például a szegmentált poli(éterko-ftalát)-ok, a polikaprolakton polimerek, a sztírolgyanták, például a sztírol legfeljebb 50 mól% akril-nitrillel alkotott kopolimerjei (SAN), és a sztírol, akril-nitril és butadién gyantás kopolimerjei (ABS); a szulfon polimerek, például a poli(fenil-szulfon); az etilén és 2-8 szénatomos α -olefinek kopolimerjei és homopolimerjei, egyik kiviteli alakban propilénből származó egységek homopolimerje, másik kiviteli alakban etilénből származó egységek és propilénből származó egységek random kopolimerje vagy blokk-kopolimerje, és hasonló termoplasztikus gyanták, amelyek szakember számára ismertek.

Polibutén feldolgozási olaj

A találmány szerinti készítményben polibutén feldolgozási olaj van jelen. A találmány egyik kiviteli alakjában a polibutén feldolgozási olaj egy kis móltömegű (kisebb, mint 15000 Mn) homopolimer vagy kopolimer, amely 3-8 szénatomot tartalmazó olefinből származó egységeket tartalmaz az egyik kiviteli alakban, és előnyösen 4-6 szénatomos olefinből származó egységeket tartalmaz a másik kiviteli alakban. Egy további kiviteli alakban a polibutén egy C₄ raffinátum homopolimerje vagy kopolimerje. A "polibutén" polimernek nevezett ilyen kis móltömegű polimerek például az alábbi irodalmi helyről ismertek: Synthetic Lubricants and High-Performance Functional Fluids 357-392 [szerk. Leslie R. Rudnick & Ronald L. Shubkin, Marcel Dekker (1999)], ezeket a továbbiakban "polibutén feldolgozási olaj"-nak vagy "polibutén"-nek nevezzük.

A találmány egyik kiviteli alakjában a polibutén feldolgozási olaj egy legalább izobutilénből származó egységeket, 1-buténből származó egységeket és 2-buténből származó egységeket tartalmazó kopolimer. Egyik kiviteli alakban a polibutén a fenti három egység homopolimerje, kopolimerje vagy terpolimerje, ahol az izobutilénből származó egységek a kopolimer 40-100 tömeg%-át teszik ki, az 1-buténből származó egységek a kopolimer 0-40 tömeg%-át teszik ki, és a 2-buténből származó egységek a kopolimer 0-40 tömeg%-át teszik ki. Egy másik kiviteli alakban a polibutén a három egység

kopolimerje vagy terpolimerje, ahol az izobutilénből származó egységek a kopolimer 40-99 tömeg%-át, az 1-buténből származó egységek a kopolimer 2-40 tömeg%-át és a 2-buténből származó egységek a kopolimer 0-30 tömeg%-át teszik ki. Egy további kiviteli alakban a polibutén a három egység terpolimerje, ahol az izobutilénből származó egységek a kopolimer 40-96 tömeg%-át, az 1-buténből származó egységek a kopolimer 2-40 tömeg%-át és a 2-buténből származó egységek a kopolimer 2-20 tömeg%-át teszik ki. Egy további kiviteli alakban a polibutén az izobutilén és az 1-butén homopolimerje vagy kopolimerje, ahol az izobutilénből származó egységek a homopolimer vagy kopolimer 65-100 tömeg%-át, és az 1-buténből származó egységek a kopolimer 0-35 tömeg%-át teszik ki.

A találmány értelmében alkalmazható polibutén feldolgozási olajok szám szerinti átlagos móltömege (M_n) kisebb, mint 10000 egyik kiviteli alakban, kisebb, mint 8000 egy másik kiviteli alakban, és kisebb, mint 6000 egy további kiviteli alakban. Egyik kiviteli alakban a polibutén olaj szám szerinti átlagos móltömege nagyobb, mint 400, egy másik kiviteli alakban nagyobb, mint 700, és egy további kiviteli alakban nagyobb, mint 900. Előnyös kiviteli alak lehet bármely alsó határ bármely felső határral alkotott kombinációja. Például a találmány szerinti polibutén egyik kiviteli alakjában a polibutén szám szerinti átlagos móltömege 400-10000, egy másik kiviteli alakban 700-8000. A polibutén feldolgozási olaj alkalmas viszkozitása 10-6000 cSt (centiStokes) 100 °C-on egyik kiviteli alakban, 35-5000 cSt egy másik kiviteli alakban, és nagyobb mint 35 cSt 100 °C-on egy további kiviteli alakban, vagy nagyobb, mint 100 cSt 100 °C-on egy újabb kiviteli alakban.

A kereskedelmi forgalomban lévő feldolgozási olajok közé tartoznak a PARAPOLTM sorozatba tartozó feldolgozási olajok (ExxonMobil Chemical Company, Houston TX), például a PARAPOLTM 450, 700, 950, 1300, 2400 és 2500. A kereskedelmi forgalomban lévő PARAPOLTM sorozatba tartozó polibutén feldolgozási olajok szintetikus, folyékony polibutének, az egyes készítmények meghatározott móltömeggel rendelkeznek, és az összes készítmény alkalmazható a találmány szerinti készítményben. A PARAPOLTM olajok szám szerinti átlagos móltömege (M_n) 420 (PARAPOLTM 450) és 2700

(PARAPOL™ 2500) között változhat, gél-sűrűségi kromatográfiás meghatározás szerint. A PARAPOL™ olajok MWD értéke 1,8-3 lehet egyik kiviteli alakban, és 2-2,8 egy másik kiviteli alakban.

A találmány értelmében alkalmazható PARAPOL™ olajok néhány tulajdonságát az 1. táblázatban foglaljuk össze, a viszkozitás az ASTM D445-97 szabvány szerint és a móltömeg gél-sűrűségi kromatográfiával van meghatározva.

1. táblázat

PARAPOL™ olajok tulajdonságai

Típus	Mn	Viszkozitás 100 °C-on (cSt)
450	420	10,6
700	700	78
950	950	230
1300	1300	630
2400	2350	3200
2500	2700	4400

A PARAPOL™ feldolgozási olajok további tulajdonságai a következők: a PARAPOL™ feldolgozási olajok sűrűsége (g/ml) körülbelül 0,85 (PARAPOL™ 450) és 0,91 (PARAPOL™ 2500) között változik. A PARAPOL™ olajok brómszáma (CG/G) 40 (Mn 450 feldolgozási olaj) és 8 (Mn 2700 feldolgozási olaj) között változhat.

A találmány szerinti elasztomer készítmény egy polibutént vagy több típusú polibutén elegyét tartalmazhatja, vagy az elasztomer hozzáadása előtt, vagy az elasztomerrel együtt bekeverve. Ily módon a polibutén feldolgozási olaj elegy mennyisége és jellemzői (például viszkozitás, Mn, stb.) változtatható. Tehát PARAPOL™ 450 alkalmazható, ha a találmány szerinti készítményben



alacsony viszkozitás szükséges, míg PARAPOL™ 2500 alkalmazható akkor, ha magasabb viszkozításra van szükség, vagy ezek kombinációi alkalmazhatók egyéb viszkozitási vagy móltömeg értékek biztosítására. Ily módon a készítmény fizikai tulajdonságai szabályozhatók. Még közelebbről a "polibutén feldolgozási olaj" vagy "polibutén olaj" lehet egyetlen olaj, vagy két vagy több olaj kombinációja, amellyel a kívánt viszkozitást vagy móltömeget, vagy egyéb tulajdonságokat kapjuk a leírásban megadott tartományokon belül.

A polibutén feldolgozási olaj (vagy olajok) a találmány szerinti elasztomer készítményben 1-60 phr mennyiségben van(nak) jelen egyik kiviteli alakban, 2-40 phr mennyiségben egy másik kiviteli alakban, 4-35 phr mennyiségben egy további kiviteli alakban és 5-30 phr mennyiségben egy újabb kiviteli alakban. A polibutén feldolgozási olaj előnyösen nem tartalmaz aromás csoportokat vagy telítetlenséget.

Töltőanyag és agyag

A találmány szerinti elasztomer készítmény egy vagy több töltőanyag komponst tartalmazhat, például kalcium-karbonátot, agyagot, csillámpalát, szilícium-dioxidot és szilikátokat, talkumot, titán-dioxidot, keményítőt és egyéb szerves töltőanyagokat, például falisztet és kormot. Egyik kiviteli alakban a töltőanyag korom vagy módosított korom. Előnyös töltőanyag a félig erősítő minőségű korom, amely 10-150 phr mennyiségben, még előnyösebben 30-120 phr mennyiségben van jelen a készítményben. A korom megfelelő típusa [Rubber Technology 59-85 (1995)] N110 és N990 között változhat. Még előnyösebben a például gumiabroncs futófelületben alkalmazható korom az N229, N351, N339, N220, N234 és N110 (ASTM D3037, D1510 és D3765 szerint).

A gumiabroncsok oldalrészében alkalmazható kormok például az N330, N351, N550, N650, N660 és N762. A gumiabroncsok kísérszövetében vagy légtömlőjében alkalmazható kormok például az N550, N650, N660, N762, N990 és a Regal 85 (Cabot Corporation Alpharetta, GA) és a hasonló.

A találmány szerinti készítményben lehet rétegesen szétváló agyag is. Ezek az agyagok, amelyeket nanoagyagoknak is neveznek, és ezek azonosítása, előállításai és polimerekkel való keverése például a JP 2000109635,



2000109605, 11310643; DE 19726278; WO 98/53000; US 5091462, 4431755, 4472538 és 5910523 számú szabadalmi iratokban található. A találmány céljára alkalmazható duzzadóképes rétegezett agyagok közé tartoznak a természetes és szintetikus filloszilikátok, különösen a szmektikus agyagok, például montmorillonit, nontronit, beidellit, volkonskoit, laponit, hektorit, szaponit, 5 szaukonit, magadit, kenyait, stevenzit és hasonló, valamint a vermikulit, halloyzit, alumínium-oxidok, hidrotalcit és egyéb. Ezek a rétegezett agyagok általában szilikátlemezek sokaságát tartalmazó részecskékből állnak, amelyek vastagsága 4-20 Å egyik kiviteli alakban, 8-12 Å egy másik kiviteli 10 alakban, amelyeket a felületek közötti rétegben jelen lévő kicserélhető kationok, például Na^+ , Ca^{+2} , K^+ és Mg^{+2} köti össze.

A rétegezett agyag interkalálható és rétegesen szétválasztható olyan szerves molekulákkal (duzzasztószerekkel) történő kezeléssel, amelyek képesek a rétegezett szilikát belső rétegfelületein jelen lévő kationokkal ioncsere reakcióba 15 lépni. Megfelelő duzzasztószerek például a kationos felületaktív szerek, így például az alifás, aromás vagy arilalifás aminok, foszfinok és szulfidok ammónium, alkilamino vagy alkilammónium (primer, szekunder, terciér vagy kvaterner) foszfónium vagy szulfónium származékai. Megfelelő aminvegyületek (vagy megfelelő ammóniumion) azok, amelyek $\text{R}_1\text{R}_2\text{R}_3\text{N}$ általános képlettel rendelkeznek, ahol R_1 , R_2 és R_3 jelentése 1-20 szénatomo alkilcsoport 20 vagy alkenilcsoport, amelyek azonosak vagy eltérőek lehetnek. Egyik kiviteli alakban a rétegszétválasztó szer egy ún. hosszú láncú terciér amin, ahol legalább R_1 jelentése 14-20 szénatomos alkil- vagy alkenilcsoport.

A duzzasztószerek másik csoportját azok képezik, amelyek kovalensen képesek 25 kötődni a közbenső rétegek felületéhez. Ezek közé tartoznak az $\text{Si}(\text{R}')_2\text{R}^2$ általános képletű polyszilánok, ahol R' jelentése minden egyes esetben azonos vagy eltérő lehet, és jelentése alkil-, alkoxi- vagy oxiszilán, és R^2 jelentése szerves csoport, amely kompatibilis a kompozit mátrix polimerjével.

A duzzasztószerek további csoportját képezik a protonált aminosavak és ezek 30 sói, amelyek 2-30 szénatomot tartalmaznak, ilyen például a 12-aminododekán-sav, az epszilon-kaprolaktám és hasonló anyagok. Alkalmas duzzasztószerek



és az interkaláló rétegezett szilikátok előállítására alkalmas eljárások az US 4472538, 4810734, 4889885, valamint a WO 92/02582 számú szabadalmi iratokban találhatók.

A találmány egyik előnyös kiviteli alakjában a rétegszétválasztó adalék egy halogénezett polimerrel van kombinálva. Egyik kiviteli alakban az adalékanyag lehet például bármely primer, szekunder vagy tercier amin vagy foszfin; alkil- és aril-szulfidok és -tiolok; és ezek polifunkciós változatai. Előnyös adalékanyagok például a hosszú szénláncú tercier aminok, mint például az N,N-dimetil-oktadecil-amin, N,N-dioktadecil-metil-amin, az ún. hidrogénezett faggyúalkil-metil-amin és hasonló, az amin végződést tartalmazó politetrahidrofurán; a hosszú szénláncú tiol- és tioszulfátvegyületek, például hexametilén-nátrium-tioszulfát. A találmány egy másik kiviteli alakjában a javított interpolimer áthatolhatatlanságot polifunkciós vulkanizálószer, például hexametilén-bisz(nátrium-tioszulfát) és hexametilén-bisz(fahéjaldehid) jelenlétével érjük el.

A találmány szerinti nanokompozitokba bevitt agyag vagy rétegesen szétválasztott agyag mennyisége elegendő a nanokompozit mechanikai tulajdonságainak vagy zárótulajdonságainak javításához, például a szakítószilárdság vagy levegő/oxigén áteresztőképesség javításához. Ez a mennyiség általában 0,5-15 tömeg% az egyik kiviteli alakban, 1-10 tömeg% egy másik kiviteli alakban, és 1-5 tömeg% egy további kiviteli alakban a nanokompozit polimer tartalmára vonatkoztatva. Az agyag vagy rétegszétválasztott agyag mennyisége rész/100 rész kaucsuk mennyiségben kifejezve 1-30 phr az egyik kiviteli alakban, 3-20 phr egy másik kiviteli alakban. Egy további kiviteli alakban a rétegesen szétválasztott agyag egy alkil-aminnal szétválasztott agyag.

Vulkanizálószer és akcelerátorok

A találmány szerinti készítmények tipikusan tartalmaznak gumikeverékekben szokásosan alkalmazott egyéb komponenseket és adalékanyagokat is, például pigmenteket, akcelerátorokat, térhálósítószerket és vulkanizáló anyagokat, antioxidánsokat, antiozonánsokat és töltőanyagokat. Egyik kiviteli alakban a feldolgozási adalékanyagok (gyanták) például nafténes, aromás vagy paraffi-



nos extender olajak 1-30 phr mennyiségben lehetnek jelen. Egy másik kiviteli alakban a nafténes, alifás, paraffinos vagy egyéb aromás gyanták és olajok lényegében hiányoznak a készítményből. A "lényegében hiányzik" alatt azt értjük, hogy a nafténes, alifás, paraffinos vagy egyéb aromás gyanták mennyisége a készítményben - ha egyáltalán jelen vannak - nem több, mint 2 phr a készítményre vonatkoztatva.

A polimer készítmények, például a gumiabroncsok előállítására alkalmazott készítmények általában térhálósítottak. Ismert, hogy a vulkanizált kaucsukkeverékek fizikai tulajdonságai, viselkedési jellemzői és tartóssága közvetlen kapcsolatban vannak a vulkanizálási reakció során kialakul keresztkötések számával (térhálósűrűség) és típusával [lásd például Helt és munkatársai, The Post Vulcanization Stabilization for NR, Rubber World 18-23 (1991)]. A térhálósító- és vulkanizálószer közé tartoznak a kén, cink-oxid és zsírsavak. Alkalmazhatók peroxid vulkanizálórendszerek is. Általában a polimer készítmények vulkanizáló molekulák, például kén, fém-oxidok (például cink-oxid), szerves fémvegyületek, gyökinitiatorok, stb. hozzáadásával, majd melegítéssel térhálósíthatók. A találmány értelmében alkalmazhatók közelebbről az alábbi ismert vulkanizálószer: ZnO, CaO, MgO, Al_2O_3 , CrO_3 , FeO, Fe_2O_3 és NiO. Ezek a fém-oxidok a megfelelő fém-sztearát komplexszel [például $\text{Zn}(\text{sztearát})_2$, $\text{Ca}(\text{sztearát})_2$, $\text{Mg}(\text{sztearát})_2$ és $\text{Al}(\text{sztearát})_3$] vagy sztearinsavval együtt is alkalmazhatók, és egy kénvegyülettel vagy egy alkil-peroxid vegyülettel együtt is alkalmazhatók [lásd Formulation Design and Curing Characteristics of NBR Mixes for Seals, Rubber World 25-30 (1993)]. Ez a módszer gyorsítható, és gyakran alkalmazzák elasztomer készítmények vulkanizálására.

Az akceleratorok közé tartoznak az aminok, guanidinek, tiokarbamidok, tiazolok, tiurámok, szulfenamidok, szulfenimidek, tiokarbamátok, xantátok és hasonlóak. A vulkanizálási folyamat gyorsítását úgy érhetjük el, hogy a készítményhez egy bizonyos mennyiségű akceleratorot adunk. A természetes kaucsuk gyorsított vulkanizálásának mechanizmusa komplex kölcsönhatásokkal jár a vulkanizálószer, akcelerator, aktivátorok és polimerek között. Ideális esetben az összes rendelkezésre álló vulkanizálószer felhasználódik az effektív ke-



resztkötések kialakulásában, amelyek két polimerláncot összekapcsolnak, és növelik a polimer mátrix szilárdságát. Különféle akcelerátorok ismertek szakember számára, ezek közé tartozik - a korlátozás szándéka nélkül - a sztearinsav, difenil-guanidin (DPG), tetrametiltiruám-diszulfid (TMTD), 4,4'-ditio-
 5 morfolin (DTDM), tetrabutiltiurám-diszulfid (TBTD), 2,2'-benzotiazil-diszulfid (MBTS), hexametilén-1,6-bisztiósulfát-dinátriumsó-dihidrát, 2-(morfolinotio)benzotiazol (MBS vagy MOR), 90% MOR-t és 10% MBTS-t tartalmazó kompozíciók (MOR 90), N-(terc-butil)-2-benzotiazol-szulfénamid (TBBS) és N-oxi(dietilén)-tiokarbamil-N-oxi(dietilén)-szulfonamid (OTOS),
 10 cink-2-etil-hexanoát (ZEH), N,N'-dietil-tiokarbamid.

A találmány egyik kiviteli alakjában legalább egy vulkanizálószer van jelen 0,2-15 phr mennyiségben, egy másik kiviteli alakban ez a mennyiség 0,5-10 phr. A vulkanizálószer magukban foglalják a fentiekben ismertetett komponenseket, amelyek elősegítik vagy befolyásolják az elasztomerek vulkanizálását, mint például a fémek, akcelerátorok, kén, peroxidok, és egyéb szakember számára ismert és fent ismertetett szerek.

Feldolgozás

A komponensek összekeverését úgy hajthatjuk végre, hogy a polimer komponenseket és az agyagot interkalátum formájában, arra alkalmas keverő-
 20 berendezésben, például BanburyTM keverőben, BrabenderTM keverőben, vagy előnyösen egy keverős extruderben összekeverjük. A keverést az egyik kiviteli mód szerint a készítményben alkalmazott elasztomer és/vagy szekunder kaucsuk olvadáspontjáig terjedő hőmérsékleten, másik kiviteli mód szerint 80 °C és 340 °C közötti hőmérsékleten, egy további kiviteli mód szerint 120 °C és
 25 300 °C közötti hőmérsékleten végezzük olyan nyírókörülmények között, amelyek lehetővé teszik, hogy az agyag beágyazódjon – rétegeire szétváljon, és egységesen diszpergálódjon a polimerben, nanokompozit képződése közben.

A készítmény példákban a keverést egy BR BanburyTM zártkeverőben végezzük szakember számára ismert módszerekkel. Tipikusan először az elasztomer vagy elasztomerek 70-100%-át 20-90 másodpercen keresztül, vagy addig ke-
 30 verjük, amíg a hőmérséklet eléri a 40-60 °C-ot. Ezután a töltőanyag ¾-ét és az



elasztomer fennmaradó mennyiségét, ha ilyen van, beadagoljuk a keverőbe, és a keverést addig folytatjuk, amíg a hőmérséklet eléri a 90-150 °C-ot. Ezután hozzáadjuk a fennmaradó töltőanyagot, valamint a feldolgozási olajat, és a keverést addig folytatjuk, amíg a hőmérséklet eléri a 140-190 °C-ot. A kész ele-

5 gyet ezután egy nyitott hengeren rétegezzük, hogy 60-100 °C-ra hűljön, amikor hozzáadjuk a vulkanizálószeret.

Az agyagok bekeverését szakember számára ismert módszerekkel végezzük, amikor az agyagot a korommal egyidőben adjuk a polimerhez az egyik kiviteli mód szerint. A polibutén feldolgozási olajat tipikusan később adjuk be a

10 keverési ciklusba, miután a korom és az agyag megfelelően diszpergálódott az elasztomer mátrixban.

A találmány szerinti vulkanizált készítmények különféle elasztomereket és töltőanyagokat tartalmazhatnak a polibutén feldolgozási olajjal. A találmány szerinti készítmények tipikusan izobutilén-alapú elasztomereket, például halo-

15 génezett poli(izobutilén-ko-p-metilsztirol)-t, butilkaucsukot vagy halogénezett csillag-elágazású butilkaucsukot (HSSB) tartalmaznak, vagy önmagukban, vagy egymással kombinációban, a polibutén feldolgozási olaj egyik kiviteli alak szerint 5-30 phr mennyiségben van jelen.

Egyik kiviteli alakban a készítmény egy halogénezett poli(izobutilén-ko-p-metilsztirol) lehet, amely 50-100 phr mennyiségben van jelen, amely 5-50 phr természetes kaucsukot tartalmazhat, és a polibutén feldolgozási olaj 5-30 phr, a töltőanyag, például korom 20-80 phr és a rétegesen szétváló anyag 0,5-20 phr mennyiségben van jelen egyik kiviteli alakban, és 2-15 phr mennyiségben egy másik kiviteli alakban. A vulkanizálószeret - például fenolos gyanták,

25 kén, sztearinsav és cink-oxid - 0,1-5 phr mennyiségben lehetnek jelen.

Egy másik kiviteli alakban a készítmény egy HSSB lehet, amely 50-100 phr mennyiségben van jelen, és egyik kiviteli alakban 5-95 phr, másik kiviteli alakban 20-70 phr halogénezett poli(izobutilén-ko-p-metilsztirol)-t tartalmazhat, és a polibutén feldolgozási olaj 3-30 phr, egy töltőanyag, például korom

30 20-80 phr és a rétegesen szétváló agyag 0,5-20 phr mennyiségben van jelen az egyik kiviteli alakban és 2-15 phr mennyiségben a másik kiviteli alakban. A



vulkanizálószeres - például fenolos gyanták, kén, sztearinsav és cink-oxid - 0,1-5 phr mennyiségben lehetnek jelen.

Egy további kiviteli alakban a készítmény egy halogénezett butilkaucsuk lehet, amely 50-100 phr mennyiségben van jelen, és egyik kiviteli alakban 5-95 phr, egy másik kiviteli alakban 20-70 phr poli(izobutilén-ko-p-metilsztirol)-t tartalmazhat, és a polibutén feldolgozási olaj 3-30 phr, egy töltőanyag, például korom 20-80 phr és egy rétegesen szétváló agyag 0,5-20 phr mennyiségben van jelen egyik kiviteli alakban, 2-15 phr mennyiségben egy másik kiviteli alakban. A vulkanizálószeres - például fenolos gyanták, kén, sztearinsav és cink-oxid - 0,1-5 phr mennyiségben lehetnek jelen.

A találmány értelmében alkalmazható izobutilén-alapú elasztomer különféle egyéb kaucsukokkal vagy műanyagokkal keverhető a leírásban foglaltak szerint, különösen termoplasztikus gyantákkal, például nylonokkal vagy poliolefinekkel, például polipropilénnel vagy polipropilén kopolimerekkel. A fenti készítmények léggátakban, például belső gumikban és kísérszövetekben, levegőtömlőkben (például légűtközőkben), diafragmákban, valamint egyéb alkalmazásokban használhatók, ahol nagy levegő- vagy oxigénvisszatartás kívánatos. Egyik kiviteli alakban a vulkanizált készítmény légáteresztő képessége (levegő, oxigén vagy nitrogén 65 °C-on) $1,2 \times 10^{-8} - 4 \times 10^{-8} \text{ cm}^3\text{-cm/cm}^2\text{-sec-atm}$, és $1,5 \times 10^{-8} - 3,54 \times 10^{-8} \text{ cm}^3\text{-cm/cm}^2\text{-sec-atm}$ egy másik kiviteli alakban.

Egyik kiviteli mód szerint a légzárót úgy állíthatjuk elő, hogy egy 4-7 szénatomos izomonoolefinből származó egységet tartalmazó legalább egy random kopolimert, legalább egy töltőanyagot és egy 400-nál nagyobb szám szerinti átlagos móltömegű polibutén olajat és legalább egy vulkanizálószeret összekeverünk; és az összekevert komponenseket a fentiek szerint vulkanizáljuk.

Vizsgálati módszerek

A vulkanizálási tulajdonságokat ODR 200 alkalmazásával határoztuk meg a megadott hőmérsékleten és 1 vagy 3 fokos szögnél. A vizsgálati próbatesteket a megadott hőmérsékleten, tipikusan 150-160 °C-on vulkanizáltuk a T_c90 + alkalmas formakésleltetésnek megfelelő időn keresztül. Ahol lehetséges volt,

standard ASTM vizsgálatokat alkalmaztunk a vulkanizált termék fizikai tulajdonságainak meghatározására (lásd 2. táblázatot). Az igénybevétel/megnyúlás tulajdonságokat (szakítószilárdság, szakadási megnyúlás, modulus értékek, törési energia) szobahőmérsékleten határoztuk meg Instron 4202 készülék alkalmazásával. A Shore A keménységet szobahőmérsékleten mértük Zwick Duromatic készülékkel. A hiba (2σ) a 100% modulus meghatározásánál $\pm 0,11$ MPa egység; a hiba (2σ) a megnyúlás mérésénél $\pm 0,13\%$ egység.

Az "MH" és "ML" értékek a leírásban a maximális torzióra és a minimális torzióra utalnak. Az "MS" érték a Mooney beégési értéket, az "ML(1+4)" érték a Mooney viszkozitási értéket jelenti. A hiba (2σ) az utóbbi mérésben $\pm 0,65$ Mooney viszkozitási egység. A "Tc" értékek a vulkanizálási időt jelentik percben, és a "Ts" jelenti a beégési időt percben.

A PARAPOLTM polibutén feldolgozási olaj móltömegét géliszűrővel kromatográfiával határoztuk meg, és a kapott szám szerinti átlagos móltömeg (M_n) értékek hibája $\pm 20\%$. A móltömeg (M_n és M_w) és a móltömeg-eloszlás (MWD) meghatározásának módszereit általánosságban az US 4540753 számú szabadalmi iratban és az abban hivatkozott irodalmi helyeken Cozewith és munkatársai, valamint Verstrate és munkatársai [Macromolecules 3360 (1988)] ismertetik. Egy tipikus meghatározás szerint egy 3-oszlopos elrendezést működtetünk 30 °C-on. Az alkalmazott elúciós oldószer lehet stabilizált tetrahidrofuran (THF) vagy 1,2,4-triklórbenzol (TCB). Az oszlopokat pontosan ismert móltömegű polisztirol standardek alkalmazásával kalibráltuk. A standardek alkalmazásával kapott polisztirol retenciós térfogatot a vizsgált polimer retenciós térfogatával összehasonlítva kaptuk a polimer móltömegét.

A PARAPOLTM polibutén feldolgozási olaj viszkozitását (1. táblázat) az ASTM D445-97 szabvány szerint határoztuk meg.

A szilárdsági vizsgálatokat szobahőmérsékleten Instron Series IX Automated Materials Testing System 6.03.08 vizsgálati rendszerrel végeztük. A mikro próbatesteket (piskóta alak) alkalmaztunk, amelyek szélessége 0,20 cm (0,08 inch) és hosszúsága 0,5 cm (0,2 inch) (a két kiálló rész között). A próbatestek vastagsága változott, és ezt manuálisan Mitutoyo Digimatic Indicator alkalma-

zásával mértük, amely a rendszerkomputerhez volt kötve. A próbatesteket 51 cm/min (20 inch/min) keresztfejssebességgel húztuk, és feljegyeztük a feszültség/nyúlás adatokat. Az átlagos feszültség/nyúlás értékeket legalább három próbatestből határoztuk meg. A hiba (2σ) a szilárdsági vizsgálatoknál $\pm 0,47$ MPa egység.

A tapadást 2,54 cm-es (1 inch) csík tapadásával határoztuk meg, ahol a 2,54 cm (1 inch) x 7,62 cm (3 inch) méretű csíkokat nátronpapírra vulkanizáltuk. A mintákat horizontálisan ("peel mode") függesztettük fel egy légkeverős sütőben, és a kötés szabad végére egy 100 g-os súlyt függesztettünk. A sütő hőmérsékletét $4,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($10\text{ }^{\circ}\text{F}$) fokkal emeltük minden 15 percben. A próbatest szétfejtésének - tönkremenetelének hőmérséklete három leolvasás átlagát jelenti.

A fárasztás tönkremenetelig vizsgálat hibája $\pm 20\%$.

Az oxigénáteresztő-képességet MOCON OxTran Model 2/61 készülékkel határoztuk meg, amelynek működési elve egy vékony filmen keresztüli oxigéntranszport dinamikus mérése [R. A. Pasternak és munkatársai, Journal of Polymer Science 8, A-2 rész, 467 (1970)]. A mértékegység cc-mil/m²-nap-mmHg. Általában az eljárás a következő: a lapos fólia- vagy gumimintát egy diffúziós cellába erősítjük, amelyet oxigénmentes hordozógáz alkalmazásával a maradék oxigéntől megtisztítottunk. A hordozógázt egy szenzorhoz vezetjük, amíg stabil 0 értéket kapjuk. Ezután a diffúziós cella külső kamrájába tiszta oxigént vagy levegőt vezetünk be. A filmen keresztül a belső kamrába diffundáló oxigént egy szenzorhoz vezetjük, ami méri az oxigéndiffúzió sebességét.

A levegőáteresztő-képességet az alábbi módszerrel határozzuk meg. A mintakeverékekből származó vékony, vulkanizált próbatesteket diffúziós cellában befogatjuk, és olajfürdőn, $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ -on kondicionáljuk. Feljegyeztük azt az időt, amely a levegőnek az adott próbatesten keresztüli átjutásához szükséges, hogy a légáteresztő-képességet meghatározzuk. A próbatestek kör alakú lemezek, amelyek átmérője 12,7 cm és vastagsága 0,38 mm. A hiba (2σ) a légáteresztő-

képesség mérésében $\pm 0,245 \times 10^8$ egység. A további vizsgálati módszereket a 2. táblázatban ismertetjük.

Példák

Az 1-15. készítmények (3-5. táblázat) példázzák a polibutén feldolgozó olaj
5 halogénmetilsztirol-maradékot tartalmazó izobutilén kopolimer blendékbe történő bekeverésének előnyeit. Az 1., 6. és 11. készítmény olyan halogénezett poli(izobutilén-ko-p-metilsztril) kopolimereket képvisel, amelyek különféle mennyiségű halogént és p-metilsztirolt (PMS) tartalmaznak (lásd 3. táblázatot). A PARAPOLTM bekeverésével kapott készítmények javított légáteresztő-
10 képességet mutatnak, miközben feldolgozási tulajdonságaikat, például a nyerszilárdság és a fárasztás tönkremenetelig értékeket megtartják, vagy azok még javulnak is (6-8. táblázat).

A 16-21. készítmények (9. táblázat) példázzák a polibutén feldolgozó olaj be-
keverésének előnyeit izobutilén-alapú polimer, például HSSB egyéb kaucsu-
15 kokkal, például természetes kaucsukkal és egy rétegesen szétváló agyaggal alkotott blendjeibe. A 16. készítmény a HSSB önmagában (SBB-6222, 100 phr) és a 17. készítmény a természetes kaucsukkal és csak PARAPOLTM-mel alkotott készítmény (90 phr SBB, 10 phr természetes kaucsuk). A halogénezett kaucsukok, például a HSSB, kívánatosan kis légáteresztő-képességgel rendelkeznek szemben például a természetes kaucsukkal. Ha egy ilyen készítmény-
20 hez természetes kaucsukot adunk, ismert, hogy a légáteresztő-képesség növekedik [lásd például Inner Liners for High Performance Tires, C. W. van Hellens, Proceedings of Rubber Division, American Chemical Society (Indianapolis, Indiana, 1984. május), és Bromobutyl and Chlorobutyl: A
25 Comparison of Their Chemistry, Properties and Uses, W. Hopkins, R. H. Jones, J. Walker, International Rubber Conference Proceedings 205 (Kyoto, 1985. október)]. Azonban - amint az a 17. készítmény esetén látható - ha polibutén is jelen van, a légáteresztő-képesség szinten marad vagy javul, még akkor is, ha természetes kaucsuk van a készítményben.

30 Egy rétegesen szétváló agyag hozzáadása tovább javíthatja a fenti halogénezett elastomer készítmények légáteresztő-képességét. A 18-21. készítmé-

nyekben különféle mennyiségű, rétegesen szétváló agyag van bekeverve. Ezek az adatok azt mutatják, hogy a természetes kaucsuk javítja a HSSB feldolgozhatóságát (10A és 10B táblázat). A légáteresztő-képesség további javulása (alacsonyabb értékek) érhető el az agyag és PARAPOLTM hozzáadásával.

- 5 Egy nafténes olaj (CALSOLTM) bekeverése a 19. készítménybe ténylegesen hátrányosan megnöveli a keverék légáteresztő-képességét.

- 10 A 22-23. készítmények (11. táblázat) példázzák a polibutén feldolgozási olaj természetes kaucsuk, halogénezett metilsztirol-maradékot tartalmazó izobutilén kopolimerek és egy rétegesen szétváló agyag elasztomer blendjeibe történő bekeverésének előnyeit. Ezek az adatok azt mutatják, hogy a feldolgozási tulajdonságok szinten maradnak vagy javulnak, miközben a légáteresztő-képesség csökken a PARAPOLTM hozzáadásának hatására.

- 15 A 24-28. készítmények (12. táblázat) tovább példázzák a polibutén feldolgozási olaj természetes kaucsuk, halogénmetilsztirol-maradékot tartalmazó izobutilén kopolimerek és egy rétegesen szétváló agyag elasztomer blendjeibe történő bekeverésének előnyeit. A PARAPOLTM feldolgozási olaj (polibutén) itt is javítja a keverékek légzáró tulajdonságait, miközben a feldolgozási tulajdonságok megmaradnak vagy javulnak. Például a készítmény fárasztás tönkremenetelig értékei javulnak a PARAPOLTM hozzáadására, ugyanúgy,
20 mint a nyersszilárdság (13A és 13B táblázat). A 27. és 28. készítmény jelenti az előnyös elasztomer blendeket, amelyek a legalacsonyabb légáteresztő-képességi értékekkel rendelkeznek, ezekben EXXPOTM 89-4 van jelen SBB-622-vel, természetes kaucsukkal és PARAPOLTM-mel.

- 25 A 29-44. készítmények példázzák a polibutén feldolgozási olajok izobutilén-alapú kopolimerek különféle blendjeibe történő bekeverésének előnyeit. A 29-32. készítmények brómozott butilkaucsuk (Bromobutyl 2222) PARAPOLTM-mel és agyagokkal vagy anélkül alkotott blendjei. Ezek az adatok azt mutatják, hogy a PARAPOLTM hozzáadása a készítményekhez egy rétegesen szétváló agyaggal (31. készítmény) vagy anélkül (30. készítmény) javítja a feldolgozási tulajdonságokat, például a tönkremenetelig való fárasztási
30 értékeket, miközben javulnak a légáteresztő-képességi értékek is. Az agyagot

és polibutént is tartalmazó készítmények jobbak, mint az egyéb brómozott butilkaucsuk készítmények.

A 33-36. készítmények példázzák az olyan EXXPRO™ elasztomerek alkalmazását, amelyekben a PMS szintje 5 tömeg% a polimer teljes tömegére vonatkoztatva. Ezek az adatok azt mutatják, hogy a polibutén feldolgozási olaj hozzáadása önmagában (34. készítmény) javítja a blend légzáróképességét, és egy rétegesen szétváló agyag hozzáadása önmagában (35. készítmény) javítja a légzáró tulajdonságokat. A polibutén feldolgozási olaj és az agyag együttes hozzáadása (36. készítmény) is javítja a légzáró-képességet. A feldolgozási tulajdonságok is javulnak az 5 tömeg% PMS tartalmú EXXPRO™ blendek esetén, ha polibutén és agyag (önmagában vagy együtt) jelen van, amelyet például a nyersszilárdsági értékek és a tönkrementelig történő fárasztási értékek bizonyítanak.

A 37-40. készítmények példázzák az olyan EXXPRO™ elasztomerek alkalmazását, amelyekben a PMS 7,5 tömeg% mennyiségben van jelen a kopolimer egészére vonatkoztatva. Összességében a légáteresztő-képesség javul a PARAPOL™ és/vagy egy rétegesen szétváló agyag hozzáadására. Végül, a 41-44. készítmények példázzák az olyan EXXPRO™ elasztomerek alkalmazását, amelyek a kopolimer össztömegére vonatkoztatva 12 tömeg% PMS-t tartalmaznak. A légáteresztő-képesség itt is javul a polibutén PARAPOL™ és/vagy egy rétegesen szétváló agyag hozzáadására, és javulnak a feldolgozási tulajdonságok is. A fárasztás tönkrementelig értékek a 12 tömeg PMS-t tartalmazó polimerben jobbak, mint a 7,5 tömeg% PMS-t tartalmazó kopolimerben.

Polibutén bekeverése a brómbutilkaucsuk és brómozott poli(izobutilén-ko-p-metilsztirol) és nanoagyag készítményekbe tendenciózusan javítja a légáteresztő-képességet, amelyet a 15B táblázat 29-44. készítményei mutatnak. Egyik kiviteli alakban a légáteresztő képesség 65 °C-on $1,20 \times 10^{-8}$ - $1,90 \times 10^{-8}$ cm³-cm/cm²-sec-atm ezekre a készítményekre, és egy másik kiviteli alakban ez az érték $1,30 \times 10^{-8}$ - $1,8 \times 10^{-8}$ cm³-cm/cm²-sec-atm.

Általában, egyik kiviteli alakban a 400-6000 szám szerinti átlagos móltömegű és másik kiviteli alakban a 100 °C-on 10-10000 cSt viszkozitású polibutén



feldolgozási olajok bekeverése javítja a nyersszilárdságot, és javítja vagy szinten tartja a feldolgozhatóságot, valamint javítja (csökkenti) a légáteresztő-képességet. Például polibutén bekeverése az elasztomer készítményekbe javítja (növeli) a fárasztás tönkremenetelig értékeit. Különösen akkor javulnak a fárasztás tönkremenetelig értékek, ha a polibutént elasztomer/nanoagyag készítményekhez adjuk.

Az elasztomer nanokompozit készítmények egyik kiviteli alakjában, ahol az elasztomer a brómbutilkaucsuk, az öregítés nélküli fárasztás tönkremenetelig értékek nagyobbak 40000 egységnél, egy másik kiviteli alakban nagyobbak 50000 egységnél, és egy további kiviteli alakban nagyobbak, mint 60000 egység. Egy másik kiviteli alakban, ahol az elasztomer egy brómozott poli(izobutilén-ko-p-metilsztirol), a fárasztás tönkremenetelig értékek nagyobbak, mint 70000, egy másik kiviteli alakban nagyobbak, mint 80000. A fárasztás tönkremenetelig értékek növekedése a polibutén készítménybe való bekeverésének hatására különösen előnyös, ha agyag van jelen, mivel ezek az értékek tendenciózusan csökkennek, ha az elasztomerekhez agyagokat adnak. Az elasztomer készítmények egy másik kiviteli alakjában a nyersszilárdság nagyobb, mint 45 egység, egy másik kiviteli alakban nagyobb, mint 50 egység. Ezek az értékek természetesen tovább javulhatnak, ha a készítmények különféle komponenseinek mennyiségét vagy a polibutén viszkozitását és/vagy móltömegét változtatjuk.

A találmány szerinti kész nanokompozitok léggátként alkalmazhatók, például belső kísérszövet vagy gumibelső előállítására gépjárművek gumiabroncsához, vagy tömlő előállítására gépjárművekhez. Közelebbről, a nanokompozitok belső kísérszövetekben alkalmazhatók olyan termékekben, mint például a teherautó gumiabroncsok, autóbusz gumiabroncsok, személyautó, motorke-rékpár abroncsok, terepjáró gumiabroncsok, és hasonló. A találmány szerinti készítmény hőöregedéssel szembeni ellenállása különösen alkalmassá teszi azt teherautó gumiabroncsokban történő alkalmazásra, a gumiabroncs újra futó-zhatóságának fokozására.

Habár a találmányt a korábbiakban specifikus megvalósításokon keresztül mutattuk be, világos, hogy ezek a megvalósítások csak példaszerűek és a jelen találmány felhasználását és elvét mutatják be. Ezért tehát számos változtatást lehet végrehajtani a specifikus megvalósításokon és számos olyan változtatás is végrehajtható, mellyel nem térünk el a jelen találmány lényegétől és tárgyától, melyeket a következő igénypontok definiálnak.

Minden egyes itt hivatkozott elsőbbségi iratot úgy kell tekinteni, hogy az hivatkozás révén a leírás részét képezi. Továbbá minden egyes hivatkozott iratot - beleértve a vizsgálati eljárásokat - úgy kell tekinteni, hogy az a hivatkozás révén a leírás részét képezi.

2. táblázat

Teszt-eljárások

Paraméter	Egység	Teszt
Mooney viszkozitás (BIMS polimer)	ML 1+8, 125 °C, MU	ASTM D 1646 (módosított)
Mooney viszkozitás (készítmény)	ML 1+4, 100 °C, MU	ASTM D 1646
Légáteresztő-képesség	cm ³ -cm/cm ² -sec-atm	lásd a szöveget
Hidegállóság	°C	ASTM D 746
Nyersszilárdság (100% modulus)	PSI	ASTM D 412
Mooney viszkozitás (kompaund)	ML 1+4, 100 °C, MU	ASTM D 1646
Mooney beégési idő	T ₅ , 125 °C, perc	ASTM D 1646
Oscilláló tárcsás reométer (ODR) 160 °C-on, ± 3 ° ML MH T ₅ 2 T ₉₀ vulkanizálás sebessége	deciNewton.méter dNewton.m perc perc dN.m/perc	ASTM D 2084
Fizikai tulajdonságok, vulkanizálás présben T _c 90 + 2 min 160 °C-on keménység 100% modulus szakítószilárdság szakadási megnyúlás	Shore A MPa MPa %	
Forró levegős öregítés 72 óra 125 °C-on keménység változása szilárdság változása nyúlás változása tömeg változása	% % % %	ASTM D 2240 ASTM D 412 C szerszám
Beszakadási szilárdság B szerszám és C szerszám	N/mm	ASTM D 624
Fárasztás tönkremenetelig	ciklusok	ASTM 4482 Cam 24 al- kalmazásával (136% nyújtás)

2a táblázat
Komponensek és kereskedelmi forrásaik

Komponens	Rövid leírás	Kereskedelmi forrás
BENTON TM -34	Dimetild-ifaggyú-ammónium-kloriddal módosított montmorillonit agyag	Elementis Specialties (Belleville, NJ)
Bromobutyl 2222	Brómozott poli(izobutilén-kóizoprén), Mooney viszkozitás (1+8, 125 °C) 27-37 MU	ExxonMobil Chemical Company (Houston, TX)
CALSOL TM 810	Nafténes olaj ASTM Type 103	R. E. Carroll, Inc. (Trenton, NJ)
CAPTAX TM	2-merkaptobenzotiazol	R. T. Vanderbilt
CLAYTONE TM -40	Dimetil-difaggyú-ammónium-kloriddal módosított montmorillonit agyag	Southern Clay Products (Gonzalez, TX)
CLOISITE TM -25	Dimetildifaggyúammónium-kloriddal módosított montmorillonit agyag	Southern Clay Products (Gonzalez, TX)
ESCOREZ TM	Aromás-módosított alifás gyanta, lágyulási pont 95 °C	ExxonMobil Chemical Company (Houston, TX)
EXXPRO TM 3035	5 tömeg% PMS, 0,5 mól% BrPMS, Mooney viszkozitás 40-50	ExxonMobil Chemical Company (Houston, TX)
EXXPRO TM 89-4	5 tömeg% PMS, 0,75 mól% BrPMS, Mooney viszkozitás 45±5 MU (1+8, 125 °C)	ExxonMobil Chemical Company (Houston, TX)
EXXPRO TM 01-4	7,5 tömeg% PMS, 0,85 mól% BrPMS, Mooney viszkozitás 45±5 MU (1+8, 125 °C)	ExxonMobil Chemical Company (Houston, TX)
EXXPRO TM 96-4	12 tömeg% PMS, 0,85 mól% BrPMS, Mooney viszkozitás 45±5 MU (1+8, 125 °C)	ExxonMobil Chemical Company (Houston, TX)
KADOX TM 930	Nagy tisztaságú, French eljárással készült cink-oxid	Zinc Corp. of America (Monaca, Pa)
Maglite-K	Vulkanizálószer	C. P. Hall (Chicago, IL)
PARAPOL TM	C ₄ raffinátum	ExxonMobil Chemical Company (Houston, TX)
Gyantaolaj MR-1085 A	Ragacsossá tevő szer	Sovereign Chemical (Akron, OH)
SP-1068	Brómozott fenol-formaldehid gyanta	Schenectady International (Schenectady, NY)
SBB	Csillag-elágazású butilkaucsuk 6222	ExxonMobil Chemical Company (Houston, TX)
Sztearinsav	Vulkanizálószer	pl. C. K. Witco Corp. (Taft, LA)
Kén	Vulkanizálószer	pl. R. E. Carroll (Trenton, NJ)
TMTD	Tetrametiltiurám-diszulfid	pl. R. T. Vanderbilt (Norwalk, CT)
Cink-oxid 911, 720-C	Aktivátorok	C. P. Hall (Chicago, IL)

3. táblázat

Az összehasonlító és a példa szerinti 1-5. készítmények komponensei

5

Komponens (phr)	1	2	3	4	5
EXXPRO TM 89-4 (5 tömeg% PMS, 0,75 mól% BrPMS)	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
Korom N660	60,00	60,00	60,00	60,00	60,00
CALSOL TM -810	8,00	-	-	-	-
STRUKTOL TM -40MS	7,00	7,00	7,00	7,00	7,00
SP-1068	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
ESCOREZ TM -2510	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
Sztearinsav	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
PARAPOL TM -700	-	8,00	-	-	-
PARAPOL TM -950	-	-	8,00	-	-
PARAPOL TM -1300	-	-	-	8,00	-
PARAPOL TM -2400	-	-	-	-	8,00
Cink-oxid 911	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
MBTS	1,25	1,25	1,25	1,25	1,25
Kén	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50

4. táblázat

Az összehasonlító és a példa szerinti 6-10. készítmény komponensei

5

Komponens (phr)	6	7	8	9	10
EXXPRO TM 01-4 (7,5 tömeg% PMS, 0,85 mól% BrPMS)	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
Korom N660	60,00	60,00	60,00	60,00	60,00
CALSOL TM -810	8,00	-	-	-	-
STRUKTOL TM -40 MS	7,00	7,00	7,00	7,00	7,00
SP-1068	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
ESCOREZ TM -2510	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
Sztearinsav	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
PARAPOL TM -700	-	8,00	-	-	-
PARAPOL TM -950	-	-	8,00	-	-
PARAPOL TM -1300	-	-	-	8,00	-
PARAPOL TM -2400	-	-	-	-	8,00
Cink-oxid 911	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
MBTS	1,25	1,25	1,25	1,25	1,25
Kén	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50

5. táblázat

Az összehasonlító és a példa szerinti 11-15. készítmény komponensei

5

Komponens (phr)	11	12	13	14	15
EXXPRO™ 96-4 (12 tömeg% PMS, 0,85 mól% BrPMS)	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
Korom N660	60,00	60,00	60,00	60,00	60,00
CALSOL™-810	8,00	-	-	-	-
STRUKTOL™-40 MS	7,00	7,00	7,00	7,00	7,00
SP-1068	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
ESCOREZ™-2510	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
Sztearinsav	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
PARAPOL™-700	-	8,00	-	-	-
PARAPOL™-950	-	-	8,00	-	-
PARAPOL™-1300	-	-	-	8,00	-
PARAPOL™-2400	-	-	-	-	8,00
Cink-oxid 911	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
MBTS	1,25	1,25	1,25	1,25	1,25
Kén	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50

6. táblázat

Az 1-5. készítmény tulajdonságai

Tulajdonság	1	2	3	4	5
Mooney beégés 135 °C-on, T5 (min)	20,47	21,85	21,40	22,22	22,32
Mooney viszkozitás 100 °C-on	69,1	71,8	71,9	72,4	72,0
ODR, 3°, 160 °C-on					
MH-ML	26,98	25,74	25,29	25,44	25,40
ML	13,17	14,48	14,51	14,54	15,15
MH	40,15	40,22	39,80	39,98	40,55
Ts2 (min)	5,04	5,44	5,52	5,43	5,95
Tc50 (min)	9,05	10,03	9,98	10,23	10,51
Tc90 (min)	14,22	15,67	15,46	16,13	16,45
Keményiség, Shore A	56	57	57	53	52
Keményiség öregítéssel (72 óra, 125 °C)	65	61	61	62	57
100% modulus (MPa)	1,81	1,69	1,85	2,03	1,87
300% modulus (MPa)	5,63	5,63	6,00	6,20	6,13
Szilárdság (MPa)	9,89	10,33	10,10	10,85	10,89
Nyúlás (%)	702%	730%	676%	729%	694%
100% modulus öregítéssel (MPa)	3,06	2,29	2,54	2,72	2,68
300% modulus öregítéssel (MPa)	8,29	7,16	7,38	7,55	7,75
Szilárdság öregítéssel (MPa)	10,43	10,26	10,32	11,02	11,03
Nyúlás öregítéssel (%)	500%	555%	555%	617%	546%
Tapadás szobahőmérsékleten (önmaga-karkasz) (N/mm)	31,70	21,18	31,81	31,22	31,97
Tapadás 100 °C-on (önmaga-karkasz) (N/mm)	22,16	21,55	24,96	29,63	24,11
Nyerszilárdság, modulus 100% PSI	49,01	53,65	55,25	56,70	55,68
Idő 75% tönkremenetelig	3,10	3,78	3,46	4,56	3,72
Beszakadási szilárdság (N/mm)	40,04	41,93	40,51	42,31	40,92
Beszakadási szilárdság C szerszám öregítéssel	39,13	37,82	35,05	37,48	38,35
Fárasztás tönkremenetelig	1,50E+05	1,66E+05	1,90E+05	1,08E+05	9,79E+04
Fárasztás tönkremenetelig (öregítéssel)	2,11E+04	3,68E+04	5,56E+04	3,50E+04	7,11E+04
Légáteresztő-képesség (levegőre) 65 °C [cm ³ -cm/cm ² -sec-atm (x 10 ⁻¹)]	2,56	2,11	2,02	1,92	1,84



7. táblázat

A 6-10. készítmény tulajdonságai

Tulajdonság	6	7	8	9	10
Mooney beégés 135 °C-on, T5 (min)	16,97	18,33	17,93	18,33	18,75
Mooney viszkozitás 100 °C-on	67,0	68,5	70,4	69,0	70,1
ODR, 3°, 160 °C-on					
MH-ML	28,41	26,83	27,77	27,54	27,31
ML	13,89	14,40	15,36	14,81	12,91
MH	42,30	41,23	43,13	42,35	40,22
Ts2 (min)	4,49	4,80	4,78	4,64	4,88
Tc50 (min)	7,68	8,76	8,71	8,95	8,53
Tc90 (min)	11,15	13,11	13,13	13,66	12,58
Keménység, Shore A	56	55	57	58	59
Keménység öregítéssel (72 óra, 125 °C)	61	59	59	61	62
100% modulus (MPa)	1,97	1,98	1,78	1,91	1,81
300% modulus (MPa)	6,24	6,10	5,92	5,98	6,11
Szilárdság (MPa)	10,36	10,68	10,41	9,60	10,91
Nyúlás (%)	747%	756%	667%	621%	694%
100% modulus öregítéssel (MPa)	3,65	2,77	2,38	2,66	2,65
300% modulus öregítéssel (MPa)	9,48	7,91	7,45	7,78	8,01
Szilárdság öregítéssel (MPa)	11,22	10,55	10,24	10,98	11,20
Nyúlás öregítéssel (%)	480%	548%	476%	586%	527%
Tapadás szobahőmérsékleten (önmaga-karkasz) (N/mm)	32,11	32,21	31,34	30,54	32,85
Tapadás 100 °C-on (önmaga-karkasz) (N/mm)	25,75	19,45	25,00	20,08	24,02
Nyírtesztilárdság, modulus 100% PSI	53,94	56,70	58,29	56,41	59,02
Idő 75% tönkremenetelig	3,58	4,76	4,91	4,90	4,80
Beszakadási szilárdság (N/mm)	40,87	39,02	39,06	38,62	40,97
Beszakadási szilárdság öregítéssel C szerszám	35,51	37,26	34,79	35,78	36,83
Fárasztás tönkremenetelig	1,50E+05	1,85E+05	1,09E+05	1,29E+05	1,53E+04
Fárasztás tönkremenetelig (öregítéssel)	5,29E+04	4,73E+04	4,13E+04	2,20E+04	3,03E+04
Légáteresztő-képesség (levegőre) 65 °C [cm ³ -cm/cm ² -sec-atm (x 10 ⁻⁵)]	2,37	2,07	1,84	1,58	1,73

8. táblázat
A 11-15. készítmény tulajdonságai

Tulajdonság	11	12	13	14	15
Mooney béégés 135 °C-on, T5 (min)	19,17	20,48	20,80	20,87	20,05
Mooney viszkozitás 100 °C-on	66,7	67,8	69,3	70,2	69,8
ODR, 3°, 160 °C-on					
MH-ML	27,42	26,67	27,05	24,81	27,13
ML	15,03	12,97	13,57	13,90	13,94
MH	42,45	39,64	40,62	38,71	41,07
Ts2 (min)	4,85	5,11	5,23	5,21	5,16
Tc50 (min)	9,15	9,76	9,91	9,52	9,86
Tc90 (min)	14,10	15,32	15,53	14,39	15,54
Keményiség, Shore A	59	60	60	60	61
Keményiség öregítéssel (72 óra, 125 °C)	65	61	66	66	65
100% modulus (MPa)	1,91	2,08	2,34	2,53	2,17
300% modulus (MPa)	6,01	6,50	6,86	7,22	7,00
Szilárdság (MPa)	10,28	10,59	10,71	10,51	11,32
Nyúlás (%)	668%	678%	638%	597%	633%
100% modulus öregítéssel (MPa)	3,60	3,33	3,32	3,55	3,48
300% modulus öregítéssel (MPa)	9,71	8,59	8,50	8,82	9,40
Szilárdság öregítéssel (MPa)	11,36	11,21	10,85	10,66	12,10
Nyúlás öregítéssel (%)	438%	480%	474%	435%	506%
Tapadás szobahőmérsékleten (önmaga-karkasz) (N/mm)	31,54	31,05	29,82	28,28	30,79
Tapadás 100 °C-on (önmaga-karkasz) (N/mm)	24,30	19,34	18,65	25,14	21,23
Nyírasszilárdság, modulus 100% PSI	53,80	58,00	62,06	63,22	65,98
Idő 75% tönkremenetelig	3,12	3,54	3,60	3,42	4,97
Beszakadási szilárdság (N/mm)	37,66	41,98	37,40	37,98	38,48
Beszakadási szilárdság öregítéssel C szerszám	32,93	35,08	34,17	33,39	34,43
Fárasztás tönkremenetelig	1,12E+05	6,40E+05	9,00E+05	7,42E+05	5,62E+04
Fárasztás tönkremenetelig (öregítéssel)	1,23E+04	2,51E+04	2,03E+04	1,23E+04	2,55E+04
Légáteresztő-képesség (levegőre) 65 °C [cm ³ -cm/cm ³ -sec-atm (x 10 ⁸)]	2,48	2,03	1,98	2,07	1,82

9. táblázat

Az összehasonlító és a példa szerinti 16-21. készítmény komponensei

Komponens (phr)	16	17	18	19	20	21
SBB-6222	100,0	90,0	80,0	80,0	80,0	80,0
Természetes kaucsuk	-	10,0	20,0	20,0	20,0	20,0
Korom N660	60,0	60,0	55,0	55,0	55,0	55,0
CALSOL TM 810	14,0	-	-	7,0	-	-
Gyantaolaj MR-1085 A	4,0	-	-	-	-	-
Sztearinsav	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
SP-1068	-	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0
STRUKTOL TM -40MS	-	7,0	7,00	-	7,00	7,00
PARAPOL TM -2500	-	7,0	7,00	7,00	7,00	7,00
CLOISITE-25	-	-	5,00	5,00	-	-
Bentone-34	-	-	-	-	-	5,00
Claytone-40	-	-	-	-	5,00	-
Zink-oxid 720-C	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00
MBTS	1,25	1,25	1,25	1,25	1,25	1,25
Kén	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10



10A táblázat

A 16-21. készítmény tulajdonságai

Tulajdonság	16	17	18	19	20	21
Mooney szkorcs 135 °C-on, T5, min	9,02	12,73	11,72	10,77	9,43	10,1
Mooney szkorcs 135 °C-on, T10, min	10,35	15,80	17,43	15,67	15,57	15,9
Mooney viszkozitás (1+4) 100 °C-on	41,20	57,00	47,30	34,90	43,30	48,80
ODR, 1°, 150 °C-on						
MH-ML	5,37	6,79	6,15	6,48	6,35	6,41
ML	3,69	5,95	5,21	3,98	4,86	5,31
MH	9,06	12,74	11,36	10,46	11,21	11,72
Ts2	4,08	7,22	10,07	8,89	9,32	8,22
Tc50	4,52	9,17	14,96	12,17	13,42	12,04
Tc90	8,52	16,14	25,24	21,82	24,62	22,29
Keménység, Shore A	49	52	53	49	54	54
Keménység öregítéssel, 120 óra, 100 °C	67	62	63	62	60	60
100% modulus (MPa)	1,24	1,06	1,25	0,94	1,20	1,39
300% modulus (MPa)	4,11	2,77	3,53	2,65	3,05	4,02
Szilárdság (MPa)	7,90	8,14	8,34	7,13	8,6	7,87
Nyúlás (%)	606	876	704	672	913	605
100% modulus öregítéssel (MPa)	2,79	2,00	1,81	1,83	1,78	1,77
300% modulus öregítéssel (MPa)	8,81	5,86	4,97	6,20	5,11	4,88
Szilárdság öregítéssel (MPa)	10,62	8,56	7,73	8,03	8,04	7,33
Nyúlás öregítéssel (%)	432	563	543	406	552	521
Fárasztás tönkremenetelig (öregítés nélkül)	1500000	547849	464640	122194	422545	135413
Tapadás szobahőmérsékleten (önmaga-önmaga) öregítés nélkül	20,85	24,08	16,79	11,74	15,77	22,72
Tapadás 100 °C-on (önmaga-önmaga)	11,91	14,56	7,97	3,89	6,14	10,17
Tapadás szobahőmérsékleten (önmaga-karkasz)	4,59	17,61	14,41	8,92	11,25	14,89
Tapadás 100 °C-on (önmaga-karkasz)	4,44	2,99	4,03	4,51	5,16	7,10

10B táblázat

A 16-21. készítmény tulajdonságai

Tulajdonság	16	17	18	19	20	21
Nyerszilárdság, modulus 100% PSI	44,23	59,16	55,68	43,21	66,41	67,43
Idő 75% tönkremenetelig a nyújtás végétől (min)	2,81	9,10	9,38	6,79	14,85	24,57
B szerszám beszakadási szilárdság	47,74	48,27	49,93	39,86	50,04	47,61
C szerszám beszakadási szilárdság	25,01	30,38	28,38	20,87	27,20	27,39
Légáteresztő-képesség (levegőre) 65 °C [cm ³ -cm/cm ² -sec-atm (x 10 ⁸)]	3,31	2,49	2,86	3,57	2,66	2,78
N ₂ áteresztő-képesség 65 °C, cm ³ -cm/cm ² -sec-atm (x 10 ⁸)	2,98	2,31	2,,57	2,99	2,,36	2,71
Hidegállóság (°C)	-45	-37	-37	-44	-37	-41

11. táblázat

A példa szerinti 22-23. készítmény komponensei és tulajdonságai

Komponens (phr)	22	23
EXXPRO™ 3035	80,00	80,00
Természetes kaucsuk	20,00	20,00
Korom N-660	35,00	35,00
CLAYTONE 40	5,00	5,00
CALSOL™ 810	7,00	-
PARAPOL™ 2400	-	7,00
Gyantaolaj	4,00	4,00
Sztearinsav	1,00	1,00
KADOX™ 911	1,00	1,00
MBTS	1,25	1,25
Kén	0,50	0,50
Tulajdonságok		
Mooney beégés 135°C, T5 (min)	10,30	10,65
Mooney beégés 135°C, T10 (min)	11,30	11,67
Mooney beégés 100°C	44,70	49,70
ODR 150 °C, 1 fok		
MH-ML	6,60	6,18
ML	6,15	6,74
MH	12,75	12,92
Ts2 (min)	5,96	6,67
Ts50 (min)	7,87	8,51
Tc90 (min)	17,46	18,34
Keménység, Shore A	38,50	39,10
100% modulus (MPa)	1,12	1,12
200% modulus (MPa)	1,55	1,58
300% modulus (MPa)	2,01	2,16
Szilárdság (MPa)	3,90	4,66
Nyúlás (%)	778,00	824,00
Nyersszilárdság, 100% modulus PSI	48,87	53,07
Idő 75% tönkremenetelig	5,53	7,88
Légáteresztő-képesség, 65 °C [cm ³ -cm/cm ² -sec-atm (x 10 ⁸)]	4,54	3,67

12. táblázat

A példa szerinti 24-28. készítmény komponensei

Komponensek (phr)	24	25	26	27	28
SBB-6222	100,0	80,0	60,0	40,0	20,0
EXXPRO™ -89-4	-	-	20,00	40,00	60,00
Természetes kaucsuk	-	20,0	20,0	20,0	20,0
Korom N-660	60,0	50,0	55,0	55,0	55,0
CLOISITE-25	-	10,00	5,00	5,00	5,00
CALSOL™ -810	14,0	-	-	-	-
Gyantaolaj MR-1085A	4,0	-	-	-	-
Sztearinsav	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
SP-1068	-	4,0	4,0	4,0	4,0
STRUKTOL™ -40MS	-	7,0	7,0	7,0	7,0
PARAPOL™ -2500	-	7,00	7,00	7,00	7,00
Cink-oxid 720-C	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00
MBTS	1,25	1,25	1,25	1,25	1,25
Kén	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10

13A táblázat

A 24-28. készítmény tulajdonságai

Tulajdonság	24	25	26	27	28
Mooney beégés 135 °C-on, T5 (min)	9,02	11,42	5,55	3,68	1,82
Mooney beégés 135 °C-on, T10 (min)	10,35	16,73	8,55	4,72	2,53
Mooney beégés 100 °C	41,20	43,8	53,7	65,5	90,4
ODR, 1°, 150 °C-on					
MH-ML	5,37	6,20	7,81	8,81	8,05
ML	3,69	5,23	6,38	7,85	9,69
MH	9,06	11,43	14,19	16,66	17,74
Ts-2	4,08	11,02	9,47	8,08	8,18
Tc-50	4,52	15,12	14,58	14,58	14,67
Tc-90	8,52	26,25	25,13	25,23	25,71
Keményység, Shore A	49	57	58	59	60
Keményység öregítéssel, 120 óra, 100 °C	67	63	63	60	63
100% modulus (MPa)	1,24	1,28	1,49	2,17	2,47
300% modulus (MPa)	4,11	3,12	4,56	6,28	6,77
Szilárdság (MPa)	7,90	6,99	9,33	10,29	9,15
Nyúlás (%)	606	660	658	598	521
100% modulus öregítéssel (MPa)	2,79	1,87	2,12	2,74	2,89
300% modulus öregítéssel (MPa)	8,81	4,87	5,72	7,3	8,35
Szilárdság öregítéssel (MPa)	10,62	6,58	8,04	9,22	9,7
Nyúlás öregítéssel (%)	432	486	549	479	402
Fárasztás tönkremenetelig (öregítés nélkül)	1500000	197910	92870	48943	2221
Tapadás szobahőmérsékleten (önmaga-önmaga) (N/mm)	20,85	13,34	20,,45	23,91	23,8
Tapadás 100 °C-on (önmaga-önmaga) (N/mm)	11,91	4,13	7	8,42	7,45
Tapadás szobahőmérsékleten (önmaga-karkasz) (N/mm)	4,59	10,02	11,9	11,25	9,74
Tapadás 100 °C-on (önmaga-karkasz) N/mm	4,44	3,12	4,74	1,15	0,78

13B táblázat

A 24-28. készítmény tulajdonságai

Tulajdonság	24	25	26	27	28
Nyersszilárdság, modulus 100% PSI	44,23	62,93	70,18	94,83	119,19
Idő 75% tönkremenetelig a szakadástól (min)	2,81	11,91	46,92	-	-
Beszakadási szilárdság B szerszám (N/mm)	47,74	41,46	58,02	60,12	63,12
Beszakadási szilárdság C szerszám (N/mm)	25,01	22,79	30,41	37,58	33,94
Légáteresztő-képesség 65 °C [cm ³ -cm/cm ² -sec-atm (x 10 ⁸)]	3,29	2,63	2,70	2,79	2,75
N ₂ áteresztő-képesség 65 °C [cm ³ -cm/cm ² -sec-atm (x 10 ⁸)]	2,98	2,31	2,,57	2,99	2,,36
Hidegállóság (°C)	-45	-42	-42	-42	-41

A példa szerinti 29-44. készítmény komponensei

[illegible]



15A-1 táblázat

A 29-36. készítmény tulajdonságai

Tulajdonság	29	30	31	32	33	34	35	36
Mooney beégés 135 °C-on, T5 (min)	17,30	18,45	15,42	15,73	15,23	16,73	2,72	1,27
Mooney beégés 135 °C-on, T10 (min)	20,10	21,52	19,13	19,18	18,23	19,77	3,22	1,83
Mooney viszkozitás (1+4) 100 °C	59,3	63,0	58,3	61,4	68,8	72,1	81,4	109,4
ODR, 3°, 160 °C-on								
MH-ML	24,63	23,99	27,97	25,54	27,91	25,85	32,58	29,46
ML	9,76	10,52	9,88	10,89	12,87	14,76	17,84	21,29
MH	34,39	34,51	37,85	36,43	40,78	40,61	50,42	50,75
T-2	2,00	2,00	4,32	4,41	4,27	4,68	4,75	4,46
T-50	9,56	10,06	11,96	8,38	8,48	14,72	14,84	7,63
T-90	20,72	19,35	21,60	20,82	13,03	12,76	29,32	30,62
Keményység, Shore A	46	49	52	52	51	53	56	56
Keményység öregítéssel 72 óra, 125 °C)	61	59	65	61	64	62	64	59
100% modulus (MPa)	1,17	1,28	1,53	1,57	1,85	1,89	3,07	3,39
300% modulus (MPa)	4,32	4,27	5,22	5,38	6,07	6,06	9,15	10,15
Szilárdság (MPa)	10,45	10,49	10,22	10,85	10,14	10,73	11,77	12,04
Nyúlás (%)	712	757	644	662	651	738	469	398
100% modulus öregítéssel (MPa)	2,27	1,97	2,82	2,16	3,25	2,71	4,31	3,94
300% modulus öregítéssel (MPa)	6,72	5,87	7,18	6,21	9,61	7,79	11,68	11,42
Szilárdság öregítéssel (MPa)	8,66	8,45	8,53	8,03	11,19	11,23	12,58	13,77
Nyúlás öregítéssel (%)	480	572	443	523	462	566	374	418
Fárasztás tönkremenetelig (öregítés nélkül)	31437	56984	24986	53965	106159	85362	17298	12471
Fárasztás tönkremenetelig (öregítéssel)	6934	20197	13702	26046	14698	16317	6538	8011
Tapadás szobahőmérsékleten (önmaga-karkasz) öregítés nélkül (N/mm)	32,79	31,98	19,72	23,62	30,57	29,11	23,54	25,00
Tapadás 100 °C-on (önmaga-karkasz) öregítés nélkül (N/mm)	19,10	18,33	8,66	10,55	17,98	17,77	10,30	10,72



15A-2 táblázat

A 37-44. készítmény tulajdonságai

Tulajdonság	37	38	39	40	41	42	43	44
Mooney beégés 135 °C-on, T5 (min)	16,33	16,72	5,12	3,78	16,17	17,48	4,05	16,55
Mooney beégés 135 °C-on, T10 (min)	19,42	19,55	6,27	4,53	19,38	20,78	4,88	19,35
Mooney viszkozitás (1+4) 100 °C	68,3	71,0	70,6	77,7	67,9	70,6	71,6	67,2
ODR, 3°, 160 °C-on								
MH-ML	30,12	27,90	31,88	30,20	29,05	27,63	24,91	27,98
ML	11,40	13,36	13,54	16,72	12,12	13,85	14,05	12,72
MH	41,52	41,26	45,42	46,92	41,17	41,48	38,96	40,70
T-2	3,63	4,10	4,24	4,79	4,15	4,36	4,20	4,21
T-50	7,63	7,89	14,22	15,17	8,03	8,95	18,01	7,97
T-90	11,70	11,92	29,10	31,18	12,48	14,39	45,37	12,86
Keményiség, Shore A	57	56	57	60	56	56	59	52
Keményiség öregítéssel)72 óra, 125 °C)	68	63	68	63	67	64	65	65
100% modulus (MPa)	2,00	1,80	2,39	2,65	2,00	2,04	2,34	1,62
300% modulus (MPa)	6,03	5,94	7,09	8,06	5,95	6,27	7,18	5,70
Szilárdság (MPa)	9,97	10,88	10,99	12,05	10,00	10,67	12,52	10,00
Nyúlás (%)	675	707	619	598	676	675	659	701
100% modulus öregítéssel (MPa)	3,73	2,58	4,21	3,56	3,8	2,89	3,92	2,95
300% modulus öregítéssel (MPa)	9,63	7,91	10,32	9,72	9,92	8,2	10,13	8,84
Szilárdság öregítéssel (MPa)	10,97	10,82	11,49	12,13	11,02	10,83	12,37	10,89
Nyúlás öregítéssel (%)	455	520	428	479	408	514	462	467
Fárasztás tönkremenetelig (öregítés nélkül)	80001	123851	107148	74309	104171	59696	102587	181028
Fárasztás tönkremenetelig (öregítéssel)	12878	44506	21898	22871	9982	12792	41154	12295
Tapadás szobahőmérsékleten (önmaga-karkasz) öregítés nélkül (N/mm)	29,86	27,68	24,32	24,46	25,86	23,89	17,14	29,14
Tapadás 100 °C-on (önmaga-karkasz) öregítés nélkül (N/mm)	19,25	17,17	9,56	12,25	14,77	14,46	7,59	16,30

A 29-36. készítmény tulajdonságai

Tulajdonság	29	30	31	32	33	34	35	36
Nyersszilárdság, modulus 100% PSI	37,70	41,91	44,52	52,20	49,30	56,26	104,69	87,29
Idő 75% tönkremenetelig a nyújtás végpontjától (min)	1,39	1,58	2,06	2,95	3,21	3,55	70,15	>5 min
Beszakadási szilárdság B szerszám (N/mm)	60,70	62,50	60,82	71,00	70,64	70,28	76,05	84,18
Beszakadási szilárdság B szerszám öregítéssel (N/mm)	57,93	57,02	56,84	53,23	72,86	71,52	79,24	77,52
Beszakadási szilárdság C szerszám (N/mm)	35,00	37,02	33,25	35,49	39,67	38,66	41,30	35,52
Beszakadási szilárdság C szerszám öregítéssel (N/mm)	30,48	29,92	29,01	29,72	36,14	36,97	36,73	36,90
Légáteresztő-képesség 65 °C -1 [cm ³ -cm/cm ² -sec-atm (x 10 ⁸)]	2,04	1,59	1,68	1,42	1,75	1,43	1,55	1,45
Légáteresztő-képesség 65 °C -2 [cm ³ -cm/cm ² -sec-atm (x 10 ⁸)]	1,91	1,54	1,64	1,43	1,84	1,46	1,59	1,48
Átlag	1,98	1,57	1,66	1,43	1,80	1,45	1,57	1,47

-52-

Szabadalmi igénypontok

1. Elasztomer készítmény, amely egy elasztomert, egy töltőanyagot, egy rétegesen szétváló agyagot és egy polibutén feldolgozási olajat tartalmaz,
5 amelynek móltömege (M_n) 400-10000.
2. Az 1. igénypont szerinti készítmény, amelyben az elasztomer egy 4-7 szénatomos izomonoolefinből származó egységet tartalmazó random kopolimer.
3. Az 1. igénypont szerinti készítmény, amelyben az elasztomert halogé-
10 nezett poli(izobutilénj-ko-p-metilsztirol), halogénezett csillag-elágazású butilkaucsuk, halogénezett butilkaucsuk, és ezek elegyei közül választjuk.
4. A 3. igénypont szerinti készítmény, amelyben az elasztomer a kopolimer tömegére vonatkoztatva 0,1-5 tömeg% p-brómmetilsztirolt tartalmazó halogénezett poli(izobutilén-ko-p-metilsztirol).
- 15 5. Az 1-4. igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amelyben a polibutén mennyisége 2-40 phr.
6. Az 1-5. igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amelyben a polibutén viszkozitása 100 °C-on 10-6000 cSt (ASTM D445-97).
7. Az 1-6. igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amely egy
20 termoplasztikus gyantát is tartalmaz.
8. Az 1-7. igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amelyben a töltőanyagot kalcium-karbonát, agyag, csillámpala, szilícium-dioxid és szilikátok, talkum, titán-dioxid, keményítő és egyéb szerves töltőanyagok, például faliszt, korom és ezek elegyei közül választjuk.
- 25 9. Az 1-8. igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amelyben a rétegesen szétválasztott agyagot rétegesen szétválasztott természetes vagy szintetikus montmorillonit, nontronit, beidellit, volkonskoit, laponit, hektorit, szaponit, szaukonit, magadit, kenyait, stevenzit, vermikulit, halloyzit, alumínium-oxidok, hidrotalcit és ezek elegyei közül választjuk.

10. Az 1-9. igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amelyben a polibutén feldolgozási olaj izobutilénből származó egységek és 1-buténből származó egységek kopolimerje.

5 11. Az 1-10. igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amely tartalmaz egy szekunder elasztomert is, amelyet természetes kaucsukok, poliizoprén kaucsuk, sztírol-butadién kaucsuk (SBR), polibutadién kaucsuk, izoprén-butadién kaucsuk (IBR), sztírol-izoprén-butadién kaucsuk (SIBR), etilén-propilén kaucsuk, etilén-propilén-dién kaucsuk (EPDM), poliszulfid, nitrilkaucsuk, propilén-oxid polimerek, csillag-elágazású butilkaucsuk, halogénezett csillag-
10 -elágazású butilkaucsuk, brómozott butilkaucsuk, klórozott butilkaucsuk, csillag-elágazású poliizobutilén kaucsuk, csillag-elágazú brómozott butil (poliizobutilén/izoprén kopolimer) kaucsuk, izobutilén/metilsztírol kopolimerek, például izobutilén/meta-brómmetilsztírol, izobutilén/brómmetilsztírol, izobutilén/klórmetsztírol, halogénezett izobutilén-ciklopentadién és izobuti-
15 lén/klórmetsztírol, és ezek elegyei közül választunk.

12. Légzáró vagy gumiabroncs belső kísérőszövet, amely az 1-11. igénypontok bármelyike szerinti készítményt tartalmaz.

13. Az 1-11. igénypontok bármelyike szerinti készítmény alkalmazása légzáróban vagy gumiabroncs belső kísérőszövetben.

20 14. Eljárás, **azzal jellemezve**, hogy egy elasztomert, egy töltőanyagot, egy rétegesen szétválasztott agyagot, egy polibutén feldolgozási olajat, amelynek móltömege (Mn) 400-10000, és egy vulkanizálószer összekeverünk, és a keveréket vulkanizáljuk.

A meghatalmazott:

DANUBIA

Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.

dr. Kiss Ildikó

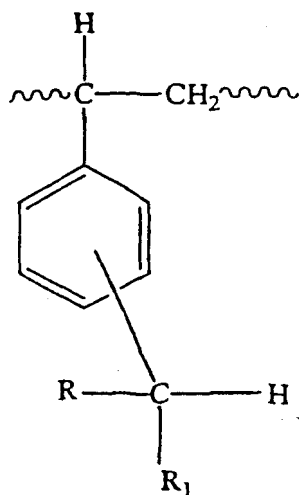
szabadalmi ügyvivő

35322

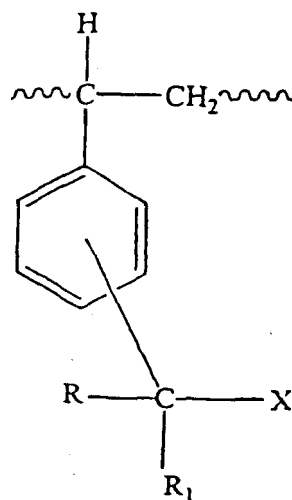
KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

POS 02975^{1/1}

A2



(1)



(2)