

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

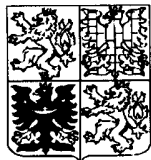
zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2639-98

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **20. 02. 97**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **23.02.96**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **96/012207**

(33) Země priority: **US**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **13. 01. 99**
(Věstník č. 1/99)

(86) PCT číslo: **PCT/US97/02644**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 97/31053**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶:

C 08 J 9/00

(71) Přihlášovatel:

THE DOW CHEMICAL COMPANY, Midland,
MI, US;

(72) Původce:

Karande Seema V., Missouri City, TX, US;
Solc Jitka H., Midland, MI, US;
Chou Chai-Jing, Missouri City, TX, US;
Suh Kyung W., Granville, OH, US;

(74) Zástupce:

PATENTSERVIS PRAHA a.s., Jivenská 1,
Praha 4, 14000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Polymerní pěny

(57) Anotace:

Polymerní pěna je připravená rozptýlením organofilní mnohovrstevné látky do taveniny obsahující olefinový nebo styrenový polymer, jenž obsahuje polární skupiny, takže alespoň část polymeru se vsune mezi vrstvy částic, a expanzí polymeru pomocí vhodného pěnicího činidla za takových podmínek, aby vznikla polymerní pěna. Organofilní mnohovrstevná látka může být rozptýlená do olefinového nebo styrenového monomeru, který pak může polymerovat za vzniku taveniny, a to před nebo spolu se vznikem pěny.

CZ 2639-98 A3

POLYMERNÍ PĚNA

OBLAST TECHNIKY

Tento vynález se týká polymerních pěn připravených z pryskyřic, které obsahují rozptýlené delaminované nebo odlupovatelné organofilní mnohovrstevné částice.

Nanosloženiny, jenž jsou směsmi, které obsahují jednotlivé vrstvy jako jsou křemičitanové vrstvy (1 až 100 nm tlusté) rozptýlené v kontinuální polymerní matici, zlepšují fyzikální vlastnosti polymeru při mnohem nižším keramickém obsahu než konvenčně připravené skelně nebo minerálně vyztužené polymery. Tyto nanosloženiny mohou být připraveny způsobem skládajícím se ze dvou kroků, kde první krok zahrnuje modifikaci mnohovrstevných částic, obecně iontovou výměnou sodných nebo draselných iontů (které existují v přírodní formě slídových křemičitanů) za organické kationty (např. alkylamoniumkřemičitany nebo vhodné organosilany). Tento modifikační krok může učinit obvykle hydrofilní slídové silikáty organofilními. Ve druhém kroku pak tavenina polymeru (nebo monomer, který je polymerizován *in situ*) a interkalované částice mohou být vzájemně sloučeny za vzniku polymeru se zlepšenými fyzikálními vlastnostmi.

DOSAVADNÍ STAV TECHNIKY

Nanosloženiny jsou popsány v U.S. Patents 4,739,007; 4,618,528; 4,528,235; 4,874,728; 4,889,885; 4,810,734 a 5,385,776 a v WO 93/11190.

Předkládaný vynález je zaměřen na zlepšení fyzikálních vlastností polymerních pěn pomocí takové polymerní pěny, která je připravena způsobem zahrnující kroky: a) rozptýlení organofilních mnohovrstevných částic do taveniny obsahující olefinový nebo styrenový polymer, jenž má polární skupiny, takže se alespoň část polymeru zasune mezi vrstvy částic a b) expanzi polymeru s pěnicím činidlem za takových podmínek, aby vznikla polymerní pěna.

V druhém případě je v předkládaném vynálezu polymerní pěna připravena způsobem, jenž zahrnuje kroky: a) rozptýlení organofilních mnohovrstevných částic do polymerizujícího olefinového nebo styrenového monomeru, jenž má polární skupinu, takže alespoň část monomeru se zasune mezi vrstvy částic, b) vznik taveniny polymeru z monomeru a c) expanzi polymeru s pěnicím činidlem za takových podmínek, aby vznikla polymerní pěna.

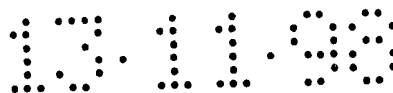
PODSTATA VYNÁLEZU

Polymerní pěna v předkládaném vynálezu ukazuje zlepšení pružnosti a zvýšení obnovených elastických vlastností. Kromě toho přináší zlepšení izolace a odolnosti proti vzplanutí, vyšší odolnost proti difúzi kapalin a plynů, zvýšení odolnosti proti nárazu může být provedeno srovnáním s pěnamí, které nejsou připravené expanzí vhodného funkčně modifikovaného polymeru vsunutého mezi vrstvy organofilního mnohovrstevného materiálu.

Polymerní pěna v předkládaném vynálezu může být připravena pomocí těchto kroků: rozptýlením organofilních mnohovrstevných částic do taveniny obsahující olefinový nebo styrenový polymer, jenž obsahuje polární skupiny, takže se alespoň část polymeru vsune mezi vrstvy částic a expanzí polymeru s pěnicím činidlem za takových podmínek, že se vytvoří polymerní pěna. Jako alternativa je rozptýlení organofilních mnohovrstevných částic do olefinových nebo styrenových monomerů nebo prepolymerů nebo jejich kombinace a následná polymerace na místě před nebo současně s krokem napěnění za vzniku polymerní pěny.

Organofilní mnohovrstevné částice vhodné pro přípravu polymerní pěny mohou být připraveny z hydrofilních fylosilikátů pomocí metod, jenž jsou ve stavu techniky dobře známé. Příklad takových materiálů jsou smektové jílové minerály, jako je montmorilonit, nontronit, beidelit, volkonskoit, hectorit, saponit, sauconit, magadiit, kenyaite a vermiculit. Jiné vhodné mnohovrstevné částice obsahují ilitové minerály, jako je ledikit a příměsi ilitů s jílovitými výše jmenovanými minerály. Jiné vhodné mnohovrstevné částice, zvláště vhodné s anionovými polymery, jsou vrstevné dvojhydroxidy, jako je $\text{Mg}_6\text{Al}_{3,4}(\text{OH})_{18,8}(\text{CO}_3)_{1,7}\text{H}_2\text{O}$ (viz W. T. Reichle, J. Catal. Vol. 94, p. 547 (1985)), které obsahují pozitivně nabitě vrstvy a vyměnitelné aniony v prostoru mezi vrstvami. Jiné mnohovrstevné částice obsahující malý nebo vůbec žádný náboj na vrstvách mohou být vhodné pro takové provedení vynálezu, kdy se mezi vrstvy vsune bobtnající činidlo, které pak rozepne prostor mezi vrstvami. Takové materiály obsahují chloridy, jako je ReCl_3 a FeOCl , chalkogenidy jako je TiS_2 , MoS_3 a MoS_3 , kyanidy jako je $\text{Ni}(\text{CN})_2$ a oxidy jako je $\text{H}_2\text{Si}_2\text{O}_5$, V_5O_{13} , HTiNbO_5 , $\text{Cr}_{0,5}\text{V}_{0,5}\text{S}_2$, $\text{W}_{0,2}\text{V}_{2,8}\text{O}_7$, Cr_3O_8 , $\text{MoO}_3(\text{OH})_2$, $\text{VOPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{MnHAsO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ a $\text{Ag}_6\text{Mo}_{10}\text{O}_{33}$.

Hydrofilní mnohovrstevné částice mohou být převedeny na organofilní pomocí výměny sodného, draselného nebo vápenatého kationtu za vhodný materiál, jako je ve vodě rozpustný polymer, kvartérní amoniová sůl, amfoterní povrchově aktivní látka, cholinová sloučenina a podobně. Reprezentativní příklady vyměnitelných ve vodě rozpustných polymerů jsou vinylalkohol (například, polyvinylalkohol), polyalkylenglykol jako je polyethylenglykol, ve vodě rozpustné celulosové polymery, jako je methylcelulosa a karboxymethylcelulosa, polymery



ethylenově nenasycených karboxylových kyselin, jako je polyakrylová kyselina a její soli a polyvinylpyrolidon.

Reprezentativní příklady kvartérních amoniových solí (kationové povrchově aktivní látky), které mohou být použity v tomto vynálezu, zahrnují kvartérní amoniové soli, které mají oktadecylové, hexadecylové, tetradecylové nebo dodecylové skupiny. Upřednostňovány kvartérní amoniové soli jsou dimethyldihydrogenlojová amoniová sůl, oktadecyltrimethylamoniová sůl, dioktadecyldimethylamoniová sůl, hexadecyltrimethylamoniová sůl, dihexadecyldimethylamoniová sůl, tetradecyltrimethylamoniová sůl a ditetradecyldimethylamoniová sůl.

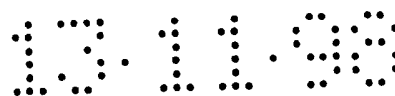
Upřednostňovány organofilní mnohovrstevné částice jsou ty, jenž jsou připravené iontovou výměnou kationtů kvartérních amoniových solí. Ještě více upřednostňován organofilní mnohovrstevný materiál je montmorilonitový jíl podrobený chemickému působení kvartérní amoniové soli, nejlépe pak dimethyldihydrogenlojové amoniové soli, komerčně prodáváný pod názvem CLAYTONE™ HY (obchodní značka Southern Clay Products).

Organofilní mnohovrstevné částice mohou být také připraveny pomocí výměny sodných, draselných nebo vápenatých kationtů za anorganické látky, polymerní sloučeniny získané hydrolýzou polymerizovatelných kovových alkoholátů jako je $\text{Si}(\text{OR})_4$, $\text{Al}(\text{OR})_3$, $\text{Ge}(\text{OR})_4$, $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$, $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$, $\text{Ge}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$ nebo $\text{Ge}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ a to každé zvlášť nebo jakékoli jejich kombinace. Alternativně může být anorganický materiál koloidní anorganická látka. Reprezentativní koloidní látky, které se mohou použít, jsou SiO_2 , SbO_3 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2 a SnO_2 a to buď samostatně nebo v jakékoli jejich kombinaci.

Organofilní mnohovrstevný materiál může být také připraven výměnou funkčně modifikovaných organosilanových látek, jak je uvedeno v WO 93/11190, str. 9 až 21.

Koncentrace mnohovrstevných částic v polymeru závisí na jeho použití, ale lépe je, když není menší než 0,1 hmotnostních procent polymeru, ještě lépe pak 0,5 hmotnostních procent a nejlépe, když není menší než 1 hmotnostní procento polymeru. Na druhou stranu je vhodné, když obsah těchto částic není vyšší než 40 hmotnostních procent polymeru, ještě lépe než 20 hmotnostních procent a nejlépe, když obsah těchto částic není větší než 10 hmotnostních procent polymeru.

Polymerní pěna je připravena alespoň z části z olefinových nebo styrenových polymerů, jenž mají funkční skupiny. Zde používaný termín „polární funkční skupina“ se týká polymeru, který obsahuje skupinu, nebo skupiny s dipólovým moment, jako je anhydrid, karboxylová kyselina, hydroxy, silan, chlor, brom nebo esterová skupina nebo jejich kombinace. Polymer obsahující polární funkční skupiny může být připraven, například, polymerizací vhodného monomeru, který obsahuje polární funkční skupinu, kopolymerizací vhodného monomeru, který obsahuje polární

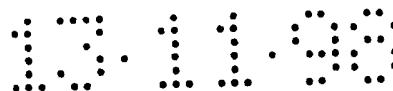


funkční skupinu s jiným vhodným monomerem, nebo navázáním polárních funkčních skupin na polymerní skelet. Pěnová disperze může být také připravena z polymeru, jenž obsahuje polární funkční skupiny, který je smíchán s polymerem, který neobsahuje polární funkční skupiny.

Styrenové nebo olefinové polymery roubované anhydridem kyseliny maleinové nebo vinylsilanem, nebo styrenové nebo olefinové monomery kopolymerizované s maleinovým anhydridem nebo vinylsilany jsou zvláště vhodné, protože jak maleinové anhydridové skupiny tak silylové skupiny mohou sloužit jako ochrana reaglomerace destičkových částic. Upřednostňované vinylsilany obsahují vinyl-Si(OR)₃, kde každé R je nezávisle methyl, ethyl nebo propyl, výhodněji pak methyl nebo ethyl a nejvýhodněji pak methyl.

Styrenové polymery odvozené ze styrenu, α -methylstyrenu, ethylstyrenu, vinyltoluenu, chlorstyrenu nebo bromstyrenu a jejich směsi, jsou také vhodné. Tyto styrenové monomery mohou být kopolymerizované s jinými ethylenově nenasycenými sloučeninami, jako je akrylová kyselina, methakrylová kyselina, ethakrylová kyselina, anhydrid kyseliny maleinové, maleinová kyselina, 2-methylensukcinová kyselina, methylakrylát, methylmethakrylát, buthylakrylát, butylmethakrylát, akrylonitril, vinylalkohol, amidy a butadien.

Olefinové polymery zahrnují polypropylen, polyethylen a jejich kopolymery a směsi, stejně jako ethylenpropylen dieny termopolymery. Upřednostňované olefinové polymery pro výrobu pěnových struktur obsahují polypropylen, lineární vysokohustotní polyethylen (HDPE), heterogenně větvený lineární nízkohustotní polyethylen (LLDPE) jako je DOWLEXTM polyethylenová pryskyřice (obchodní značka The Dow Chemical Company), heterogenně větvený supernízkohustotní lineární polyethylen (ULDPE) jako je ATTANETM ULDPE (obchodní značka The Dow Chemical Company), heterogenně větvené lineární ethylen/ α -olefinové kopolymery jako jsou TAFMERTM (obchodní značka Mitsui PetroChemicals Company Limited) a EXACTTM (obchodní značka Exxon Chemical Company), které mohou být připraveny, jak je popsáno v U.S. Patent 3,645,922; homogenně větvené lineární ethylen/ α -olefinové polymery jako jsou AFFINITYTM polyolefinové plastomery (obchodní značka The Dow Chemical Company) a ENGAGETM polyolefinové elastomery (obchodní značka DuPont Dow Elastomers LLC), které mohou být připraveny jak je uvedeno v U.S. Patents 5,272,236 a 5,278,272; a vysokotlaké, volnými radikály polymerizované ethylenové polymery a kopolymery jako je nízkohustotní polyethylen (LDPE). Více upřednostňované olefinové polymery jsou homogenně větvené lineární a značně lineární ethylenové kopolymery o hustotě (měřeno ve shodě s ASTM2 D-792) od 0,85 g/cm³ do 0,965 g/cm³, výhodněji pak od 0,86 g/cm³ do 0,92 g/cm³ ještě výhodněji pak od 0,86 g/cm³ do 0,90 g/cm³ a nejvýhodněji pak o hustotě od 0,86 g/cm³ do 0,88 g/cm³, s poměrem váhového průměru molekulové váhy k počtu průměrné



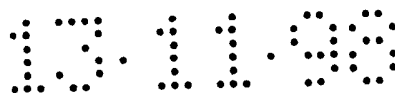
molekulové váhy (M_w/M_n) od 1,5 do 3,0, se změřeným tavným indexem (měřeným ve shodě s ASTM D-1238 (190/2.16)) od 0,1 g/10 minut do 100 g/10 minut, a tavným poměrem (I_{10}/I_2) do 20 (měřeným ve shodě s ASTM D-1238 (190/10)).

Upřednostňované olefinové polymery s polární funkční skupinou obsahují homogenně větvené lineární a značně lineární ethylenové kopolymery roubované polárními funkčními skupinami, ethylenakrylovou kyselinou (EAA), jako je PRIMACOR™ (obchodní značka The Dow Chemical Company), ethylenmethakrylovou kyselinou (EMAA) a ethylenvinylacetátem, jako polymery ESCORENE™ (obchodní značka Exxon Chemical Company), a ELVAX™ (obchodní značka E. I. du Pont de Nemours & Co.). Více upřednostňovány jsou olefinové polymery obsahující polární funkční skupiny, které zahrnují v podstatě lineární ethylen-1- C_4 - C_8 alken kopolymer roubovaný anhydridem kyseliny maleinové (jehož příprava je popsána v U.S. Patent 5,346,963) nebo vinyltrimethoxysilanem, nejvíce upřednostňován je pak ethylen-1-oktenový kopolymer roubovaný anhydridem kyseliny maleinové (jehož příprava je popsána v U.S. Patent 5,346,963) nebo vinyltrimethoxysilanem a jenž má hustotu od 0,86 g/cm³ do 0,88 g/cm³.

Výhodněji je pěna připravována z přísady olefinového polymeru, který obsahuje polární funkční skupiny a olefinového polymeru bez těchto skupin. Ještě výhodněji když váhový poměr olefinového polymeru bez funkčních skupin k olefinovému polymeru, který obsahuje polární funkční skupiny není větší než 10:1, ještě lépe pak 5:1, ještě lépe když není menší než 1:1 a nejlépe pak když není menší než 3:1.

Výhodnější je, když koncentrace polární funkční skupiny na polymeru není menší než 0,1 hmotnostních procent, ještě výhodněji pak 0,5 hmotnostních procent a nejvýhodněji když není menší než 1 hmotnostní procento, vztaheno na celkovou hmotnost styrenu nebo olefinového monomeru a polární funkční skupiny. Výhodnější je, když koncentrace polární funkční skupiny není větší než 20 hmotnostních procent, ještě lépe když není větší než 15 hmotnostních procent a výhodněji když není větší než 10 hmotnostních procent a nejvýhodněji když není větší než 5 hmotnostních procent, vztaheno k celkové hmotnosti polymeru a polární funkční skupiny.

Vulkanizované a termoplastické gumy používané v praktické části tohoto vynálezu mohou být také široce pozměněny. Příkladem takových gum jsou bromovaný butylkaučuk, chlorované polyolefiny, jako jsou chlorovaný polyethylen a chlorovaný butylkaučuk, fluorelastomery, butadien/akrylonitrilové elastomery, silikonové elastomery, polybutadien, polyisobutylen, sulfonovaný ethylenpropylendien terpolymery, polychloropren, poly-2,3-dimethylbutadien, polybutadienpentadien, chlorsulfonované polyolefiny, jako jsou chlorsulfonované polyethyleny a polysulfidové elastomery.



Organofilní mnohvrstevné části mohou být rozptýleny v *in situ* polymerizovaném monomeru nebo prepolymeru metodami známými ve stavu techniky například, jak je uvedeno v WO 93/11190, str. 26 až 28.

Směsi mohou zahrnovat řadu možných složek, jež jsou aditiva obvykle používána s polymery. Tyto možné složky zahrnují nukleátory, plnidla, plastifikátory, účinné modifikátory, prodlužovače řetězce, barviva, protiplísňové lubrikanty, antistatika, pigmenty a retardátory ohně. Tyto volitelné složky a vhodné množství jsou pro pracovníky ve stavu techniky dobře známy.

Rozptýlené předformované polymerové taveniny nebo polymery připravené *in situ* mohou být převedeny do pěny vhodnými prostředky, jak je ve stavu techniky známo. Chemická pěnicí činidla jako je azodikarbamid, 4,4'-oxybisbenzensulfonylhydrazid nebo dinitroso-pentamethylenetetramin nebo fyzikální pěnicí činidla jako je oxid uhličitý, freony a lehké uhlovodíky, mohou být ve styku s taveninou polymeru nebo reaktivními meziprodukty, které obsahují interkalační mnohvrstevné částice, za vzniku pěnového gelu, který pak může být extrudován do pěny. Pěnicí činidlo může být inkorporováno do taveniny polymeru nebo reaktivních meziproduktů vhodnými způsoby, jako jsou extruze, míchání nebo směšování. Pěnicí činidlo je přednostně mícháno s taveninou polymeru nebo reaktivními meziprodukty za zvýšeného tlaku dostačujícímu k tomu, aby se pěnicí činidlo homogenně rozptýlilo. Překvapivě bylo objeveno, že přítomnost rozptýlených destiček může snížit ztrátu vneseného plynu z pěny tím, že udržují tvar pěny.

Jiné metody tvorby pěny jsou popsány v U.S. Patents 5,340,840 od 13. odstavce 49. řádku do 14. odstavce 1. až 35. řádku spolu s příslušným výkladem U.S. Patents 4,323,528, 4,379,859 a 4,464,484. Také K. W. Suh a D. D. Webb v „Cellular Materials“ z *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*, Vol. 3, Second Edition, str. 1 až 59 (1985) a C. P. Park v „Polyolefin Foams“ z *Handbook of Polymeric Foams and Foam Technology*, Hanser Publishers, New York, str. 187 až 242 (1991).

Pěny v předkládaném vynálezu vykazují užitečné vlastnosti, například zvýšení meze průtažnosti a třetího tažného modulu, i když byly vystaveny účinku polárního média jako voda nebo methanol, zvýšení rezistence vůči teplu a zvýšení účinné síly, jak je porovnáno s pěny, které nezahrnují rozptýlení vrstevných materiálů. Zlepšení vlastností bylo pozorováno, i když bylo použito menší množství vrstevného materiálu. Překvapivě také bylo objeveno, že Asker C o tvrdosti 0,885 g/cm³ hustoty polyolefinové elastomerické pryskyřice (40 až 45) může dosáhnout bez podstatné ztráty pružnosti nebo hystereze vlastnosti pryskyřice o hustotě 0,87 g/cm³ přidáním malého množství (méně než 5 %) iontoměnného organofilního jílu do pryskyřice o hustotě 0,87 g/cm³, která je roubovaná polárními substituenty, jako je anhydrid

kyseliny maleinové nebo vinyltrimethoxysilan. Tedy, žádoucí a neobvyklá kombinace vysoké tvrdosti, nízké hystereze a vysoké pružnosti může být dosažena pomocí přidavku iontoměnného organofilního jílu do nízkohustotního polyolefinového materiálu, který obsahuje polární funkční skupiny.

Následující příklady jsou pouze pro ilustrativní účely a neměly by být chápány jako limitující rozsah vynálezu.

PŘÍKLADY PROVEDENÍ VYNÁLEZU

Příklad 1: VTMS – roubované polyolefinové elastomerové gumové pěny obsahující montmorilonitový organofilní jíl

Vinyltrimethoxysilan (1,5 hmotnostních procent), AFFINITY™ EG8200 pryskyřice (98,425 hmotnostních procent) a dikumylperoxid (0,075 hmotnostních procent) byly míchány 30 minut. Směs byla poté smíchána ve dvouvrtulovém extrudéru Werner-Pfleiderer ZSK-30, který pracoval za podmínek uvedených v tabulce I. (AFFINITY™ EG8200 pryskyřice je v podstatě lineární ethylen-1-oktenový kopolymer, který má index tání 5 g/10 minut, hustotu 0,870 g/cm³, I₁₀/I₂ rovno 7 a M_w/M_n rovno 2). Oblasti 1 až 5 znamenají teplotní oblasti extrudéru.

Tabulka I:

Oblast 1 (°C)	130
Oblast 2 (°C)	172
Oblast 3 (°C)	185
Oblast 4 (°C)	211
Oblast 5 (°C)	209
Lisovací teplota (°C)	197
Teplota tání (°C)	225
Točivý moment extrudéru	70
RPM extrudéru	100
Lisovací tlak (psi/kPa)	390/2690
Teplota vodní lázně (°C)	15

Výsledný polymer (AFFINITY EG 8200.g.VTMS) byl použit k přípravě gumy, jak je uvedeno v tabulce II. CLAYTONETMHY (obchodní název Southern Clay Products) je montmorilonitový jíl ošetřený dimethyl dihydrogenovaným amonniovým lojem. Další činidlo je SARTOMERTM 350 monomer, trimethylolpropantrimethakrylátové zesíťující činidlo (obchodní název Sartomer Company). Přípravek byl připraven mícháním složek v Banbury velikosti BR, vnitřním vsádkovým mixeru, při teplotě od 95 °C do 110 °C po dobu 4 až 5 minut. Směs byla poté vytvarována válcovacím zařízením zahřátém na 80 °C na 1/4 palce (0,6 cm) až 1/2 palce (1,3 cm) silnou folii. Kolem 200 g takto připravené směsi bylo umístěno do rámu 5 palců x 5 palců x 0,5 palce (12,7 cm x 12,7 cm x 1,3 cm). Materiál byl umístěn do tlakového lisu Tetrahedron MTP-8 při teplotě 120 °C na 20 minut, při tlaku 1 tuna (0,56 MPa), poté ihned lisován v autohydraulickém lisu Carver (model 3895) při teplotě 175 °C a tlaku 25 tun (14 MPa) na 7 až 8 minut. Materiál byl pěněn při 150 °C až 160 °C, tlaku 25 tun (14 MPa) asi 45 minut. Hustota pěny byla měřena prvním řezáním pěny na 1,5 palce x 1,5 palce čtverečních (3,8 cm² x 3,8 cm²). Povrch pěny byl odstraněn a vzorek vrstvy upraven na 0,5 palce (1,3 cm) oboustranným odřezávačem Hobart. Posuvným měřítkem se změřily rozměry čtverců. Vzorek byl zvážěn a hustota byla stanovena dělením hmotnosti vzorku jeho objemem. Statická komprese byla stanovena měřením původní vrstvy vzorku použitím posuvného měřítka. Vzorek byl poté vylišován na 50 % použitím 0,25 palce (0,63 cm) rozpěrek v zařízení na měření statického ustrnutí v tlaku, jak je popsáno v ASTM D-395 metoda B. Hustota pěny byla 0,14 g/cm³ ± 0,01, statické stlačení bylo 62 % ± 4, tvrdost Asker C byla 43 ± 2 měřená tvrdoměrem Asker C, pružnost byla 59 % ± 1 měřená ve shodě s ASTM D-3574-86 a hystereze byla 10,8 % ± 0,1.

Tabulka II:

Složka	Množství (% pryskyřice)
AFFINITY TM EG 8200.g.VTMS pryskyřice	100
Azodikarbamid	3,0
Stearát zinečnatý	0,5
Oxid zinečnatý	1,0
IRGANOX TM 1010 antioxidant	0,1
Dikumylperoxid (40 % aktivní)	1,0
Zesilující činidlo	1,25
Dilaureát dibutyltin	0,01
TiO ₂	3,0
CLAYTONE TM HY	4,5

Příklad 2: VTMS – roubované polyolefinové elastomerové gumové pěny obsahující montmorilonitový organofilní jíl

Způsob tvorby gumových pěn, který byl popsán v příkladu 1, byl použit v tomto příkladu. Přípravek je popsán v tabulce III.

Tabulka III

Složka	Množství (% pryskyřice)
AFFINITY TM EG 8200.g.VTMS pryskyřice	100
Azodikarbamid	3.0
Oxid zinečnatý	1
Dikumylperoxid (40 % aktivní)	0.8
Zesilující činidlo	2.5
TiO ₂	3.0
CLAYTONE TM HY	3.0

Tlak byl 65,3 % $\pm$ 2 %, tvrdost Asker C byla 51 a pružnost byla 58.

Příklad 3: MAH - roubovaný polyolefinové elastomerové gumové pěny obsahující montmorilonitový organofilní jíl

Anhydrid kyseliny maleinové (MAH) roubovaný nelineární ethylen-1-oktenový kopolymer byl získán od The Dow Chemical Company. (Způsob přípravy této látky byl popsán v U.S. Patent 5.346,963). Roubovaná látka (AFFINITYTMEG 8200.g.MAH) obsahovala 98,12 % AFFINITYTMEG 8200, 1,4 % MAH, 0,12 % di(ter.-butylperoxid) a 0,36 % minerálního oleje. Gumová pěna byla připravena použitím AFFINITYTMEG 8200.g.MAH a AFFINITYTMEG 8200. Přípravek je popsán v tabulce IV. (IRGANOXTM je obchodní název Ciba-Geigy).

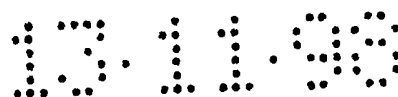
Tabulka IV:

Složka	Množství (% pryskyřice)
AFFINITY TM EG 8200 pryskyřice	80
AFFINITY TM EG 8200.g.MAH pryskyřice	20
Azodikarbamid	2,75
Stearát zinečnatý	0,5
Oxid zinečnatý	1,0
IRGANOX TM 1010 antioxidant	0,1
Dikumylperoxid (40 % aktivní)	1,5
Zesilující činidlo	1,75
TiO ₂	3
CLAYTONE TM HY	4,5

Pěna byla připravena podle formulace, jak je popsán v příkladu 1. Hustota pěny byla 0,14g/cm³ ± 0,01, tvrdost Asker C byla 45 ± 2, pružnost byla 45 % ± 1 a statické ustrnutí v tlaku bylo 80.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Polymerní pěna vyznačující se tím, že je připravena způsobem zahrnujícím kroky:
a) disperzí organofilního mnohovrstevného materiálu do taveniny obsahující olefinový nebo styrenový mající polární funkční skupiny, takže alespoň část polymeru se vsune mezi vrstvy částic, b) expanzí polymeru pomocí pěnicího činidla za takových podmínek, že vznikne polymerní pěna.
2. Polymerní pěna podle nároku 1 vyznačující se tím, že zde obsažené olefinové nebo styrenové polymery mají polární funkční skupiny obsahující anhydrid, karboxylovou kyselinu, hydroxy, silan, chlor, brom nebo esterové funkční skupiny.
3. Polymerní pěna podle nároků 1 a 2 vyznačující se tím, že zde obsažené olefinové nebo styrenové polymery s polární funkční skupinou jsou olefinové nebo styrenové polymery obsahující maleinovou anhydridovou skupinu nebo vinyl-Si(OR)₃ skupinu na ně naroubovanou, a kde každý R je nezávisle methyl, ethyl nebo propyl a kde olefinový polymer je polypropylen, nízkohustotní polyethylen, lineární vysokohustotní polyethylen, heterogenně větvený lineární nízkohustotní polyethylen, ethylen-propylendienterpolymer, heterogenně větvený lineární supernízkohustotní polyethylen, homogenně větvený lineární ethylen/ α -olefinový kopolymer, homogenně větvený, značně lineární ethylen/ α -olefinový polymer, polystyren nebo poly- α -methylstyren.
4. Polymerní pěna podle nároků 1 až 3 vyznačující se tím, že zde obsažený organofilní mnohovrstevný materiál je kvartérní amoniová sůl montmorilonitu.
5. Polymerní pěna podle nároku 4 vyznačující se tím, že zde obsažená kvarterní amoniová sůl je dimethyldihydrogenlojová amoniová sůl, oktadecyltrimethylamoniová sůl dioktadecyl-dimethylamoniová sůl, hexadecyltrimethylamoniová sůl, dihexadecyldimethylamoniová sůl, tetradecyltrimethylamoniová sůl a ditetradecyldimethylamoniová sůl.
6. Polymerní pěna podle nároku 1 až 5 vyznačující se tím, že zde obsažená tavenina dále obsahuje olefinové nebo styrenové polymery, které nemají polární funkční skupiny.



7. Polymerní pěna podle nároku 6 vyznačující se tím, že zde obsažený olefinový polymer bez polární funkční skupiny je homogenně větvený lineární ethylen/ α -olefinový kopolymer a homogenně větvený značně lineární ethylen/ α -olefinový polymer, jenž má hustotu od $0,85 \text{ g/cm}^3$ do $0,965 \text{ g/cm}^3$, M_w/M_n od 1,5 do 3,0 a tavný index od 0,1 do 100 g/10 minut a I_{10}/I_2 od 6 do 20.
8. Polymerní pěna podle nároku 1 až 5 vyznačující se tím, že zde obsažené organofilní mnohovrstevné částice jsou v množství od 1 do 10 hmotnostních procent polymerní taveniny, založené na hmotnosti pryskyřice.
9. Polymerní pěna podle nároku 8 vyznačující se tím, že zde obsažená polymerní tavenina obsahuje směs heterogenně větveného značně lineárního ethylen-1-oktenového kopolymery, který neobsahuje polární funkční skupiny a heterogenně větveného značně lineárního ethylen-1-oktenového kopolymery funkčně modifikovaného maleinovým anhydridem nebo vinyltrimethylsilanem.
10. Polymerní pěna podle nároku 9 vyznačující se tím, že zde obsažená polymerní tavenina má hustotu od $0,86 \text{ g/cm}^3$ do $0,88 \text{ g/cm}^3$.
11. Polymerní pěna podle nároku 10 vyznačující se tím, že hmotnostní poměr kopolymery bez funkční skupiny k polymeru s funkční skupinou je v rozsahu od 1:1 do 10:1.
12. Polymerní pěna podle nároku 11 vyznačující se tím, že hmotnostní poměr kopolymery bez funkční skupiny k polymeru s funkční skupinou je v rozsahu od 3:1 do 5:1.
13. Polymerní pěna podle kteréhokoliv z nároků 1, 4 nebo 5 vyznačující se tím, že zde obsažená tavenina obsahuje olefinový polymer, jenž má polární funkční skupiny, jako je kopolymer ethylen-ethylenakrylové kyseliny, ethylen-ethylvinylacetátový kopolymer nebo kopolymer ethylen-ethylenmethakrylové kyseliny.
14. Polymerní pěna vyznačující se tím, že je připravena způsobem zahrnujícím kroky:
 - a) disperzi organofilních mnohovrstevných částic do polymerizovatelného olefinového nebo styrenového monomeru majícího polární funkční skupiny, takže alespoň část monomeru se

vsune mezi vrstvy částic, b) vznik polymerní taveniny z monomeru a c) expanzi polymeru pomocí pěnicího činidla za takových podmínek, že vznikne polymerní pěna.