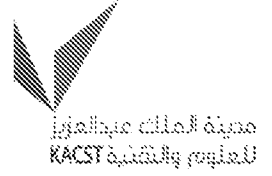


بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



المملكة العربية السعودية
مدينة الملك عبدالعزيز للعلوم والتقنية

إن المشرف العام على مكتب البراءات السعودي، وبموجب أحكام نظام براءات الاختراع والتصميمات التخطيطية للدارات المتكاملة والأصناف النباتية والنماذج الصناعية الصادر بالمرسوم الملكي الكريم رقم م/٢٧ وتاريخ ٢٩/٠٥/١٤٢٥هـ، واستناداً لأحكام اللائحة التنفيذية له الصادرة بالقرار الإداري رقم ١٠/م/١١٨٨٢٨ وتاريخ ١٤/١١/١٤٢٥هـ،
يقرر منح:

لأنكسيس انترناشونال اس. ايه.

LANXESS International S.A.

براءة اختراع رقم ٤٥٢١

بتاريخ ١٣/٠٢/١٤٣٧هـ الموافق ٢٥/١١/٢٠١٥ م

عن الاختراع المسمى/ عملية لإنتاج مطاط البيوتيل المعالج بالبروم

Process for producing brominated butyl rubber

ولمالك البراءة الحق في الانتفاع بكامل الحقوق التي يمنحها النظام في المملكة العربية السعودية.

المشرف العام على مكتب البراءات السعودي

م. سامي بن علي السديس

عملية لإنتاج مطاط البيوتيل المعالج بالبروم

Process for producing brominated butyl rubber

الوصف الكامل

خلفية الاختراع

يتعلق الإختراع بطريقة مفضلة بيئياً ، فعالة بالطاقة لتحضير مطاط rubbers البيوتيل butyl المعالج بالبروم brominated الذى يستخدم البروم bromine أو بادئ precursor البروم أو كلاهما وعامل مؤكسد oxidizing agent لتحسين إستخدام utilization البروم. وفى تجسيم مفضل يستخدم وسط medium أليفاتى aliphatic شائع لكل من بلمرة polymerization المحلول وإضافة البروم bromination التالية للمطاط.

يعد مطاط البيوتيل مثل مطاط أيزوبيوتين-أيزوبرين (IIR) isobutene-isoprene rubber ونظائره analogues المهلجنة halogenated بمثابة فئة class هامة important من المطاط الصناعى synthetic.

١٠ وفى الطريقة التقليدية لإنتاج مطاط البيوتيل المعالج بالبروم (المشار له أيضاً بمطاط البرومو بيوتيل أو brominated isobutene-isoprene rubber BIIR) مثلاً يتم بلمرة polymerized الأيزوبيوتين isobutene والأيزوبرين isoprene أولاً فى وسط هالوهيدروكربون halohydrocarbon قطبى ، مثل كلوريد الميثيل methyl chloride مع نظام بدائى initiating system أساسه ألومينيوم aluminum based ، بصورة نموذجية إما ثلاثى كلوريد الألومينيوم aluminum trichloride (AlCl₃) أو إيثيل ثانى كلوريد الألومينيوم ethyl aluminum dichloride (EtAlCl₂). ونجد أن مطاط البيوتيل لا يذوب dissolve بصورة مناسبة فى هذا الوسط القطبى، لكنه يوجد كجسيمات particles معلقة suspended ولذلك فإن هذه الطريقة يشار لها عادة بطريقة الردغة slurry process. ويتم إنتزاع المونوميرات monomers الرسوبية Residual ووسط البلمرة بعد ذلك ببخار الماء من مطاط البيوتيل، قبل إذابتهم فى وسط إضافة البروم، بصورة نموذجية وسط غير قطبى non-polar مثل الهكسان hexane. وتنتج عملية إضافة البروم بصورة مطلقة ناتج نهائى معالج بالبروم. ولذلك تستخدم الطريقة التقليدية خطوات

البلمرة وإضافة البروم المنفصلة التي تستخدم اثنين من الأوساط المختلفة . ويستلزم استخدام الوسط القطبي للبلمرة والوسط الغير قطبي لإضافة البروم خطوات إنتزاع stripping وإذابة متوسطة intermediate ويعد غير كافياً من ناحية الطاقة energy.

وتتم خطوة فصل المونوميرات وكلوريد الميثيل من مطاط البيوتيل قبل إضافة البروم لتجنب تكوين formation النواتج الثانوية byproducts السامة toxic بدرجة عالية من تفاعل reaction البروم مع المونوميرات الرسوبية. وتكون درجات الغليان boiling points العادية normal للمكونات components المستخدمة في الطريقة: كلوريد الميثيل، -٢٤°م؛ أيزوبيوتيلين isobutylene، -٧°م؛ وأيزوبرين isoprene، ٣٤°م. ونجد أن أى طريقة إنتزاع تتخلص من ثقل heavier المونوميرات الرسوبية (الأيزوبرين) ستتخلص تماماً أيضاً من كل من كلوريد الميثيل والأيزوبيوتيلين. وتتطلب طريقة إزالة removing كل المكونات الغير متفاعلة من ردة slurry المطاط كميات كبيرة significant amounts من الطاقة. ونجد أن الوزن الجزيئى molecular weight الأكبر (وبالتالى درجة الغليان الأعلى) للمونوميرات المعالجة بالبروم يستتج إزالة removal تلك الأنواع species تبعاً لطريقة إضافة البروم.

وتعرف طرق الحل لبلمرة مطاط البيوتيل لعدة سنوات وتوصف على سبيل المثال فى البراءة الصينية رقم ٠٩٥، ٠١٩، ١، والأمريكية رقم ٧٢٥، ٣٦١، ٣، بحيث يتم استخدام الأيزوبنتان iso-pentane والهكسان العادى n-hexane كوسط بلمرة والطلب الدولى رقم ٢٠١٠/٠٠٦٩٨٣، الذى يبين استخدام وسط أليفاتى متضمناً ٥٠ وزن % على الأقل من واحدة أو أكثر من الهيدروكربونات hydrocarbons الأليفاتية التى لها درجة غليان فى المدى من ٤٥°م إلى ٨٠°م عند ضغط ١٠١٣ hectopascals (hPa) هكتوباسكال كوسط البلمرة المفضل.

ويبين الطلب الدولى رقم ٢٠١٠/٠٠٦٩٨٣ أيضاً طريقة هلجنة halogenation قياسية standard تالية فيها يستخدم البروم كعامل agent إضافة بروم. وتتحصر عدم كفاءة inefficiency هذه الطريقة فى أن الجزء النظرى theoretical fraction من البروم الموجود فى مخلوط التفاعل الذى يمكن أن يدخل فى البوليمر polymer يكون على الحد الأقصى ٥٠% من نظائره، والإستخدام الفعلى الملحوظ فى الوحدات التجارية يكون عادة أقل من ٤٥%. ويفقد معظم البروم المتبقى نتيجة لتكوين بروميد الهيدروجين hydrogen bromide كمنتج ثانوى الذى، تحت

الظروف العادية normal conditions، لا يضيف بروم للبوليمر أيضاً. ويتم تعادل neutralized بروميد الهيدروجين بالتتابع بمادة قاعدية basic material مثل محلول هيدروكسيد الصوديوم sodium hydroxide ويغسل بمطاط البروموبيوتيل، كما وصف على سبيل المثال في البراءة الأمريكية رقم ٣٤٥، ٠٧٧، ٥. وبالتتابع، يتم التخلص من كميات كبيرة من بروميدات earth bromides الفلز metal القلوى alkali المخففة diluted أو بروميدات الفلز الأرضى earth القلوى alkaline كل عام.

وتشتمل طريقة معروفة لتعزيز استخدام البروم أثناء إضافة البروم لمطاط البيوتيل على تطبيق ٠.٥ مول على الأقل لكل مول من عامل إضافة البروم من عامل الأكسدة مثل فوق أكسيد الهيدروجين hydrogen peroxide أو هيبوكلوريت hypochlorite قلوى أو أرضى قلوى، إختيارياً في وجود مستحلب emulsifier يعمل على إعادة أكسدة reoxidizes بروميد الهيدروجين إلى البروم العنصرى elemental bromine. وبالتالي يعد البروم المعاد توليده regenerated متاحاً لإضافة البروم أيضاً لمطاط البيوتيل. وبالتالي يزيد استخدام البروم بدرجة كبيرة. وتبين تلك الطرق على سبيل المثال في البراءة الأمريكية رقم ٢٧٥، ٠١٨، ٣، والبراءة الأمريكية رقم ٩٠١، ٦٨١، ٥ والبراءة الأوروبية رقم ٥١٧ ٨٠٣ أ. ويكون استخدام البروم في البراءة الأمريكية رقم ٩٠١، ٦٨١، ٥ على الحد الأقصى للمستحلبات emulsions المتضمنة عامل أكسدة و٧٣% على الحد الأقصى للتجارب بدون مستحلب. وكان المذيب solvent المستخدم لإضافة البروم عبارة عن هكسان حلقي cyclohexane.

وتبين البراءة الأوروبية رقم ٤٠١ ٧٠٩ أ طريقة لتحسين كفاءة إضافة البروم في طرق إضافة البروم للمطاط بإجراء تفاعل إضافة البروم في وجود البروم العنصرى ومحلول مائى من مركب أزو azo عضوى مثل أزوثانى أيزوبيوتيرونيتريل azodiisobutyronitrile و/أو هيبوكلوريت فلز قلوى أو أرضى قلوى. وعلى أية حال، تبقى حاجة لطريقة مفضلة بيئياً، مؤثرة لتحضير مطاط البروموبيوتيل التى تختزل بدرجة كبيرة إستهلاك consumption الطاقة والمادة الخام وتسمح فى نفس الوقت بالحصول على المطاط المعالج بالبرم مع تركيب دقيق microstructure مرغوب.

٢٥ الوصف العام للاختراع

تعد الآن طريقة لتحضير أسمنت cements متضمناً وسط أليفاتى ومطاط البيوتيل المعالج بالبروم الواحد على الأقل متضمنة الخطوات التالية على الأقل:

(أ) إعداد أسمنت مطاط بيوتيل متضمنة

A- ٥ إلى ٣٠ وزن %، ويفضل ٨ إلى ٢٥ وزن %، وبصورة أكثر تفضيلاً ١٠ إلى ٢٢ وزن %
٥ من مطاط بيوتيل واحد على الأقل، ويفضل واحد

B- ٠ إلى ٥ وزن %، ويفضل ٠ إلى ٠,٩ وزن %، وبصورة أكثر تفضيلاً ٠ إلى ٠,٦ وزن % ،
وبصورة أفضل كثيراً ٠ إلى ٠,٤ من الماء

C- وكمية من وسط أليفاتى متضمناً ٥٠ وزن % من واحدة أو أكثر من الهيدروكربونات الأليفاتية
التي لها درجة غليان فى المدى من ٤٥,٠°م إلى ٨٠,٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال،
١٠ المختارة بتلك الطريقة التي فيها مجموع (A, B) و(C) يضيف من ٩٦ إلى ١٠٠ وزن %، ويفضل
من ٩٨ إلى ١٠٠ وزن % وبصورة أكثر تفضيلاً من ٩٩ إلى ١٠٠ وزن % ويفضل أكثر ١٠٠
وزن % من الكمية الكلية لأسمنت مطاط البيوتيل.

ب) إضافة البروم إلى مطاط البيوتيل أو مطاطات البيوتيل الموجودة فى أسمنت مطاط البيوتيل
المزود فى الخطوة (أ) ببروم عنصرى فى وجود عامل أكسدة مائى مضاف للحصول على مخلوط
١٥ مخطط الأطوار heterophasic mixture متضمناً على الأقل

- اسمنت متضمن وسط أليفاتى ومطاط بيوتيل معالج بالبروم و

- طور مائى aqueous phase

وإما

ج) ضبط adjusting قيمة الأس الهيدروجين pH-value للطور المائى، ويفضل فى المخلوط
٢٠ المخطط الأطوار الناتج وفقاً للخطوة ب)، إلى ٦ إلى ١٣، ويفضل ٨ إلى ١٢، وبصورة أكثر
تفضيلاً ٨ إلى ١١ ويفضل أكثر ٩ إلى ١٠ باستخدام قاعدة base

د) فصل الأسمنت المتضمن وسط أليفاتى ومطاط البيوتيل المعالج بالبروم من الطور المائى

أو

د٢) فصل المخلوط المخلط الأطوار الناتج وفقاً للخطوة ب) للحصول على الأسمنت المتضمن وسط أليفاتي ومطاط البيوتيل المعالج بالبروم وطور مائي و

د٣) غسل الأسمنت المتضمن وسط أليفاتي ومطاط البيوتيل المعالج بالبروم بمخلوط مائي aqueous mixture، ويفضل محلول مائي aqueous solution لقاعدة. ٥

ويشتمل مجال الإختراع أى إتحاد محتمل من التعريفات ، المعايير والتوضيحات المذكورة هنا سواء بوجه عام أو فى مناطق الأفضلية.

شرح مختصر للرسومات

١٠ بتلخيص الإختراع، ستوصف التجسيمات المفضلة له على سبيل المثال بالرجوع إلى الشكل ١ الذى يبين مخطط سير العمليات لطريقة وفقاً للإختراع الحالى التى تبين أيضاً طريقة مفضلة لتحضير أسمنت المطاط المستخدم فى خطوة بالإضافة إلى طريقة مفضلة لفصل مطاط البيوتيل المعالج بالبروم.

الوصف التفصيلي:

١٥ فى الخطوة أ) يعد أسمنت مطاط البيوتيل الذى يتضمن

A- ٥ إلى ٣٠ وزن %، ويفضل ٨ إلى ٢٥ وزن %، وبصورة أكثر تفضيلاً ١٠ إلى ٢٢ وزن % من مطاط بيوتيل واحد على الأقل، ويفضل واحد

B- ٠ إلى ٠,٩ وزن %، ويفضل ٠ إلى ٠,٦ وزن %، وبصورة أفضل كثيراً ٠ إلى ٠,٤ من الماء

C- وكمية من وسط أليفاتي متضمناً ٥٠ وزن % من واحدة أو أكثر من الهيدروكربونات الأليفاتية التى لها درجة غليان فى المدى من ٤٥°م إلى ٨٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال، المختارة ٢٠ بتلك الطريقة التى فيها مجموع (A، B) و(C) يضيف من ٩٦ إلى ١٠٠ وزن %، ويفضل من ٩٨

إلى ١٠٠ وزن % وبصورة أكثر تفضيلاً من ٩٩ إلى ١٠٠ وزن % من الكمية الكلية لأسمنت مطاط البيوتيل.

وقد تتضمن البقية إلى ١٠٠ وزن %، إن وجدت، أو تتكون من على سبيل المثال إضافات additives ونواتج مساعدة auxiliary products مضافة بصورة نموذجية إلى مطاطات البيوتيل ٥ مثل العوامل المضادة للتأكسد antioxidants، عوامل الترغية foaming agents، عوامل مضادة للتعتيق anti-aging agents، مثبتات الحرارة heat stabilizers، مثبتات الضوء light stabilizers، مثبتات الأوزون ozone stabilizers، مساعدات المعالجة processing aids، ملدنات plasticizers، عوامل لاصقة tackifiers، عوامل نفخ blowing agents، صبغات dyestuffs، أحبار pigments، شموع waxes، عوامل إمداد extenders، أحماض عضوية organic acids، المثبطات inhibitors التي تعرف جيداً لصناعة المطاط rubber industry. ١٠

ويتضمن أسمنت مطاط البيوتيل، مطاط بيوتيل واحد على الأقل كمكون (A). ويشير المصطلح "مطاط البيوتيل" كما إستخدم هنا إلى بوليمر مساعد co-polymer متضمناً وحدات متكررة مشتقة من

• أيزوأوليفين isoolefin به أربع ذرات كربون إلى سبع ذرات كربون واحد على الأقل، ويفضل واحد و ١٥

• دايين diene مرتبط به أربع ذرات كربون إلى أربعة عشر ذرات كربون واحد على الأقل، ويفضل واحد و

• إما واحدة أو أكثر من المونوميرات القابلة للبلورة التساهمية co-polymerizable، أو غير ذلك.

٢٠ وتكون الأيزوأوليفينات التي بها أربع ذرات كربون إلى سبع ذرات كربون المفضلة عبارة عن أيزوبيوتين isobutene، 2-مثيل 1-methyl-بيوتين butene، 3-مثيل-1-بيوتين، 2-مثيل-2-بيوتين ومخاليط منهم، وبذلك يفضل أكثر الأيزوبيوتين.

وتكون الداينيات التي بها أربع ذرات كربون إلى أربعة عشر ذرات كربون المفضلة عبارة عن بيوتاديين، أيزوبرين isoprene، 2، 4- ثنائي مثيل بيوتاديين dimethylbutadiene، بيبيريلين piperylene، 3- مثيل-1، 3- بنتاديين pentadiene، 2، 4- هكساديين hexadiene، 2- نيوبنتيل بيوتاديين neopentylbutadiene، 2- مثيل-1، 5- هكساديين، 2، 5- ثنائي مثيل dimethyl-2، 4- هكساديين، 2- مثيل-1، 4- بنتاديين، 2- مثيل-1، 6- هبتاديين heptadiene، بنتاديين حلقى cyclopentadiene، مثيل بنتاديين حلقى methylcyclopentadiene، 1، 3- هكساديين حلقى cyclohexadiene، 1- فينيل vinyl-1، 3- هكساديين حلقى ومخاليط منهم، وبذلك يفضل أكثر الأيزوبرين، البيوتاديين والبنتاديين الحلقى ويفضل كثيراً الأيزوبرين.

١٠ كمونوميرات قابلة للبلمره التساهمية أيضاً، ويمكن استخدام أي مونومر قابل للبلمره التساهمية مع الأيزوأوليفينات و/أو الداينيات المرتبطة المعروفة بذوى الخبرة فى المجال. وتشتمل المونوميرات القابلة للبلمره التساهمية المفضلة أيضاً على α - مثيل ستيرين methyl styrene، P- مثيل ستيرين، α - كلورو ستيرين P، chlorostyrene، كلورو ستيرين إندين indene و β - بينين pinene.

١٥ وفى إحدى التجسيمات، يتضمن مطاط البيوتيل وحدات متكررة مشتقة من ٩٢,٠ إلى ٩٩,٠، ويفضل ٩٢,٠ إلى ٩٩,٠، وبصورة أكثر تفضيلاً ٩٧,٥ إلى ٩٨,٥ أو ٩٤,٠ إلى ٩٦,٦ مول % من أيزوأوليفين به أربع ذرات كربون إلى سبع ذرات كربون واحد على الأقل، ويفضل واحد؛ ويفضل أيزوبيوتين و ٠,٥ إلى ٨,٠، ويفضل ١,٠ إلى ٨,٠، وبصورة أكثر تفضيلاً ١,٥ إلى ٢,٥ أو ٣,٥، إلى ٦,٠ مول % داين مرتبط به أربع ذرات كربون إلى أربعة عشر ذرات كربون واحد على الأقل، ويفضل واحد.

٢٠ وفى إحدى التجسيمات الأخرى، مطاط البيوتيل وحدات متكررة مشتقة من

(i) أيزوأوليفين به أربع ذرات كربون إلى سبع ذرات كربون واحد على الأقل

٠.٥ (iii إلى ٨,٠، ويفضل ١,٠ إلى ٨,٠ وبصورة أكثر تفضيلاً ١,٥ إلى ٢,٥ أو ٣,٥ إلى ٦,٠ مول % داين مرتبط به أربع ذرات كربون إلى أربعة عشر ذرات كربون واحد على الأقل، ويفضل واحد، ويفضل أيزوبرين و

(iii إلى ٠.١، ويفضل ١ إلى ٢٠ % من مونوميرات قابلة للبلمرة للتساهمية أيضاً

٥ وبذلك الوحدات المتكررة المشتقة من (i، ii) و (iii) تضيف ما يصل إلى ١٠٠ مول % من الوحدات المتكررة الموجودة في مطاط البيوتيل.

وتكون مطاطات البيوتيل المفضلة بالأخص عبارة عن بوليميرات تساهمية copolymers من الأيزوبيوتين والأيزوبرين المتضمن ١,٥ إلى ٢,٥ مول % وحدات متكررة مشتقة من الأيزوبرين.

ويفضل، أن يكون متوسط الكتلة mass average للوزن الجزيئي molecular weight من

١٠ مطاط البيوتيل MW بين ٣٠٠٠٠ و ٢٠٠٠٠٠٠ جم/مول، ويفضل ٥٠٠٠٠ و ١٠٠٠٠٠٠٠

جم/مول وبصورة أكثر تفضيلاً بين ٣٠٠٠٠٠ و ١٠٠٠٠٠٠٠ جم/مول ويفضل أكثر من ٣٥٠٠٠٠

إلى ٦٠٠٠٠٠٠ جم/مول، وبصورة أفضل ٣٧٥٠٠٠ إلى ٥٥٠٠٠٠ جم/مول والأفضل كثيراً

٤٠٠٠٠٠ إلى ٥٠٠٠٠٠ جم/مول. وما لم يذكر غير ذلك، يتم الحصول على الأوزان الجزيئية

باستخدام كروماتوجرافيا إختراق الجل gel permeation chromatography في محلول

١٥ solution رابع هيدروفيوران (THF) tetrahydrofuran باستخدام مقاييس standards الوزن

الجزيئي للبولي ستيرين polystyrene.

وكأسمنت (C) من الأسمنت المعد في الخطوة أ) من الطريقة وفقاً للإختراع يستخدم وسط أليفاتى

متضمن ٥٠ % وزن على الأقل لواحدة أو أكثر من الهيدروكربونات الأليفاتية التى لها درجة

في الخطوة أ) يعد أسمنت مطاط البيوتيل الذى يتضمن

٢٠ A- ٥ إلى ٣٠ وزن %، ويفضل ٨ إلى ٢٥ وزن %، وبصورة أكثر تفضيلاً ١٠ إلى ٢٢ وزن % من

مطاط بيوتيل واحد على الأقل، ويفضل واحد

B- ٠ إلى ٠,٩ وزن %، ويفضل ٠ إلى ٠,٦ وزن %، وبصورة أفضل كثيراً ٠ إلى ٠,٤ من الماء

C- وكمية من وسط أليافاتي متضمناً ٥٠ وزن % من واحدة أو أكثر من الهيدروكربونات الأليفاتية التي لها درجة غليان في المدى من ٤٥ م° إلى ٨٠ م° عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال، المختارة بتلك الطريقة التي فيها مجموع (A، B) و(C) يضيف من ٩٦ إلى ١٠٠ وزن %، ويفضل من ٩٨ إلى ١٠٠ وزن % وبصورة أكثر تفضيلاً من ٩٩ إلى ١٠٠ وزن % من الكمية الكلية لأسمنت مطاط البيوتيل. ٥

وقد تتضمن البقية إلى ١٠٠ وزن %، إن وجدت، أو تتكون من على سبيل المثال إضافات additives ونواتج مساعدة auxiliary products مضافة بصورة نموذجية إلى مطاطات البيوتيل مثل العوامل المضادة للتأكسد antioxidants، عوامل الترغية foaming agents، عوامل مضادة للتعتيق anti-aging agents، مثبتات الحرارة heat stabilizers، مثبتات الضوء light stabilizers، مثبتات الأوزون ozone stabilizers، مساعدات المعالجة processing aids، ملدنات plasticizers، عوامل لاصقة tackifiers، عوامل نفخ blowing agents، صبغات dyestuffs، أحبار pigments، شموع waxes، عوامل إمداد extenders، أحماض عضوية organic acids، المثبطات التي تعرف جيداً لصناعة المطاط rubber industry. ١٠

ويتضمن أسمنت مطاط البيوتيل، مطاط بيوتيل واحد على الأقل كمكون (A). ويشير المصطلح "مطاط البيوتيل" كما يستخدم هنا إلى بوليمر مساعد co-polymer متضمناً وحدات متكررة مشتقة من ١٥

• أيزوأوليفين isoolefin به أربع ذرات كربون إلى سبع ذرات كربون واحد على الأقل، ويفضل واحد و

• دايين diene مرتبط به أربع ذرات كربون إلى أربعة عشر ذرات كربون واحد على الأقل، ويفضل واحد و ٢٠

• إما واحدة أو أكثر من المونوميرات القابلة للبلمرّة التساهمية co-polymerizable، أو غير ذلك.

وتكون الأيزووأوليفينات التي بها أربع ذرات كربون إلى سبع ذرات كربون المفضلة عبارة عن أيزوبيوتين isobutene، 2- مثل 1-methyl-butene، 3- مثل 1-بيوتين، 2- مثل 2-بيوتين ومخاليط منهم، وبذلك يفضل أكثر الأيزوبيوتين.

وتكون الداينينات التي بها أربع ذرات كربون إلى أربعة عشر ذرات كربون المفضلة عبارة عن بيوتاديين، أيزوبرين isoprene، 2، 4- ثاني مثل بيوتاديين dimethylbutadiene، بيبيريلين piperylene، 3- مثل 1، 3- بنتاديين pentadiene، 2، 4- هكساديين hexadiene، 2- نيوبنتيل بيوتاديين neopentylbutadiene، 2- مثل 1، 5- هكساديين، 2، 5- ثاني مثل 2-dimethyl-4- هكساديين، 2- مثل 1، 4- بنتاديين، 2- مثل 1، 6- هبتاديين heptadiene، بنتاديين حلقى cyclopentadiene، مثل بنتاديين حلقى methylcyclopentadiene، 1، 3- هكساديين حلقى cyclohexadiene، 1- فينيل vinyl- 1، 3- هكساديين حلقى ومخاليط منهم، وبذلك يفضل أكثر الأيزوبرين، البيوتاديين والبنتاديين الحلقى ويفضل كثيراً الأيزوبرين.

كمونوميرات قابلة للبلمره التساهمية أيضاً، ويمكن استخدام أي مونومر قابل للبلمره التساهمية مع الأيزووأوليفينات و/أو الداينينات المرتبطة المعروفة بذوى الخبرة في المجال. وتشتمل المونوميرات القابلة للبلمره التساهمية المفضلة أيضاً على α - مثل ستيرين methyl styrene، P- مثل ستيرين، α -كلورو ستيرين P, chlorostyrene، -كلورو ستيرين إندين indene و β - بينين .pinene.

وفي إحدى التجسيمات، يتضمن مطاط البيوتيل وحدات متكررة مشتقة من ٩٢,٠ إلى ٩٩,٠، ويفضل ٩٢,٠ إلى ٩٩,٠، وبصورة أكثر تفضيلاً ٩٧,٥ إلى ٩٨,٥ أو ٩٤,٠ إلى ٩٦,٦ مول % من أيزووأوليفين به أربع ذرات كربون إلى سبع ذرات كربون واحد على الأقل، ويفضل واحد؛ ويفضل أيزوبيوتين و ٠,٥ إلى ٨,٠، ويفضل ١,٠ إلى ٨,٠، وبصورة أكثر تفضيلاً ١,٥ إلى ٢,٥ أو ٣,٥ إلى ٦,٠ مول % داين مرتبط به أربع ذرات كربون إلى أربعة عشر ذرات كربون واحد على الأقل، ويفضل واحد.

وفي إحدى التجسيمات الأخرى، مطاط البيوتيل وحدات متكررة مشتقة من

(i) أيزوأوليفين به أربع ذرات كربون إلى سبع ذرات كربون واحد على الأقل ٠.٥ (iii إلى ٨,٠، ويفضل ١,٠ إلى ٨,٠ وبصورة أكثر تفضيلاً ١,٥ إلى ٢,٥ أو ٣,٥ إلى ٦,٠ مول % داين مرتبب به أربع ذرات كربون إلى أربعة عشر ذرات كربون واحد على الأقل، ويفضل واحد، ويفضل أيزوبرين و

٥ (iii إلى ٠.١، ويفضل ١ إلى ٢٠ % من مونوميرات قابلة للبلمرة التساهمية أيضاً وبذلك الوحدات المتكررة المشتقة من (i، ii) و (iii) تضيف ما يصل إلى ١٠٠ مول % من الوحدات المتكررة الموجودة في مطاط البيوتيل.

وتكون مطاطات البيوتيل المفضلة بالأخص عبارة عن بوليميرات تساهمية copolymers من الأيزوبيوتين والأيزوبرين المتضمن ١,٥ إلى ٢,٥ مول % وحدات متكررة مشتقة من الأيزوبرين.

١٠ ويفضل، أن يكون متوسط الكتلة mass average للوزن الجزيئي molecular weight من مطاط البيوتيل Mw بين ٣٠٠٠٠ و ٢٠٠٠٠٠٠ جم/مول، ويفضل ٥٠٠٠٠ و ١٠٠٠٠٠٠٠ جم/مول وبصورة أكثر تفضيلاً بين ٣٠٠٠٠٠ و ١٠٠٠٠٠٠٠ جم/مول ويفضل أكثر من ٣٥٠٠٠٠ إلى ٦٠٠٠٠٠ جم/مول، وبصورة أفضل ٣٧٥٠٠٠ إلى ٥٥٠٠٠٠ جم/مول والأفضل كثيراً ٤٠٠٠٠٠ إلى ٥٠٠٠٠٠ جم/مول. وما لم يذكر غير ذلك، يتم الحصول على الأوزان الجزيئية باستخدام كروماتوجرافيا إختراق الجل gel permeation chromatography في محلول solution رابع هيدروفيوران (THF) باستخدام مقاييس standards الوزن الجزيئي للبولي ستيرين polystyrene.

٢٠ وكأسمنت (C) من الأسمنت المعد في الخطوة أ) من الطريقة وفقاً للإختراع يستخدم وسط أليفاتي متضمن ٥٠ % على الأقل لوحد أو أكثر من الهيدروكربونات الأليفاتية التي لها درجة غليان في المدى من ٤٥,٠°م إلى ٨٠,٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال. ووجد أن إستخدام مذيب له محتوى عالي أو متكون من المركبات التي لها درجة غليان تزيد عن ٨٠,٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال سيؤدي إلى صعوبات في الفصل عن المطاط بعد لإضافة البروم. وتكون لزوجرة المحلول المعدة بإستخدام تلك المذيبات أعلى بكثير بعد ذلك مما يجعل المحلول أكثر صعوبة للإستعمال handle وللفصل في الخطوة د).

وفي إحدى إستخدامات الإختراع يتضمن الوسط الأليفاتي ٨٠ وزن % على الأقل من واحدة أو أكثر من الهيدروكربونات الأليفاتية التي لها درجة غليان في المدى من ٤٥.٠°م إلى ٨٠.٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال ، ويفضل ٩٠ وزن % على الأقل، وبصورة أكثر تفضيلاً ٩٥ وزن % على الأقل ويفضل أكثر ٩٧ وزن % على الأقل. وتشتمل الهيدروكربونات الأليفاتية التي لها درجة غليان في المدى من ٠°م إلى ٨٠.٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال على بنتان حلقي ٥ cyclopentane، 2، 2- ثاني مثيل بيوتان dimethylbutane، 2، 3- ثاني مثيل بيوتان، ٢- 2- methylpentane، 3- مثيل بنتان، هكسان عادي n-hexane، مثيل بنتان حلقي methylcyclopentane و ٢، ٢- ثاني مثيل بنتان dimethylpentane.

وقد يتضمن الوسط الأليفاتي أيضاً مركبات أخرى تكون خاملة inert تماماً على الأقل تحت ظروف conditions إضافة البروم أو لا تكون كذلك. ومثلما المركبات الأخرى التي تعد خاملة تماماً على الأقل تحت ظروف إضافة البروم تشتمل على هيدروكربونات أليفاتية لها درجة غليان أكثر من ٨٠.٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال المشتملة على هكسان حلقي، هبتان عادي وأوكتان عادي وهيدروكربونات أليفاتية لها درجة غليان أقل من ٤٥.٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال المشتملة على بروبان propanes، بيوتان butanes وبنتان لاهلقي acyclic pentanes ١٥، فضلاً عن ذلك هالوهيدروكربونات مثل كلوريد المثلث وهيدروكربونات أليفاتية أخرى معالجة بالكور chlorinated وهي خاملة تماماً على الأقل تحت ظروف إضافة البروم بالإضافة إلى الهيدروفلوروكربونات hydrofluorocarbons وبذلك تكون الهيدروفلوروكربونات على سبيل المثال ممثلة بالصيغة formula: CxHyFz وفيها x تمثل عدد صحيح integer من ١ إلى ٢٠، وعلى نحو بديل من ١ إلى ويفضل من ١ إلى ٣، وفيها y و z يمثلان أعداد صحيحة وواحد على الأقل. ٢٠

في تجسيم آخر مفضل من الإختراع يكون الوسط الأليفاتي خالياً تماماً من الهالوهيدروكربونات.

في تجسيم آخر من الإختراع يكون للوسط الأليفاتي نسبة من الهيدروكربونات الأليفاتية الحلقية cyclic أقل من ٢٥ وزن %، ويفضل أقل من ٢٠ وزن %، وبصورة أكثر تفضيلاً من ٠.٠١ على ٢٠ وزن %، والأفضل كثيراً من ٥ إلى ٢٠ وزن %.

وفى تجسيم آخر من الإختراع يكون للوسط الأليفاتى نسبة من الهكسان الحلقى (درجة غليان: ٨٠,٩ م° عند ١٠١٣ هكتوباسكال) أقل من ٥ وزن %، ويفضل أقل من ٢,٥ وزن %.

وكما إستخدم من قبل ومن بعد يقصد من المصطلح "خالى free تماماً substantially من الهالوهيدروكربونات" نسبة من الهالوهيدروكربونات فى الوسط الأليفاتى الشائع common الأقل من ٢ وزن %، ويفضل الأقل من ١ وزن %، وبصورة أكثر تفضيلاً أقل من ٠,١ وزن % ويفضل أكثر غياب الهالوهيدروكربونات.

ويحتوى اسمنت مطاط البيوتيل المستخدم فى الخطوة أ) من ٠ إلى ٠,٩ وزن %، ويفضل ٠ إلى ٠,٦ وزن %، وبصورة أفضل كثيراً ٠ إلى ٠,٤ من الماء. وتنتج هذه الكمية من الماء بصورة نموذجية من رطوبة الهواء air humidity أو كميات ضئيلة traces من الماء الموجود فى الوسط الأليفاتى لكن، بالرغم من عدم أفضليته، قد يضاف إلى أسمنت مطاط البيوتيل.

وقد يحضر أسمنت مطاط البيوتيل بإذابة مطاط البيوتيل فى الوسط الأليفاتى، أو بإستبدال replacement المذيب كما تبين فى البراءة الأمريكية رقم ٥٠٩، ٥٠٢١، ٥، التى تدخل هنا على سبيل المرجعية. وفى تجسيم مفضل على أية حال، يحضر أسمنت مطاط البيوتيل المستخدم فى الخطوة أ) فى الطريقة المتضمنة الخطوات التالية على الأقل

١٥ ١أ المسبقة) إعداد وسط تفاعل متضمن

• وسط أليفاتى متضمن ٥٠ وزن % على الأقل من واحدة أو أكثر من الهيدروكربونات الأليفاتية التى لها درجة غليان فى المدى من ٤٥ م° إلى ٨٠ م° عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال، و

• مخلوط مونومير متضمن أيزوأوليفين به أربع ذرات كربون إلى سبع ذرات كربون واحد على الأقل، ودائين مرتبط به أربع ذرات كربون إلى أربعة عشر ذرات كربون واحد على الأقل وإما واحد أو أكثر من المونوميرات الأخرى القابلة للبلمره التساهمية أو غير ذلك.

فى نسبة كتلة لمخلوط المونومر إلى الوسط الأليفاتى من ٣٥ : ٦٥ إلى ٩٩ : ١، ويفضل من ٥٠ : ٥٠ إلى ٢٥ : ١٥ وبصورة أكثر تفضيلاً من ٦١ : ٣٩ إلى ٨٠ : ٢٠؛

٢أ المسبقة) بلمرة مخلوط المونومر في وسط التفاعل لتكوين محلول مطاط البيوتيل المتضمن مطاط بيوتيل الذي يزال تماماً على الأقل في الوسط المتضمن وسط أليفاتي والمونوميرات الرسوبية من مخلوط المونومر؛

٣أ المسبقة) فصل المونوميرات الرسوبية لمخلوط المونومر من محلول مطاط البيوتيل لتكوين ٥ أسمنت مطاط البيوتيل، بذلك يجرى الفصل على نحو مفضل بواسطة التقطير distillation.

وكما الإستخدام من قبل يقصد من المصطلح "مذاب تماماً على الأقل" ان ٧٠ وزن % على الأقل ويفضل ٨٠ وزن % على الأقل وبصورة أكثر تفضيلاً ٩٠ وزن ٥ على الأقل ويفضل أكثر ٩٥ وزن % على الأقل من بوليمر مطاط البيوتيل الناتج وفقاً للخطوة ب) في الوسط.

١٠ وفي نطاق الإختراع الحالى نجد أن تركيبة الوسط الأليفاتي قد يكون لها تركيبة متغيرة تغيراً طفيفاً قبل وبعد إزالة المونوميرات الغير متفاعلة نتيجة لدرجات الغليان المختلفة لمكوناتها. وفي الخطوة ٤أ المسبقة) الإختيارية قد يضاف الوسط الأليفاتي الإضافي من نفس التركيبة أو من تركيبة مختلفة كما إستخدم في الخطوة ١أ المسبقة) إلى أسمنت مطاط البيوتيل الناتج في الخطوة ٣أ المسبقة) لضبط تركيز مطاط البيوتيل أو تركيبة الوسط الأليفاتي.

١٥ ونظراً لأن الوسط الأليفاتي المستخدم في الخطوة ١أ المسبقة) يستخدم كمذيب في البلمرة وفقاً للخطوة ٢أ المسبقة) كما في إضافة البروم التالية من الخطوة ب) تحسن كفاءة الطاقة الإجمالية وإستخدام المادة الخام من الطريقة أيضاً بالتخلص من الحاجة لفصل مطاط البيوتيل من المخفف diluent الأول أو المذيب المستخدم للبلمرة، ثم يعاد إذابته re-dissolve في مذيب ثانى لإضافة البروم. وبالتالي تعمل هذه الطريقة المتكاملة على إعداد كفاءة الطاقة المحسنة والمادة الخام والاختزال reduction في عدد خطوات الطريقة مقارنة بالطرق التقليدية الغير متكاملة non-integrated لعمل مطاطات البيوتيل المعالجة بالبروم. ٢٠

ووجد أيضاً أن التركيبة المحددة من الوسط الأليفاتي تسمح أيضاً بإختزال لزوجة المحلول في طريقة البلمرة التي تجرى بصورة نموذجية عند درجات حرارة منخفضة .

وفى تجسيم من الإختراع تتم البلمرة وفقاً للخطوة ٢أ المسبقة) وإعداد حلاً وفقاً للخطوة ١أ المسبقة) باستخدام مفاعل بلمرة المحلول. وتعرف المفاعلات المناسبة لذوى الخبرة فى المجال وتشتمل على مفاعلات البلمرة للتدفق البينى flow-through المعروفة بصورة شائعة.

وقد تستخدم الخطوة ٣أ المسبقة) التقطير لفصل المونوميرات الرسوبية الغير متفاعلة، أى مونوميرات الأيزوأوليفين ومونوميرات الأوليفين المتعدد multiolefin من الوسط. وهذا يخفف mitigates تكوين النواتج الثانوية byproducts لإضافة البروم الغير مرغوبة من المونوميرات الغير متفاعلة. وإذا استخدمت الخطوات ١أ المسبقة) إلى ٣أ المسبقة) لتحضير أسمنت مطاط البيوتيل المراد استخدامه فى الخطوة أ) يستخدم التقطير لإجراء الخطوة ٣أ المسبقة) الأيزوأوليفينات التى بها أربع ذرات كربون إلى سبع ذرات كربون والدايينات المرتبطة التى بها أربع ذرات كربون إلى أربعة عشر ذرات كربون والمونوميرات الأخرى الإختيارية القابلة للبلمرة التساهمية المستخدمة تحدد بتلك التى لها درجة غليان أقل من ٨٠,٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال، ويفضل أقل من ٦٠,٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال، وبصورة أكثر تفضيلاً ٤٥,٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال والأفضل كثيراً ٤٠,٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال.

ومن الواضح أن درجة الغليان للمونوميرات قد تكون أعلى من ٤٥,٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال، لو أن الوسط الأليفاتى يتضمن هيدروكربونات أليفاتية لها درجة غليان أعلى مما للمكون الأعلى فى الغليان من مخلوط المونومر لكنه يظل أقل من ٨٠,٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال.

وتعتمد النسبة المحددة للمونوميرات اللازمة فى الخطوة ١أ المسبقة) للحصول على مطاط بيوتيل وفقاً لتحديدات معينة فى التجسيمات المحددة من الخطوة أ)، وبالأخص بالنسبة إلى Mw وإدخال incorporation المونومر يعتمد على عدة عوامل مثل درجة الحرارة والبادئ المستخدم فى الخطوة ١أ المسبقة)، تركيبية المذيب الدقيقة واللزوجة إلى درجة دقيقة والتى تعرف جيداً لذوى الخبرة فى المجال. وعلى أية حال، قد تحدد أفضل طريقة للحصول على مطاط بيوتيل مرغوب محدد بسهولة بواسطة القليل من التجارب الدورية جداً.

وتبدأ البلمرة في الخطوة ٢١ المسبقة) بواسطة بادئ بلمرة واحد على الأقل الذي يختار على سبيل المثال من مجموعة البودائ الكتيونية cationic initiators، وبذلك يشير مصطلح البادئ الكاتيوني ويشتمل على البودائ القادرة على بدء عمليات البلمرة الكاتيونية cationic polymerizations.

٥ وتكون البودائ الكاتيونية المناسبة عبارة عن تلك البروتونات protons الناتجة، الكربوكاتيونات carbocations أو كاتيونات سيليليوم silylium cations القادرة على بدء عمليات البلمرة الكاتيونية.

وتشتمل تلك البودائ الكاتيونية دون تحديد على

• نواتج تفاعل

- ١٠ - حمض لويس lewis acid واحد على الأقل مثل ثلاثي هاليدات الألومينيوم aluminum trihalides مثل ثلاثي كلوريد الألومينيوم aluminium trichloride، هاليدات التيتانيوم titanium halides مثل رابع كلوريد التيتانيوم titanium tetrachloride، هاليدات القصدير stannous halides مثل رابع كلوريد القصدير stannous tetrachloride، هاليدات البورون boron halides مثل ثلاثي فلوريد البورون boron trifluoride وثلاثي كلوريد البورون boron trichloride، هاليدات الأنتيمون antimony halides مثل خامس كلوريد الأنتيمون antimony pentachloride أو خامس فلوريد الأنتيمون antimony pentafluoride أو مركب فلز عضوي organometal compound واحد على الأقل مثل هاليدات ثاني ألكيل ألومينيوم dialkylaluminum halides مثل كلوريد ثاني إيثيل ألومينيوم diethylaluminum chloride، ثنائي هاليدات ألكيل ألومينيوم alkylaluminum dihalides مثل ثنائي كلوريد إيثيل ألومينيوم ethylaluminum dichloride أو مخلوط من أحماض لويس المذكورة آنفاً و/أو المركبات الفلزية العضوية و

- مصدر بروتون proton source واحد على الأقل مثل الماء، الكحولات alcohols مثل الكحولات الأليفاتية التي بها ذرة كربون واحدة إلى اثنتى عشرة ذرة كربون مثل الميثانول methanol، الإيثانول ethanol أو الأيزوبروبانول isopropanol، الفينولات phenols،

الأحماض الكربوكسيلية carboxylic acids، أحماض السلفونيك sulfonic acids، ثيولات thiols أو الأحماض الغير عضوية inorganic acids مثل ثاني كبريتيد الهيدروجين dihydrogensulfide، كلوريد الهيدروجين، بروميد الهيدروجين hydrogen bromide أو حمض الكبريتيك sulphuric acid

٥ • مركبات كربوكتيونية carbocationic لها الصيغة (I)



وفيها R₁، R₂ و R₃ تمثل كلاً على حده هيدروجين، ألكيل alkyl به ١ إلى ٢٠ ذرة كربون أو أريل aryl به ٥ إلى ٢٠ ذرة كربون بشرط أ إما واحدة أو لاشئ من R₁، R₂ و R₃ تمثل هيدروجين و

١٠ -An تشير إلى أنيون أحادي monoanion أو مكافئ P/1 equivalent من أنيون ذو تكافئ valent anion P

أو

• مركبات سيليليوم silylium لها الصيغة (II)



١٥ وفيها R₁، R₂ و R₃ و -An لها نفس المعنى كما ذكر سابقاً بالصيغة (I)

• أو مخاليط من المركبات المذكورة سابقاً ونواتج التفاعل

وتكون النسبة المولارية molar ratio المفضلة لأحماض لويس أو المركبات الفلزية العضوية ومصادر البروتون في المدى من ١ : ٠,٠٠١ إلى ١ : ٥، ويفضل من ١ : ٠,٥ إلى ١ : ٣ وبصورة أكثر تفضيلاً من ١ : ٠,٥ إلى ١ : ٢.

٢٠ وفي الصيغ (I) و (II) R₁، R₂ و R₃ يفضل أن تختار كلاً على حده من المجموعة المتكونة من فينيل phenyl، طوليل tolyl، زليليل xylyl وثنائي فينيل biphenyl، مثيل methyl، إيثيل methyl، بروبيل عادي n-propyl، بيوتيل عادي n-butyl، بنتيل عادي n-pentyl، هكسيل

عادي n-hexyl، هكسيل حلقي cyclohexyl، أوكتيل عادي n-octyl، نونيل عادي n-nonyl،
ديسيل عادي n-decyl، دويسيل عادي n-dodecyl، 3-مثيل بنتيل methylpentyl و ٣، ٥،
٥-ثلاثي مثيل هكسيل trimethylhexyl.

وفي الصيغ (I) و (An) (II- يفضل أن تشير إلى أنيون الصيغة (III)

٥ (M(R4)4]- (III]

وفيها

M تمثل بورون boron، ألومينيوم aluminum، جاليوم gallium أو إنديوم indium في حالة
التأكسد الرسمية +3 formal oxidation state و

R4 تختار كلاً على حده، بشكل مطابق بصورة أكثر تفضيلاً، من المجموعة group المتكونة من
١٠ هيدريد hydride، ثاني ألكيل أميدو dialkylamido، هاليد halide مثل كلوريد chloride، ألكيل
به ١ إلى ٢٠ ذرة كربون أو أريل به ٥ إلى ٢٠ ذرة كربون، هالوألكيل haloalkyl به ١ إلى ٢٠
ذرة كربون أو هالو أريل haloaryl به ٥ إلى ٢٠ ذرة كربون.

وتكون البوادي الكاتيونية المفضلة عبارة عن

• نواتج تفاعل

١٥ - حمض لويس واحد على الأقل مثل ثلاثي هاليدات الألومينيوم aluminum trihalides مثل
ثلاثي كلوريد الألومينيوم aluminum trichloride، هاليدات التيتانيوم titanium halides مثل
رابع كلوريد التيتانيوم titanium tetrachloride، هاليدات القصدير stannous halides مثل
رابع كلوريد القصدير stannous tetrachloride، هاليدات البورون boron halides مثل ثلاثي
فلوريد البورون boron trifluoride و ثلاثي كلوريد البورون boron trichloride، هاليدات
٢٠ الأنتيمون antimony halides مثل خامس كلوريد الأنتيمون antimony pentachloride أو
خامس فلوريد الأنتيمون antimony pentafluoride أو مركب فلز عضوي واحد على الأقل مثل
هاليدات ثاني ألكيل ألومينيوم dialkylaluminum halides مثل كلوريد ثاني إيثيل ألومينيوم
diethylaluminum chloride، ثنائي هاليدات ألكيل ألومينيوم alkylaluminum dihalides

مثل ثنائي كلوريد إيثيل ألومينيوم ethylaluminum dichloride أو مخلوط من أحماض لويس المذكورة آنفاً و/أو المركبات الفلزية العضوية و

٥ - مصدر بروتون واحد على الأقل مثل الماء، الكحولات مثل الكحولات الأليفاتية التي بها ذرة كربون واحدة إلى اثني عشرة ذرة كربون مثل الميثانول، الإيثانول أو الأيزوبروبانول، الفينولات، الأحماض الكربوكسيلية، أحماض السلفونيك، ثيولات أو الأحماض الغير عضوية مثل ثاني كبريتيد الهيدروجين، كلوريد الهيدروجين، بروميد الهيدروجين أو حمض الكبريتيك كبادئ كاتيوني و

١٠ وتعد البودئ الكاتيونية الأكثر تفضيلاً بمثابة نواتج تفاعل كلوريد ثنائي إيثيل ألومينيوم أو ثاني كلوريد إيثيل ألومينيوم أو مخاليط منهم مع مصدر بروتون واحد على الأقل مثل الماء، الكحولات مثل الكحولات الأليفاتية التي بها ١ إلى ١٢ ذرة كربون مثل الميثانول، الإيثانول والأيزوبروبانول، الفينولات، الأحماض الكربوكسيلية، أحماض السلفونيك، الثيولات أو الأحماض الغير عضوية مثل ثنائي كبريتيد الهيدروجين، كلوريد الهيدروجين، بروميد الهيدروجين أو حمض الكبريتيك كبادئ كاتيوني و

١٥ وتعد البودئ الكاتيونية الأكثر تفضيلاً بمثابة نواتج تفاعل كلوريد ثنائي إيثيل ألومينيوم أو ثاني كلوريد إيثيل ألومينيوم أو مخاليط منهم مع مصدر بروتون واحد على الأقل مثل الماء، الكحولات مثل الكحولات الأليفاتية التي بها ١ إلى ١٢ ذرة كربون مثل الميثانول، الإيثانول والأيزوبروبانول، الفينولات، الأحماض الكربوكسيلية، أحماض السلفونيك، الثيولات أو الأحماض الغير عضوية مثل ثنائي كبريتيد الهيدروجين، كلوريد الهيدروجين، بروميد الهيدروجين أو حمض الكبريتيك يستخدم، وبذلك يعد الماء وكلوريد الهيدروجين هما الأكثر تفضيلاً ويفضل بالأخص الماء.

٢٠ وتكون النسبة المولارية المفضلة لكلوريد ثاني ميثيل ألومينيوم أو ثاني كلوريد إيثيل ألومينيوم أو مخاليط منهم مع مصادر البروتون أو كلوريد الهيدروجين والماء على نحو مفضل وبصورة أكثر تفضيلاً يكون الماء في المدى من ١ : ٠,٠١ إلى ٣ : ١، وبصورة أكثر تفضيلاً من ١ : ٠,٥ إلى ١ : ٢.

وتعد البودئ الكاتيونية المفضلة بمثابة نواتج تفاعل لمخاليط من كلوريد ثنائي إيثيل ألومينيوم و ثاني كلوريد إيثيل ألومينيوم، بالأخص المخلوط المولارى 1 : 1 molar mixture الذى يسمى

أيضاً أحادى ونصف كلوريد إيثيل ألومينيوم ethylaluminum sesquichloride مع كلوريد الهيدروجين أو الماء، ويفضل الماء، وبذلك تكون كمية الماء أو كلوريد الهيدروجين إلى الألومينيوم بين ٥٠ و ٢٠٠ مول %.

وتستخدم بوادئ البلمرة المتضمنة كلوريد ثاني إيثيل ألومينيوم وثنائي كلوريد ميثيل ألومينيوم بصورة مفضلة ونموذجية كمحلول ٠,٥-١٠ وزن % في هكسان بكمية من ٠,٠٠٠١ إلى ٢٠ وزن %، وبصورة أكثر تفضيلاً ٠,٠١ على ١٠ وزن % وبصورة أفضل كثيراً ٠,٠٠٠٥ إلى ٥ وزن % من وسط التفاعل المستخدم في الخطوة ٢١ المسبقة).

وبوجه عام تستخدم بوادئ البلمرة بصورة مفضلة بكمية من ٠,٠٠٠١ إلى ٢٠ وزن %، وبصورة أكثر تفضيلاً ٠,٠١ على ١٠ وزن % وبصورة أفضل كثيراً ٠,٠٢ إلى ٥ وزن % من وسط التفاعل المستخدم من الخطوة ٢١ المسبقة).

وفي إحدى التجسيمات، تكون درجة حرارة الطريقة من الخطوة ٢١ المسبقة) في المدى من - ١٠٠م° إلى ٤٠م°، ويفضل في المدى -٩٥م° إلى ٦٠م°، وبصورة أكثر تفضيلاً في المدى من - ٨٠م° إلى -٦٠م°.

وبالرغم من أن درجات الحرارة العالية تكون مقبولة بحيث أن استخدام الطاقة للتبريد refrigeration والضخ pumping (نتيجة للزوجة المنخفضة عند درجة حرارة مرتفعة) يختزل، إلا أن ذلك بوجه عام يؤدي إلى خفض الوزن الجزيئي للبوليمرات التي لم تكن مقبولة تجارياً. وعلى أية حال، نتيجة لإستخدام نسب ratios من مونومير عالي إلى وسط أليفاتي في الإختراع الحالي، يمكن الحصول على وزن جزيئي مختزل لكنه مقبول بدرجات حرارة عالية.

وبالتالي، في تجسيم بديل، تستخدم درجات الحرارة في المدى من -٥٠م° إلى أقل من -٧٥م°، ويفضل -٥٥م° إلى -٧٢م°، ويفضل أكثر -٩٥م° إلى -٧٠م°، والأفضل كثيراً -٦١م° إلى -٦٩م°، تستخدم خلال الحصول على الوزن الجزيئي المرغوب لمطاط البيوتيل.

ويفضل أن تكون لزوجة محلول مطاط البيوتيل الناتج في الخطوة ٢١ المسبقة) عند درجة الحرارة المستخدمة للبلمرة أقل من ٢٠٠٠ سنتي بويز، ويفضل أقل من ١٥٠٠ سنتي بويز وبصورة أكثر تفضيلاً أقل من ١٠٠٠ سنتي بويز. ويكون المدى الأكثر تفضيلاً للزوجة من ٥٠٠ إلى ١٠٠٠

- سنتى بويز. وتشير كل اللزوجات المعطاة إلى لزوجة القص shear viscosity المقروءة extrapolated صفر. وتقرأ لزوجة القص صفر من القياسات measurements عند درجة حرارة معينة باستخدام مقياس اللزوجة viscosimeter Haake Rheostress RS 150 أو مقياس الإنسيابية الدورانية rotational rheometer لنوع طبق مخروطي cone-plate type عينات لزجة viscous جداً. ويجرى الإستقراء extrapolation بأخذ أفضل ثانى حد متعدد مهياً لعكس reflect إجهاد القص shear stress مقابل معدل القص shear rate بالمخطط graph الناتج من القياسات. ونجد أن الجزء الخطى linear portion من الحد المتعدد polynomial يعكس الميل slope عند معدل القص صفر وبالتالي تكون لزوجة القص صفر.
- ويفضل أن تكون نسبة المواد الصلبة solids من محلول مطاط البيوتيل الناتج فى الخطوة ٢ (المسبقة) فى المدى من ٣ إلى ٢٥%، وبصورة أكثر تفضيلاً ١٠ إلى ٢٠%، ويفضل أكثر من ١٢ إلى ١٣%، والأفضل كثيراً من ١٤ إلى ١٨%، ويفضل أكثر ١٤,٥ إلى ١٨%، ويفضل كثيراً ١٥ على ١٨%، والأفضل ١٦ إلى ١٨%. وكما وصف سابقاً، تفضل محتويات contents المواد الصلبة العالية، لكنها تستلزم لزوجة متزايدة للمحلول. وتسمح نسب المونومر العالى إلى الوسط الأليفاتى المستخدمة فى الطريقة الحالية لنسب المواد الصلبة العالية المراد تحقيقها أكثر مما سبق وتسمح أيضاً بصورة مميزة باستخدام الوسط الأليفاتى لكل من البلمرة وإضافة البروم.
- وكما إستخدم هنا يشير المصطلح "نسبة المواد الصلبة solids content" إلى نسبة الوزن weight percent من البوليمر الناتج وفقاً للخطوة ٢ (المسبقة) أى فى البلمرة والموجودة فى محلول المطاط.
- وفى الخطوة ٣ (المسبقة)، تزال المونوميرات الرسوبية الغير متفاعلة من المحلول تبعاً للبلمرة. ويتم ذلك على نحو مفضل باستخدام عملية التقطير. وتعرف عمليات التقطير لفصل سوائل liquids ذات درجات غليان مختلفة فى المجال وتوصف فى، على سبيل المثال، Encyclopedia of Chemical Technology, Kirk Othmer, 4th Edition, pp. 8-311، التى تدخل هنا على سبيل المرجعية .

وتعتمد درجة الفصل بدرجة كبيرة على عدد الصواني trays المستخدمة في العمود column. ويكون المستوى level المقبول والمفضل من المونوميرات الرسوبية في المحلول تبعاً للفصل أقل من ٢٠ جزء كل مليون بالوزن. وتوجد حوالى ٤٠ صينية كافية لتحقيق هذه الدرجة من الفصل. ولم يكن فصل الوسط الأليفاتى من المونوميرات حرجاً critical وتعد محتويات ما يصل إلى ١٠ وزن % من مكونات الوسط الأليفاتى على سبيل المثال مقبولة فى التيار العلوى overhead stream من عملية التقطير. وفى تجسيم مفضل تكون محتويات المكونات من الوسط الأليفاتى فى التيار العلوى من طريقة التقطير أقل من ٥ وزن %، وبصورة أكثر تفضيلاً أقل من ٢ وزن %، ويفضل أكثر أقل من ١ وزن %.

وفى إحدى التجسيمات تعاد دورة المونوميرات المزالة فى الخطوة ٣ المسبقة) إلى الخطوة ١١ المسبقة)، ويفضل بعد التنقية purification. وقد تجرى تنقية المونوميرات بإمرارها passing من خلال الأعمدة الممتزة adsorbent columns المحتوية على غرابيل جزيئية molecular sieves مناسبة أو الألومينا alumina المحتوية على المواد الممتزة adsorbent materials. ولتقليل التداخل interference مع تفاعل البلمرة، يفضل لإختزال التركيز الكلى للماء والمواد مثل الكحولات والمركبات الأخرى المحتوية على أوكسجين عضوى organic oxygen التى تعمل كسموم poisons للتفاعل إلى أقل من ٥٠ جزء كل مليون ، ويفضل أقل من ١٠ جزء كل مليون على أساس وزن . وتعتمد نسبة المونوميرات التى تكون متاحة لإعادة الدورة recycle على درجة التحويل الناتجة خلال عملية البلمرة. وعلى سبيل المثال، بأخذ نسبة المونومر إلى الوسط الأليفاتى ٦٦ : ٣٤، لو أن مستوى المواد الصلبة فى محلول المطاط الناتج يكون ١٠ %، فإن ٨٥ % من المونوميرات يكون متاحاً للعودة فى تيار إعادة الدورة. وإذا زاد مستوى المواد الصلبة إلى ١٣ %، فإن ٧٣ % من المونوميرات تكون متاحة لإعادة الدورة.

وفى تجسيم مفضل تجرى البلمرة وفقاً للخطوة ٢١ المسبقة) بإستمرار .

وفى تجسيم مفضل يجرى تحضير اسمنت مطاط البيوتيل وفقاً للخطوات ١١ المسبقة) إلى ٣١ المسبقة) بإستمرار. وفى الخطوة ب) وفقاً للإختراع يتم معالجة مطاط البيوتيل أو مطاطات البيوتيل الموجودة فى أسمنت مطاط البيوتيل المعد فى الخطوة أ) بالبروم العنصرى فى وجود عامل مؤكسد مائى مضاف. ويتفاعل البروم (Br₂) مع بوليمر مطاط البيوتيل لتكوين مطاط البيوتيل المعالج

بالبروم وبروميدي الهيدروجين الذي يعاد أكسدته reoxidized بعد ذلك بواسطة عامل الأكسدة المائى المضاف إلى البروم العنصرى الذى يمكن أن يعالج مطاط البيوتيل مرة أخرى بالبروم مكوناً بروميد الهيدروجين. وتكرر دورة إعادة أكسدة reoxidation cycle إضافة البروم هذه بصورة مثالية حتى يدخل كل البروم المتاح فى البوليمر. وتسمح الطرق المعروفة فى المجال، على أية حال، فقط بإستخدام مصادر البروم إلى ٨٤% على الحد الأقصى كما وصف سابقاً. ٥

وقد يكون البروم العنصرى اللازم لبدء إضافة البروم إما

- مضاف إلى أسمنت مطاط البيوتيل إما فى مادة substance أو كمحلول من البروم العنصرى، ويفضل كمحلول فى الوسط الأليفاتى وبصورة أكثر تفضيلاً فى المادة أو

- مشكل إما بالإضافة على ذلك أو على نحو بديل بواسطة تفاعل بروميد الهيدروجين أو البروميديات الفلزية metal bromides أو مخاليط من بروميد الهيدروجين أو البروميديات الفلزية كبرادى البروم مع عامل الأكسدة المائى فى موقعه. ١٥

وتكون البروميديات الفلزية المفضلة عبارة عن بروميد فلز قلوى، فلز قلوى أرضى أو خارصين zinc وبذلك يفضل بروميد الصوديوم، البوتاسيوم potassium والخارصين بدرجة أكثر ويفضل بروميد الصوديوم بدرجة أكثر.

وحيثما يفضل إستخدام البروم من المحاليل المائية aqueous solutions لبروميد الهيدروجين أو البروميديات الفلزية أو مخاليط من بروميد الهيدروجين أو البروميديات الفلزية. ١٥

ويفضل أكثر إستخدام محاليل مائية مركزة أو مشبعة من بروميديات الفلز ومخلوط لمزيج ثابت درجة الغليان azeotropic من بروميد الهيدروجين والماء متضمناً ٨٤ وزن % من بروميد الهيدروجين.

٢٠ وفى تجسيم مفضل يضاف البروم العنصرى وعامل الأكسدة المائى إلى أسمنت مطاط البيوتيل.

وقد يضاف عامل الأكسدة المائى إلى اسمنت مطاط البيوتيل قبل، فى نفس الوقت مع أو تبعاً لإضافة البروم العنصرى أو بوادى البروم.

وفى تجسيم مفضل يضاف عامل الأكسدة المائي قبل الكروم العنصرى أو بوائى البروم، ويفضل البروم بالسماح بتشتته dispersal فى كل أنحاء وسط التفاعل. وتكون عوامل الأكسدة المائية التى توجد ملائمة لأغراض الإختراع الحالى عبارة عن محاليل من فوق أكاسيد مذابة فى الماء داخل الماء وهى قابلة لأكسدة بروميد الهيدروجين أو أيونات الهيدروجين إلى بروم عنصرى. وتمثل فوق الأوكاسيد المذابة فى الماء المفضلة بالواد التالية: فوق أوكسيد الهيدروجين ومركبات مكونة لفوق أوكسيد الهيدروجين، مثل أحماض فوقية per-acids، فوق أكاسيد الفلز القلوى alkali metal peroxides وإضافات adducts من فوق أوكسيد الهيدروجين وأملاح salts الفلز القلوى مثل فوق كربونات الصوديوم sodium percarbonate، وبذلك تفضل المحاليل المائية من فوق الأوكسيد الهيدروجين كثيراً.

١٠ وتكون المحاليل المائية المفضلة لفوق أوكسيد الهيدروجين هى تلك المتضمنة ٢٥ إلى ٦٠ وزن %، ويفضل ٢٨ إلى ٣٨ وزن %، وبصورة أكثر تفضيلاً ٣٢ إلى ٣٧ وزن %، والأفضل كثيراً ٣٤ إلى ٣٦ وزن % من فوق أوكسيد الهيدروجين.

وقد وجد أن مع إنخفاض محتوى الماء فى الأسمنت، يفضل إستخدام البروم وإجراء الأكسدة بفوق أوكسيد الهيدروجين.

١٥ وتجدر الإشارة إلى أن نسبة الوزن لفوق الأوكاسيد المذابة فى الماء water soluble، بالأخص فوق أوكسيد الهيدروجين، إلى الماء فى مخلوط التفاعل المتكون بواسطة إضافة عامل أكسدة مائى إلى أسمنت مطاط البيوتيل تكون أعلى مبدئياً ٠,٠٥ على نحو مفضل، وبصورة أكثر تفضيلاً أعلى من ٠,١٢، وبصورة أفضل كثيراً أعلى من ٠,١٤. ويتضح أن نسبة الوزن من فوق الأوكاسيد المذابة فى الماء، بالأخص فوق أوكسيد الهيدروجين، إلى الماء فى مخلوط التفاعل تنخفض ٢٠ للأستخدام المسبق لعامل الأكسدة.

وفى تجسيم آخر تكون كمية ذرات البروم المستخدمة فى شكل بروم عنصرى أو بادئ بروم أو بروم وبائى بروم، ويفضل البروم العنصرى فقط ٠,٢ إلى ١,٢ مرة من الكمية المولارية للروابط المزدوجة double bonds الموجودة فى مطاط البيوتيل، ويفضل ٠,٣ إلى ١,٠، وبصورة أكثر تفضيلاً ٠,٦ إلى ١,٠ مرة من الكمية المولارية molar quantity.

وقد تستخدم عوامل الأكسدة المائية إما بالإتحاد مع العوامل المخفضة للتوتر السطحي surfactants أو غير ذلك. وفي تجسيم مفضل لم تضاف العوامل المخفضة للتوتر السطحي.

وتكون العوامل المخفضة للتوتر السطحي المناسبة، إذا استخدمت، على سبيل المثال ألكيل به ٦ على ٢٤ ذرة كربون أو أملاح حمض سلفونيك-أريل به ٦ إلى ١٤ ذرة كربون، كحولات دهنية fatty alcohols وكحولات دهنية معالجة بالإيثوكسيولات ethoxylated وما شابه ذلك.

وتعتمد كمية عامل الأكسدة المستخدمة وفقاً للإختراع على كمية amount ونوع kind مصدر البروم المستخدم.

وعلى سبيل المثال قد تستخدم من ٠,٦ إلى حوالي ٥ مول من عامل الأكسدة المائي المحسوب على فوق أوكسيد الهيدروجين كل مول من البروم العنصري، ويفضل من ٠,٨ إلى ٣ مول وبصورة أكثر تفضيلاً من ٠,٨ إلى ١,٢ مول والأفضل كثيراً من ١,٠ إلى ١,٢ مول.

وإذا استخدم بروميد الهيدروجين أو بروميدات فلز كبودئ بروم من ١ إلى حوالي ٥ مول من عامل الأكسدة المائي المحسوب على فوق أوكسيد الهيدروجين كل مول من البروميد الموجود في بودئ البروم قد تستخدم، ويفضل من ١,٥ إلى ٣ مول وبصورة أكثر تفضيلاً من ١,٥ إلى ٢,٤ مول الأفضل كثيراً من ١,٨ إلى ٢,١ مول.

وقد تشغل عملية إضافة البروم عند درجة حرارة من ٠°م إلى ٩٠°م، ويفضل من ٢٠°م إلى ٨٠°م وبصورة أكثر تفضيلاً من ٤٠ إلى ٧٠°م وقد يكون زمن التفاعل reaction time على سبيل المثال من ١ دقيقة إلى ٢٤ ساعة hours، ويفضل ١ دقيقة إلى ١ ساعة، وبصورة أكثر تفضيلاً من ١٠ إلى ٣٠ دقيقة. وقد يكون الضغط في مفاعل إضافة البروم من ٠,٠٨ إلى ١ ميللي باسكال.

ويتم رج Agitation الدعامات الخشنة course supports لخلط المتفاعلات reactants. وفي إحدى التجسيمات تكون القدرة الميكانيكية mechanical power الداخلة ٠,٥ W/l من وسط التفاعل (أى أسمنت مطاط البيوتيل، عامل الأكسدة المائي المضاف والبروم أو بادئ البروم) أو أعلى، ويفضل ٠,٧ W/l أو أعلى.

ويفضل أن يتم الرج بواسطة قلابات stirrers واخلطات mixers معروفة لذوى الخبرة فى المجال. ويمكن تحديد القدرة الميكانيكية mechanical power الداخلة للقلابات والاخلطات على سبيل المثال بقياس إستهلاك القدرة الكهربائية electrical power عند سرعة دورانية rotational speed معينة مرة فى وسط التفاعل ومرة فى الهواء ويؤخذ الفرق.

٥ وفى تجسيم مفضل تجرى إضافة البروم وفقاً للخطوة ب) بإستمرار على سبيل المثال بإستخدام مفاعل الهلجنة halogenation reactor للتدفق البينى المعروف بصورة شائعة.

وفى تجسيم آخر مفضل تجرى الطريقة وفقاً للخطوة ب) و ج) بإستمرار.

وفى تجسيم آخر مفضل تجرى الطريقة وفقاً للخطوة ب)، ج) ود) بإستمرار.

وقد يتم التحكم فى كمية إضافة البروم أثناء هذا الإجراء procedure بسهولة بحيث أن البوليمر النهائى final polymer له كميات مفضلة من البروم الموصوف فيما سبق. ١٠

وفى الخطوة ج) تضبط قيمة الأس الهيدروجينى pH-value للطور المائى فى المخلوط مخلط الأطوار الناتج وفقاً للخطوة ب) إلى ٦ إلى ١٣، ويفضل ٨ إلى ١٢، وبصورة أكثر تفضيلاً ٨ إلى ١١ ويفضل كثيراً ٩ إلى ١٠ بإستخدام قاعدة.

وعلى مدى هذا التطبيق يشير مصطلح قيمة الأس الهيدروجينى إلى قيمة أس هيدروجينى مقاسه عند ٢٥°م. ١٥

ويكون المخلوط مخلط الأطوار المتضمن على الأقل أسمنت متضمن وسط أليفاتى ومطاط البيوتيل المعالج بالبروم وطور مائى ناتج فى الخطوة ب) حمضياً بصورة نموذجية نتيجة لتكوين بروميد الهيدروجين أثناء عملية إضافة البروم. ونجد أن ضبط قيمة الأس الهيدروجينى يعادل بروميد الهيدروجين الرسوبى، البروم وفوق أكسيد الهيدروجين وكما وجد هنا، يمنع بالأخص قيم الأس الهيدروجينى من ٨ إلى ١٢، ويفضل ٨ إلى ١١ وبصورة أكثر تفضيلاً ٩ إلى ١٠ لتحلل degradation مطاط البيوتيل المعالج بالبروم بعد الهلجنة post-halogenation، الذى يؤثر بالسلب negatively impacts على اللون ، اللزوجة والوزن الجزيئى. ٢٠

ويتم الضبط بصورة نموذجية بقواعد مثل المحاليل المائية أو ردغات من هيدروكسيدات hydroxides أو كربونات carbonates الفلز القلوى أو القلوى الأرضى، ويفضل بمحاليل مائية من هيدروكسيدات الفلز القلوى مثل هيدروكسيد الصوديوم والبوتاسيوم، وبذلك يفضل هيدروكسيد الصوديوم.

٥ وإذا طبقت الخطوة (٣د) يغسل الأسمنت المتضمن وسط أليفاتى ومطاط البيوتيل المعالج بالبروم بمخلوط مائى، ويفضل محلول مائى من قاعدة. وقد تكون قيمة الأس الهيدروجينى للطور المائى على سبيل المثال ٨ إلى ١٤، ويفضل ١٠ إلى ١٤، وبصورة أكثر تفضيلاً ١٢ إلى ١٤ والأفضل كثيراً ١٢ إلى ١٣,٥.

١٠ وعلى مدى هذا لتطبيق يشير مصطلح قيمة الأس الهيدروجينى إلى قيمة الأس الهيدروجينى المقاسة عند ٢٥°م.

وتشتمل القواعد المناسبة على قواعد غير عضوية وعضوية، وبذلك تفضل القواعد الغير عضوية مثل كربونات وهيدروكسيدات الفلز. وتفضل بالأخص هيدروكسيدات أو كربونات الفلز القلوى أو القلوى الأرضى. وتفضل أكثر المحاليل المائية من هيدروكسيد الصوديوم.

١٥ وفى الخطوات (١د) أو (٢د) يفصل الأسمنت المتضمن وسط أليفاتى ومطاط البيوتيل المعالج بالبروم عن الطور المائى. ويمكن أن يتم ذلك فى أى جهاز فصل separation device معروف لذوى الخبرة فى المجال. وفى إحدى التجسيمات يتم الفصل بإستمرار فى جهاز فصل separating apparatus متضمن قطاع ترسيب settling section به يدعم الترسيب على نحو مفضل بواسطة مجمع coalescer. وتشتمل العينات المناسبة من المجمعات على حشوات packings متراكبة structured أو غير متراكبة unstructured. وتكون الحشوات المتراكبة على سبيل المثال عبارة عن ألواح مسطحة flat plates، مراوح مسطحة flat vanes، مراوح مشكلة للسقف roof-shaped vanes ومراوح ذات ثقوب holes فى الإتجاه الرأسى vertical direction. وقد توضع المراوح أو الألواح مستطيلة rectangular أو موازية parallel لإتجاه التدفق flow direction الأساسى أو بميل slope. وتكون الحشوات الغير متراكبة على سبيل المثال عبارة عن فتحة سلكية، حشوات مصنوعة من الحلقات، الكرات spheres،

الأسطوانات cylinders، الأبعاد الهندسية geometries المشكلة بطريقة غير منتظمة irregularly والسدود weirs مثل ألواح الموزع distributor plates التي لها ثقب أو شقوق slits، الألواح الرأسية vertical plates التي تغطي جزء من مسار التدفق الأساسي main flow path. ويمكن أن تصنع الحشوات من أى مادة سهلة المنال تقنياً، مثل الفلزات metals، الزجاج، الخزف ceramic، الفلزات المغلفة coated metals، الفلزات المتصلة lined metals والمواد البوليميرية polymeric materials مثل بولي تترافلوروايثيلين Polytetrafluoroethylene (PTFE)، إيثيلين تترافلوروايثيلين Ethylene tetrafluoroethylene ETFE، بولى إيثيلين polyethylene (PE)، بولى إيثر إيثر كيتون (polyetheretherketone PEEK)، بولى بروبيلين Polypropylene (PP)، بولى أميد polyamide (PA) وبولى فينيليدين فلوريد polyvinylidene fluoride (PVDF) . ١٠

وفي الخطوة ه) الإختيارية لكن المفضلة تزال المكونات التي لها درجة غليان اقل من ٢٥٠°م عند ١٠١٣ هكتوباسكال من مطاط البيوتيل المعالج بالبروم للحصول على مطاط البيوتيل المعالج بالبروم فى صورة صلبة، وبذلك يفضل أن تكون النسبة الرسوبية لتلك المكونات المتطايرة volatile أقل من ٢٠٠٠ جزء كل مليون وبصورة أكثر تفضيلاً أقل من ١٠٠٠ جزء كل مليون ويفضل كثيراً أقل من ٥٠٠ جزء كل مليون. ١٥

وفي إحدى التجسيمات قد يتم ذلك بانتزاع بخار الماء أو الترسيب precipitation على سبيل المثال بإستخدام كحول منخفض lower alcohol مثل أيزوبروبانول isopropanol، متبوعاً بالتجفيف drying. وفي تجسيم آخر مفضل تجرى الخطوة ه) كما تبين فى الطلب الدولى رقم ٢٠١٠/٠٣١٨٢٣ بواسطة طارد extruder، ويفضل طارد ذو مسمار لولبي مزدوج twin screw. وقد تطبق خطوة غسيل قياسية بين الخطوتين د) وه). ٢٠

وقد يعالج المطاط المعالج بالبروم فى خطوة أخرى. وتعرف معالجة المطاطات المعالجة بالبروم جيداً.

وتعد أنظمة المعالجة curing systems المناسبة للإستخدام مع المنتج الحالى هى تلك التى تعرف بالفعل فى المجال للإستخدام مع مطاطات البيوتيل المعالجة بالبروم وتشتمل بوجه عام على أنظمة المعالجة التقليدية مثل الكبريت sulphur، الراتينج وأنظمة معالج الفوق أوكسيد.

وقد تستخدم المطاطات المعالجة بالبروم والمطاطات المعالجة المضاف لها بروم الناتجة بإستخدام الطريقة وفقاً للإختراع كبطانات داخلية للإطار tyre inner liners، نعال treads، جدران جانبية sidewalls، مواد لاصقة adhesives، خلطات blends مع ملدنات لدنة حرارياً thermoplastic elastomers، ملابس للقدم footwear، أغشية تخزين storage، ممبرanes، ملابس واقية protective clothing، موقفات صيدلية pharmaceutical stoppers، بطانات linings، وأغطية حاجزة barrier coatings أو تستخدم فى طريقة لتحضيرها. وقد يستخدم اسمنت المطاط المعالج بالبروم والمطاطات المعالجة بالبروم أيضاً لتحضير أيونوميرات ionomers وتركيبات بالغة الدقة nanocomposites من البوليمر متضمنة حشوات fillers وأيونوميرات.

وتجدر الإشارة إلى أن مطاطات البيوتيل المعالجة بالبروم الناتجة وفقاً للإختراع سواء فى شكل مفصول أو كأسمنت ناتج فى الخطوة د) تبين نسبة عالية جداً من الروابط المزدوجة الخارجية exo-double bonds مع البروم فى موضع أليلى allylic position يسهل الترابط المتشعب cross-linking فى التطبيقات التجارية commercial applications.

ونجد أن إشتراك ذرات البروم التى تكون فى الموضع الأليلى بروابط مزدوجة خارجياً كما قيس بواسطة $^1\text{H-NMR}$ يتجاوز نموذجياً ٤٠% أو حتى ٥٠% بالنسبة لنسبة البروم الكلية من مطاط البيوتيل المعالج بالبروم كما قيس بواسطة XRF.

وبالرجوع إلى الشكل ١، يزود حل مفاعل البلمرة ٤٠ بشحنة feed من المونوميرات M، المتضمنة أيزوبرين وأيزوبيوتيلين، وشحنة من الوسط الأليفاتى S عن طريق مبادل حرارى heat exchanger إختيارى ١٠، ويفضل مبادل حرارى متعافى، ومبرد الشحنة 20 feed cooler. وقد تكون المونوميرات إما مخلطة مسبقاً pre-mixed مع وسط أليفاتى أو مخلطة فى مفاعل البلمرة ٤٠. ويخلط المحلول البادئ، المتضمن نظام system منشط للبادئ initiator-activator

كربوكتيونى carbocationic من النوع المستخدم لبلمرة مطاط البيوتيل مسبقاً مع الوسط الأليفاتى S فى وحدة تحضير البادئ initiator preparation unit 30 ويدخل أيضاً فى المفاعل ٤٠. ويسمح لبلمرة المحلول بعد ذلك بالتواجد فى مفاعل البلمرة ٤٠. ونجد أن مفاعلات بلمرة المحلول ٤٠ من النوع المناسب للإستخدام فى الطريقة المتكاملة الحالية، مع التحكم control فى الطريقة ومعايير التشغيل operating parameters لتلك المفاعلات، توصف، على سبيل المثال فى ٥ البراءة الأوروبية رقم ٥٨٥ ٠٥٣ ٠ أ، التى تدخل هنا على سبيل المرجعية. ويسمح بإجراء التحويل Conversion إلى المدى extent المرغوب وبعد ذلك عامل إيقاف التفاعل reaction stopping agent Q، على سبيل المثال الماء على كحول مثل ميثانول، يضاف ويخلط فى تيار تفرغ discharge stream المفاعل المتضمن وسط أليفاتى S، مونوميرات غير متفاعلة M ومطاط البيوتيل IIR فى الخلاط ٥٠. ويمرر محلول البوليمر الناتج المتضمن مونوميرات الغير متفاعلة M أى أيزوبرين وأيزوبيوتيلين، الوسط الأليفاتى S ومطاط البيوتيل IIR من خلال مبادل حرارى متعافى ١٠ وفيه يتم تدفئته warmed بواسطة الشحنات الداخلة فى المفاعل، بينما فى نفس الوقت يساعد على تبريد cool تلك الشحنات قبل دخولها مبرد الشحنات النهائى final feeds cooler 20. ويوجه محلول البوليمر الدافئ بعد ذلك إلى عمود التقطير distillation column 60 لإزالة مونوميرات الغير متفاعلة. وبمجرد أن يتم فصل المونوميرات الغير متفاعلة كتيار إعادة دورة recycling stream MR، فإنها تخرج من قمة top العمود column 60 ويخرج أسمنت مطاط البيوتيل المنفصل (S، IIR) من قاع bottom العمود ٦٠ على مفاعل إضافة البروم للمحلول ٧٠. قد يزود الوسط الأليفاتى الإضافى S إلى مفاعل إضافة البروم ٧٠ لإعداد الظروف المرغوبة لإضافة البروم. وتزود شحنة من البروم أو بادئ البروم B وعامل أكسدة OX إلى مفاعل إضافة البروم ٧٠. ويخرج مطاط البرومو بيوتيل (BIIR) من المفاعل كأسمنت مطاط معالج بالبروم (S، BIIR) ويشطب بعد ذلك بإستخدام معدات التشطيب finishing equipment 80، كما يعرف بصورة تقليدية، ويفضل طارد extruder. ويرسل الوسط الأليفاتى المزال أثناء خطوة التشطيب كتيار إعادة الدورة SR إلى وحدة إستخلاص المذيب solvent recovery 110 قبيل الدخول لقطاع تنقية المذيب 120 solvent purification section. وقد يضاف الوسط الأليفاتى الإضافى SF قبل التنقية 120 purification أو بعد ذلك، إذا نقى الوسط مسبقاً بالفعل. ويعاد دورة الوسط الأليفاتى الشائع النقى على المبادل الحرارى المتعافى ١٠ ومبادل

الشحنة النهائية ٢٠ فعادة الإستخدام فى الطريقة. وترسل المونوميرات الغير متفاعلة من محلول البوليمر فى عمود التقطير ٦٠ كتيار إعادة الدورة MR إلى وحدة إستخلاص المونومر ٩٠ وتنقى بعد ذلك فى قطاع تنقية المونومر ١٠٠ قبيل إعادة الدورة إلى المبادل الحرارى المتعافى ١٠ ومبرد الشحنة ٢٠. وقد تضاف المونوميرات الجديدة fresh الإضافية MF إما قبيل تنقية المونومر ١٠٠ أو بعد ذلك، إذا تم تنقية المونوميرات مسبقاً. ويعد وصف الطريقة المعطاة فيما سبق على سبيل المثال ويمكن أن يطبق لكل تركيبات الأوساط الأليفاتية الشائعة بالإضافة إلى كل تركيبات المونومر والمنتجات المذكورة هنا.

وفى نطاق الإختراع الحالى نجد أن تركيبة الوسط الأليفاتى قد يكون لها تركيبة متغيرة تغيراً طفيفاً قبل وبعد إزالة المونوميرات الغير متفاعلة نتيجة لدرجات الغليان المختلفة لمكوناتها.

١٠ الأمثلة

مثال ١-البلمرة والتقطير

تم تشغيل مفاعل سعته الإجمالية 4 total capacity لتر litre بطريقة مستمرة. وكانت الشحنات للمفاعلات ٦,٤٣٨ كجم/ساعة من الأيزوبيوتين، ٠,١٥٠ كجم/ساعة من الأيزوبرين و ٥,٣٨٢ كجم/ساعة من وسط أليفاتى متضمن

١٥ • ٢,٠ • وزن % بيوتانات butanes وبنتانات pentanes لها درجة غليان أقل من ٤٥°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال،

• ٩٧,٥ • وزن % بنتانات وهكسانات لها درجة غليان فى المدى من ٤٥°م إلى ٨٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال،

• ٠,٥ • وزن % هكسانات، هبتانات وأوكتانات octanes لها درجة غليان أعلى من ٨٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال، ٢٠

وبذلك يتضمن الوسط الأليفاتى أقل من ٢٠% من المركبات الأليفاتية الحلقية cyclic المتسببة فى نسبة كتلة للمونومر/الوسط الأليفاتى ٥٥ : ٤٠.

كبادئ، إستخدم ١,٥ وزن % ١ : ١ مخلوط مولارى من كلوريد ثانى إيثيل ألومينيوم diethylaluminum chloride ومحلول إيثيل ألومينيوم ثنائى الكلوريد ethylaluminumdichloride فى هكسان عادى منشط بواسطة ١٠٠ مول % ماء على أساس نسبة الألومينيوم بكمية ٣٥ جم/ساعة.

- ٥ وكانت درجة حرارة التفاعل المستخدمة -٦٥°م ونتج محلول به نسبة مواد صلبة من ١٤ إلى ١٥ وزن % . وكان لهذه المادة وزن جزيئى متوسط الوزن حوالى ٤٢٠ كجم/مول ونسبة أيزوبرين ١,٨ مول % . وشحن المحلول من المفاعلات إلى عمود التقطير مع ٤٠ صينية وأجرى فصل المونوميرات من محلول المطاط. وتم التسخين المسبق للمحلول إلى ٤٢°م وإستخدمت إعادة الغليان re-boiler عند قاع العمود للحفاظ على درجة حرارة القاع ١١٣°م. وإستخدم مكثف الإرتجاع reflux condenser لإرجاع جزء من التيار العلوى overhead stream إلى قمة العمود محافظاً على درجة الحرارة ٣٦°م. ونجد أن الفصل المحقق فى العمود ترك أقل من ١٠ جزء كل مليون من مونومر الأيزوبرين الرسوبى فى محلول المطاط المنفصل و ١,٢ % من الوسط الأليفاتى فى تيار المونومر العلوى. ونقية المونوميرات المنفصلة، وأعيد إدخالها بعد ذلك إلى مفاعل بلمرة المحلول. وبالتالي تم الحصول على أسمنت مطاط البيتويل المحتوى على ١٨ وزن % مطاط بيوتيل فى الوسط الأليفاتى. وكانت نسبة الماء من أسمنت مطاط البيتويل أقل من ٠,١ وزن %

مثال ٢- الهلجنة halogenation ببروم عنصرى

- ٢٠ هلجن أسمنت مطاط البيوتيل من المثال ١ بإستخدام معدات إضافة البروم الدفعية batch على مقياس تخطيطى pilot scale. وتم إدخال ٣٥ وزن % محلول فوق أوكسيد الهيدروجين فى الماء (عند نسبة مولارية ١ : ١,١ مع البروم المراد إضافته) فى هذا المحلول وتم رج المخلوط الناتج عند ٤٥°م لمدة تصل إلى ٢ دقيقة قبيل إضافة البروم العنصرى. وكانت كمية البروم المضافة ٢١,٠ كجم كل طن ton من مطاط البيوتيل. وبعد فترة التفاعل التى تصل إلى ٢٠ دقيقة، أضيف محلول هيدروكسيد الصوديوم إلى مخلوط التفاعل لتعادل neutralize أى بروميد هيدروجين رسوبى، بروم وفوق أوكسيد الهيدروجين ولضبط قيمة الأس الهيدروجينى إلى ٩,٥. وتم شطف rinsed اسمنت مطاط البيوتيل المعالج بالبروم بواسطة الماء بنسبة كتلة ١ : ١.

وتم تشتت dispersed مضادات الأكسدة (Antioxidants (irganox)، مثبتات stabilizers و paraplex)) وسيتارات كالسيوم calcium stearate فى الأسمنت قبل حقن injection بخار الماء steam لإزالة المذيب الرسوبى. وجفف البوليمر الناتج بإستخدام طاحونة ساخنة hot mill حتى حقق أقل من ٠,١% فقد كتلة mass loss وحلل analyzed بإستخدام بروتون proton NMR لتحديد التركيب الدقيق microstructure. وتدون ناتج NMR فيما يلى. وتعطى القيم بالمول%.

الروابط bonds المزدوجة double الغير متغيرة المشتقة derived من إدخال ١,٤ أيزوبرين الروابط المزدوجة بالخارج exo مع البروم فى موضع أليلى ٠.٨٠,٠٠.٧٣

تبين مطاطات البيوتيل المعالجة بالبروم الناتجة وفقاً للإختراع نسبة عالية من الروابط المزدوجة بالخارج مع البروم فى موضع أليلى يسهل الإرتباط المتشعب cross-linking فى التطبيقات التجارية commercial applications.

وكان إدخال البروم فى البوليمر كما تحدد بواسطة XRF 18,0 كجم/طن المتسبب فى إستخدام بروم ٨٥,٧%.

مثال ٣-الهلجنة بواسطة ٤٨ وزن% HBr فى ماء

١٥ هلجن أسمنت مطاط البيوتيل من المثال ١ بإستخدام معدات إضافة البروم الدفعية على مقياس تخطيطى. وتم إدخال ٣٥ وزن% محلول فوق أوكسيد الهيدروجين فى الماء (عند نسبة مولارية ٢,٠٥ : ١ مع HBr المراد إضافته) فى هذا المحلول وتم رج المخلوط الناتج عند ٤٥° م لمدة تصل إلى ٢ دقيقة قبيل إضافة ٤٨ وزن% بروميد الهيدروجين فى ماء. وكانت كمية بروميد الهيدروجين (٤٨ وزن%) المضافة ٤٩ كجم كل طن من مطاط البيوتيل.

٢٠ وبعد فترة التفاعل التى تصل إلى ٣ دقائق، أضيف محلول هيدروكسيد الصوديوم إلى مخلوط التفاعل لتعادل أى بروميد هيدروجين رسوبى، بروم وفوق أوكسيد الهيدروجين ولضبط قيمة الأس الهيدروجينى إلى ٩,٥. وتم شطف اسمنت مطاط البيوتيل المعالج بالبروم الناتج بواسطة الماء بنسبة كتلة ١ : ١.

وتم تشتت مضادات الأكسدة (irganox)، مثبتات (paraplex) وسيتارات كالسيوم فى الأسمنت قبل حقن بخار الماء لإزالة المذيب الرسوبى. وجفف البوليمر الناتج بإستخدام طاحونة ساخنة حتى حقق أقل من ٠,١ % فقد كتلة وحلل بإستخدام بروتون NMR لتحديد التركيب الدقيق. وتدون ناتج NMR فيما يلى. وتعطى القيم بالمول %.

٥ الروابط المزدوجة الغير متغيرة المشتقة من إدخال ١,٤ أيزوبرين الروابط المزدوجة بالخارج مع البروم فى موضع أليلى ٠,٧٤،٠,٧١.

وكان إدخال البروم فى البوليمر كما تحدد بواسطة XRF 18,0 كجم/طن المتسبب فى إستخدام بروم ٧٦,٥ %.

مثال ٤ - الهلجنة المستمرة continuous بالبروم العنصرى

١٠ هلجن أسمنت مطاط البيوتيل من المثال ١ بإستخدام معدات إضافة البروم المستمرة على مقياس تخطيطى. وإستخدمت المعدات على أساس خلاط عالى القص high-shear mixer بالإتحاد مع وعاء سعته 16 vessel لتر مرجوح (القدرة الميكانيكية mechanical power الداخلة فى الوعاء (W/l).

١٥ تم خلط ٣٥ وزن % فوق أوكسيد الهيدروجين فى الماء والبروم (عند نسبة مولارية ١,١ : ١ H2O2 : بروم) فى ٣٤ كجم/ساعة من محلول المطاط عند ٤٥ °م بإستخدام خلاط عالى القص. وكانت كمية البروم المضافة ١٩ كجم كل طن من مطاط البيوتيل.

٢٠ وبعد فترة الإقامة residence time التى تصل إلى ٢٠ دقيقة، أضيف محلول هيدروكسيد الصوديوم إلى مخلوط التفاعل لتعادل أى بروميد هيدروجين رسوبى، بروم وفوق أوكسيد الهيدروجين ولضبط قيمة الأس الهيدروجينى إلى ٩,٥. وتم شطف اسمنت مطاط البيوتيل المعالج بالبروم بواسطة الماء بنسبة كتلة ١ : ١.

وتم تشتت مضادات الأكسدة (irganox)، مثبتات (paraplex) وسيتارات كالسيوم فى الأسمنت قبل حقن بخار الماء لإزالة المذيب الرسوبى. وجفف البوليمر الناتج بإستخدام طاحونة ساخنة حتى

حقق أقل من ١,٠% فقد كتلة وحلل بإستخدام بروتون NMR لتحديد التركيب الدقيق. وتدون ناتج NMR فيما يلي. وتعطى القيم بالمول%.

الروابط المزدوجة الغير متغيرة المشتقة من إدخال ١,٤ أيزوبرين الروابط المزدوجة بالخارج مع البروم فى موضع أليلى ٠.٦,٠.٠.٨

٥ وكان إدخال البروم فى البوليمر كما تحدد بواسطة XRF 18,0 كجم/طن المتسبب فى إستخدام بروم ٩٤,٧%.

عناصر الحماية

١- طريقة لتحضير أسمنت cements متضمناً وسط أليفاتي ومطاط rubber البيوتيل butyl

المعالج بالبروم brominated الواحد على الأقل متضمنة الخطوات التالية على الأقل:

(أ) إعداد أسمنت cement مطاط بيوتيل butyl متضمنة

A- ٥ إلى ٣٠ وزن% مطاط rubber بيوتيل butyl واحد على الأقل

٥ B- ٠ إلى ٥ وزن% من الماء

C- وكمية من وسط أليفاتي aliphatic medium متضمناً ٥٠ وزن% من واحدة أو أكثر من

الهيدروكربونات الأليفاتية aliphatic hydrocarbons التي لها درجة غليان boiling point في

المدى range من ٤٥,٠°م إلى ٨٠,٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال، المختارة بتلك الطريقة

التي فيها مجموع (A, B) و C) يضيف من ٩٦ إلى ١٠٠ وزن% من الكمية الكلية total

١٠ amount لأسمنت cement مطاط rubber البيوتيل butyl.

(ب) إضافة البروم brominating إلى مطاط rubber البيوتيل butyl أو مطاطات rubbers

البيوتيل butyl الموجودة في أسمنت cement مطاط rubber البيوتيل butyl المزود في الخطوة

(أ) ببروم عنصرى elemental bromine في وجود عامل agent أكسدة oxidizing مائي

aqueous مضاف للحصول على مخلوط مخلط الأطوار heterophasic mixture متضمناً

١٥ على الأقل

- أسمنت cement متضمن وسط أليفاتي aliphatic medium ومطاط rubber بيوتيل butyl

معالج بالبروم brominated و

- طور مائي aqueous phase

حيث يكون العامل المؤكسد المائي aqueous oxidizing agent محلول مائي aqueous

٢٠ solution من فوق أوكسيد الهيدروجين hydrogen peroxide حيث يشتمل على ٢٥ إلى ٦٠%

بالوزن من فوق أوكسيد الهيدروجين hydrogen peroxide و

حيث يتم تنفيذ الخطوة (ب) بشكل مستمر

وإما

- (ج) ضبط adjusting قيمة الأس الهيدروجيني pH-value للطور المائي aqueous phase، ويفضل في المخلوط المخلط الأطوار heterophasic mixture الناتج وفقاً للخطوة ب)، إلى ٦ إلى ١٣ باستخدام قاعدة base و
- ٥ (د) فصل separating الأسمنت cement المتضمن وسط أليفاتي aliphatic medium ومطاط rubber البيوتيل butyl المعالج بالبروم brominated من الطور المائي أو
- (٢د) فصل المخلوط المخلط الأطوار heterophasic mixture الناتج وفقاً للخطوة ب) للحصول على الأسمنت cement المتضمن وسط أليفاتي aliphatic medium ومطاط rubber البيوتيل butyl المعالج بالبروم brominated و طور مائي aqueous phase و
- ١٠ (٣د) غسل washing الأسمنت cement المتضمن وسط أليفاتي aliphatic medium ومطاط rubber البيوتيل butyl المعالج بالبروم brominated بمخلوط مائي aqueous mixture، ويفضل محلول مائي aqueous solution لقاعدة base.
- ٢- الطريقة وفقاً للعنصر ١، وفيها يحضر أسمنت cement مطاط rubber البيوتيل butyl بالطريقة المتضمنة الخطوات التالية على الأقل ١٥
- ١أ (المسبقة) إعداد وسط تفاعل reaction medium متضمن
- وسط أليفاتي aliphatic medium متضمن ٥٠٪ على الأقل من واحدة أو أكثر من الهيدروكربونات الأليفاتية aliphatic hydrocarbons التي لها درجة غليان boiling point في المدى range من ٤٥°م إلى ٨٠°م عند ضغط ١٠١٣ هكتوباسكال، و
 - مخلوط مونومير monomer mixture متضمن أيزوأوليفين isoolefin به أربع ذرات كربون إلى سبع ذرات كربون واحد على الأقل، ودايين diene مرتبط به أربع ذرات كربون إلى أربعة عشر ذرات كربون واحد على الأقل وإما واحد أو أكثر من المونوميرات monomers الأخرى القابلة للبلمرية التساهمية co-polymerizable أو غير ذلك.
- في نسبة كتلة mass ratio لمخلوط المونومر monomer mixture إلى الوسط الأليفاتي aliphatic medium من ٣٥:٦٥ إلى ٩٩:١؛ ٢٥

٢أ المسبقة) بلمرة polymerizing مخلوط المونومر monomer mixture في وسط التفاعل reaction medium لتكوين محلول مطاط rubber solution البيوتيل butyl المتضمن مطاط rubber بيوتيل butyl الذي يزال تماماً على الأقل في الوسط المتضمن وسط أليفاتي aliphatic medium والمونوميرات الرسوبية residual monomers من مخلوط المونومر monomer mixture؛

٥

٣أ المسبقة) فصل separating المونوميرات الرسوبية residual monomers لمخلوط المونومر monomer mixture من محلول مطاط rubber solution البيوتيل butyl لتكوين أسمنت cement مطاط البيوتيل butyl، بذلك يجري الفصل separation على نحو مفضل بواسطة التقطير distillation.

١٠

٣- الطريقة وفقاً للعنصر ١ أو ٢، وفيها يتضمن مطاط rubber البيوتيل butyl وحدات متكررة repeating units مشتقة derived من ٩٢.٠ إلى ٩٩.٥ من أيزوأوليفين isoolefin به أربع ذرات كربون إلى سبع ذرات كربون واحد على الأقل، و ٠.٥ إلى ٨.٠ مول% من دايين diene مرتبط به أربع ذرات كربون إلى أربعة عشر ذرات كربون واحد على الأقل، أو حيث يشتمل مطاط rubber البيوتيل butyl على وحدات متكررة repeating units مشتقة من مشتقة derived من

١٥

(i) أيزوأوليفين isoolefin به أربع ذرات كربون إلى سبع ذرات كربون
(ii) ٠.٥ إلى ٨.٠ مول% دايين diene مرتبط به أربع ذرات كربون إلى أربعة عشر ذرات كربون واحد على الأقل و

(iii) ٠.١ إلى ٢٠% بالوزن من مونوميرات monomers قابلة للبلورة التساهمية co-polymerizable أيضاً

٢٠

وبذلك الوحدات المتكررة repeating units المشتقة derived من (i، ii) و (iii) تضيف ما يصل إلى ١٠٠ مول% من الوحدات المتكررة repeating units الموجودة في مطاط البيوتيل butyl rubber.

٢٥

٤ - الطريقة وفقاً لأى من العناصر ١ إلى ٣، وفيها مطاط البيوتيل butyl rubber يمثل بوليمر تساهمي copolymer من الأيزوبيوتين isobutene والأيزوبرين isoprene المتضمن ١،٥ إلى ٢،٥ مول % وحدات متكررة repeating units مشتقة derived من الأيزوبرين isoprene.

٥ - الطريقة وفقاً لأى من العناصر ١ إلى ٤، وفيها الوسط الأليفاتي aliphatic medium به نسبة من الهيدروكربونات الأليفاتية aliphatic hydrocarbons الحلقية cyclic أقل من ٢٥ وزن %.

٦ - الطريقة وفقاً لأى من العناصر ١ إلى ٥، وفيها الوسط الأليفاتي aliphatic medium به نسبة من الهكسان الحلقى cyclohexane أقل من ٥ وزن %.

٧ - الطريقة وفقاً لأى من العناصر ١ إلى ٦، وفيها البروم العنصرى elemental bromine اللازم لإجراء الخطوة ب) إما يضاف إلى أسمنت cement مطاط البيوتيل butyl إما فى مادة substance أو كمحلول solution من البروم العنصرى elemental bromine فى الوسط الأليفاتي aliphatic medium أو بالإضافة إلى ذلك أو على نحو بديل متكون بواسطة تفاعل reaction بروميد الهيدروجين hydrogen bromide أو بروميدات الفلز metal bromides أو مخاليط mixtures من بروميد الهيدروجين hydrogen bromide وبروميدات الفلز metal bromides كبرادى بروم bromine precursors مع عامل أكسدة oxidizing مائى aqueous فى موقعه.

٨ - الطريقة وفقاً لأى من العناصر ١ إلى ٧، وفيها يضاف البروم العنصرى elemental bromine وعامل الأكسدة oxidizing المائى aqueous إلى أسمنت cement مطاط rubber البيوتيل butyl فى الخطوة ب).

٩ - الطريقة وفقاً لأى من العناصر ١ إلى ٨، وفيها عامل الأكسدة oxidizing المائى aqueous يضاف إلى أسمنت cement مطاط rubber البيوتيل butyl قبيل، فى نفس الوقت

مع أو تبعاً لإضافة البروم العنصرى elemental bromine أو بوائى البروم bromine precursors.

١٠- الطريقة وفقاً لأى من العناصر ١ إلى ٩، وفيها نسبة الوزن لفوق أكسيد الهيدروجين إلى الماء ضمن خليط التفاعل المتكون بإضافة عامل الأكسدة المائى إلى أسمنت مطاط البيوتيل أعلى بشكل أساسى عن ٠.٠٠٥.

١١- الطريقة وفقاً لأى من العناصر ١ إلى ١٠، وفيها تكون كمية ذرات البروم bromine atoms المستخدمة فى شكل بروم عنصرى elemental bromine أو بوائى بروم bromine precursor أو بروم bromine precursor وبوائى بروم bromine precursor فى الخطوة ب) ٠,٢ إلى ١,٢ مرة من الكمية المولارية molar quantity للروابط المزدوجة double bonds الموجودة فى مطاط البيوتيل butyl rubber.

١٢- الطريقة وفقاً لأى من العناصر ١ إلى ١١، حيث لم يتم إضافة أى خوافض للتوتر السطحي surfactants.

١٣- الطريقة وفقاً لأى من العناصر ١ إلى ١٢، وفيها تستخدم من ٠,٦ إلى ٥ مول من عامل oxidizing agent الأكسدة المائى المحسوب على فوق أكسيد الهيدروجين hydrogen peroxide كل مول من البروم العنصرى elemental bromine أو إذا إستخدم بروميد الهيدروجين hydrogen bromide أو بروميدات فلز metal bromides كبوائى بروم bromine precursors من ١ إلى ٥ mol من عامل agent الأكسدة المائى oxidizing المائى aqueous المحسوب على فوق أكسيد الهيدروجين hydrogen peroxide كل مول mol من البروميد bromide الموجود فى بوائى البروم bromine precursors.

١٤- الطريقة وفقاً لأى من العناصر ١ إلى ١٣، وفيها تشغل الخطوة ب) عند درجة حرارة temperature من ٠°م إلى ٩٠°م.

١٥- الطريقة وفقاً لأي من عناصر الحماية رقم ١ إلى ١٤، حيث في الخطوة ب) يكون زمن التفاعل reaction time من ١ دقيقة إلى ١ ساعة.

١٦- الطريقة وفقاً لأي من العناصر ١ إلى ١٥، وفيها في الخطوة ب) تكون القدرة الميكانيكية mechanical power الداخلة ٠.٥ W/l، ويفضل ٠.٧ W/l أو أعلى لرج agitate أسمنت cement مطاط rubber البيوتيل butyl، عامل الأكسدة oxidizing المائي aqueous bromine أو بادئ البروم bromine precursor في الخطوة ب).

١٧- الطريقة وفقاً لأي من العناصر ١ إلى ١٦، وفيها القواعد المستخدمة في الخطوة ج) أو د) تكون عبارة عن محاليل مائية aqueous solutions أو رذغات slurries من هيدروكسيدات الفلز alkaline metal hydroxides أو القلوى الأرضى earth alkaline.

١٨- الطريقة وفقاً لأي من العناصر ١ إلى ١٧، وفيها تتم الخطوة د) أو د) باستمرار في جهاز فصل apparatus فصل separating متضمن قطاع ترسيب settling section وبذلك يفضل تدعيم الفصل separation بواسطة مجمع coalescer.

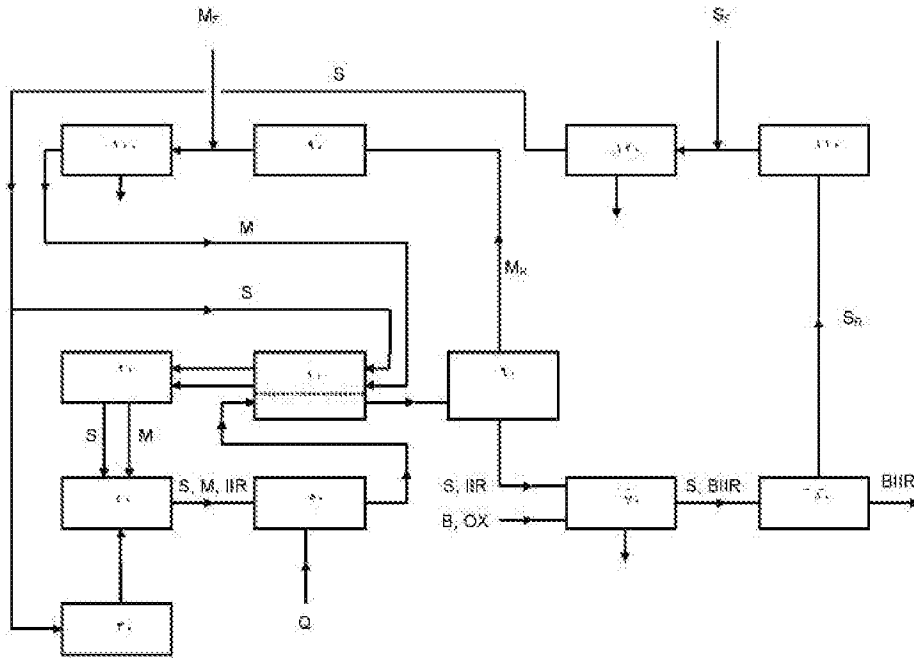
١٩- الطريقة وفقاً لأي من العناصر ١ إلى ١٨، وفيها الطريقة تتضمن أيضاً الخطوة ه) التي فيها تزال المكونات المتطايرة volatile components التي لها درجة غليان boiling point اقل من ٢٥٠°م عند ١٠١٣ هكتوباسكال من مطاط البيوتيل butyl rubber المعالج بالبروم brominated للحصول على مطاط البيوتيل butyl rubber المعالج بالبروم brominated في صورة صلبة solid.

٢٠- الطريقة وفقاً للعنصر ١٩، وفيها تتم إزالة removal بواسطة طريقة تستخدم طارد extruder.

٢١- الطريقة وفقاً لأي من العناصر ١ إلى ٢٠، وفيها يعالج مطاط البيوتيل butyl rubber المضاف له بروم brominated في خطوة أخرى.

٢٢- الطريقة وفقاً لأي من العناصر ١ إلى ٢١، وفيها مطاط البيوتيل butyl rubber المعالج بالبروم brominated يتضمن إشتراك ذرات البروم bromine atoms التي تكون في الموضع الأليلي allylic position بروابط مزدوجة خارجياً exo-double bonds كما قيس بواسطة البرنامج الخاص للرنين النووي المغناطيسي (1H-NMR) Tutorial. Proton Nuclear Magnetic Resonance يتجاوز ٤٠% ، ويفضل ٥٠% بالنسبة لنسبة البروم bromine الكلية من مطاط البيوتيل butyl rubber المعالج بالبروم brominated كما قيس بواسطة هاندهيلد أشعه اكس الفلوري (XRF) Handheld X-ray fluorescent.

٢٣- بطانات داخلية inner liners للإطار tyre، نعال treads، جدران جانبية sidewalls، مواد لاصقة adhesives، خلطات blends مع ملدنات لدنة حرارياً thermoplastic ١٠ elastomers، ملابس للقدم footwear، أغشية تخزين storage membranes، ملابس واقية protective clothing، موقفات صيدلية pharmaceutical stoppers، بطانات linings، وأغطية حاجزة barrier coatings حيث تشتمل على مطاطات معالجة بالبرومين brominated rubbers يمكن الحصول عليها وفقاً لأي من عناصر الحماية ١٩ إلى ٢٠ أو مطاطات معالجة بالبرومين cured brominated rubbers يمكن الحصول عليها وفقاً لأي من عناصر الحماية ١٥ ٢١ إلى ٢٢.



شکل ۱

مدة سرعان هذه البراءة عشرون سنة من تاريخ إيداع الطلب

وذلك بشرط تسديد المقابل المالي السنوي للبراءة وعدم بطلانها أو سقوطها لمخالفتها لأي من أحكام نظام براءات الاختراع والتصميمات التخطيطية للدارات المتكاملة والأصناف النباتية والنماذج الصناعية أو لائحته التنفيذية

صادرة عن

مدينة الملك عبدالعزيز للعلوم والتقنية ، مكتب البراءات السعودي

ص ب ٦٠٨٦ ، الرياض ١١٤٤٢ ، المملكة العربية السعودية

بريد الكتروني: patents@kacst.edu.sa