مدينة الملك عبدالعزيز
للعلوم والتقنية KACST

[19] المملكة العربية السعودية SA
مدينة الملك عبدالعزيز للعلوم والتقنية

[11] رقم البراءة: ٣٥٠٤
[45] تاريخ المنح: ١٤٣٥/٠٩/١٧ هـ
الموافـــق: ٢٠١٤/٠٧/١٤ م

[12] براءة اختراع

[72] اسم المخترع: داناكي. ادكينسون، راينير كريستا، كيفين كولبابا

[73] مالك البراءة : لانكسيس إنك
عنوانه: ١٢٦٥ فيدال ستريت سوث، سارينا، اونتاريو، كندا ان ٧ تى ٧ام٢، كندا
جنسيته: كندية

[74] الوكيل: شركة الهدف لخدمات العلامات المحدودة

[21] رقم الطلب: ١١٠٣١٠١١٩

[22] تاريخ الإيداع : ١٤٣١/٠٢/٢٩ هـ
الموافق : ٢٠١٠/٠٢/١٣ م

[30] بيانات الأسبقية:

US	٦١/١٥٢,٤١٩	٢٠٠٩/٠٢/١٣ م

[51] التصنيف الدولي (IPC^8) :
B29B 17/04, C08K 03/34

[56] المراجع:

CA	٢٦٠٤٤٠٩	٢٠٠٨/٠٦/٢٢م

أ) PARENT, J.S. ET AL. SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ISOBUTYLENE-BASED AMMONIUM AND PHOSPHONIUM IONOMERS MACROMOLECULES VOL. 37, 2004, PAGES 7477 – 7483.

US	٤١٠٢٨٧٦	١٩٧٨/٠٧/٢٥م

اسم الفاحص: متعب بن شائع الدوسري

[54] اسم الاختراع: أيونوميرات البيوتيل المعاد تدويرها وعمليات اعادة تدويرها
Recycled butyl ionomers and recycling processes

[57] الملخص: يختص الاختراع الحالي بعمليات اعادة تدوير المواد recycling articles المصنوعة من الايونوميرات لبيوتيل butyl ionomers وعمليات انتاج الايونوميرات لبيوتيل المعاد تدويره recycled butyl ionomers. يختص الاختراع ايضا بالمركبات composites متضمنة الايونوميرات لبيوتيل المعاد تدويره ومواد الحشو fillers والمواد المصنوعة من الايونوميرات لبيوتيل المعاد تدويره، يختص الاختراع ايضا بمواد المعبأة غير المعالجة uncured filled articles المصنوعة من الايونوميرات لبيوتيل ذات خصائص طبيعية محددة. تشمل مواد الحشو النموذجية السليكا silica واسود الكربون carbon black والتلك talc والطمي clay والانويم المستبدل onium substituted على وجه الخصوص بواسطة الطمي بحجم النانو nanoclays عالي النسبة.

عدد عناصر الحماية (١٣)

أيونوميرات البيوتيل المعاد تدويرها وعمليات اعادة تدويرها

Recycled butyl ionomers and recycling processes

الوصف الكامل

خلفية الاختراع

يختص الاختراع الحالي بعمليات processes اعادة تدوير المواد recycling articles المصنوعة من الايونوميرات البيوتيل butyl ionomers وعمليات انتاج الايونوميرات لبيوتيل المعاد تدويره، يختص الاختراع ايضا بالمركبات متضمنة الايونوميرات لبيوتيل المعاد تدويره ومواد الحشو fillers والمواد المصنوعة من الايونوميرات لبيوتيل المعاد تدويره. يختص الاختراع ايضا بمواد المعبأة الغير معالجة uncured filled articles المصنوعة من الايونوميرات لبيوتيل ذات خصائص طبيعية محددة physical properties.

يكون متعدد (ايزوبيوتيلين–مشترك مع الايزوبرين) poly(isobutylene-co-isoprene) او poly(isobutylene-co-isoprene) IIR عبارة عن مادة مرنة synthetic elastomer معروفة بشكل شائع كمطاط البيوتيل butyl rubber الذي تم تحضيره منذ الاربيعينات من خلال عملية البلمرة التساهمية الكاتيونية العشوائية random cationic copolymerization لايزوبيوتيلين مع كميات صغيرة من الايزوبرينisoprene (١ – ٥ ٪ مول). كنتيجة لتركيبة الجزيئي، يكون IIR poly(isobutylene-co-isoprene) عدم نفاذية لهواء فائقة ، و معامل فقد عالي high loss modulus و ثبات تأكسدي oxidative stability و مقاومة انهيار واسعة extended fatigue resistance .

يفهم من مطاط البيوتيل لكي يكون كوبوليمير لايزواوليفين copolymer of an isoolefin وواحد او اكثر و من الافضل متعدد الاوليفينات مقترنة ككومونوميرات . يتضمن البيوتيل التجاري جزء رئيسي من الايزو اوليفين و ادني كمية ، و عادة ليس اكثر من ٢,٥ ٪ مول من متعدد الاوليفين المقترن . عموما يحضر مطاط البيوتيل او بوليمير البيوتيل في عملية الملاط slurry process باستخدام كلوريد الميثيل methyl chloride كمخفف diluent

و عامل مساعد فرديل كرافتس Friedel-Crafts catalyst كجزء من باديء البلمرة . توصف هذه العملية في براءة الاختراع الامريكية رقم ٢٣٥٦١٢٨ وموسوعة اولمان لكيمياء الصناعية ، المجلد أ ٢٣ ، ١٩٩٣ ، الصفحات ٢٨٨ – ٢٩٥ .

تنتج المعالجة الهالوجينية Halogenation لمطاط البيوتيل هذا هاليد اليلي allylic halide تفاعلي بشكل فعال ضمن المادة المرنة (الايلاستومير) elastomer . يكون لمعالجة الهالوجينية لمطاط البيوتيل التقليدي butyl rubber كما هو موصوقف سابق علي سبيل المثال في موسوعة اولمان لكيمياء الصناعية (الطبعة الخامسة المعدلة بشكل كامل ، المجلد أ ٢٣١ ، المحررون الفيرس و اخرون) و / او تقنية المطاط (الطبعة الثالثة) بموريس مورتون ، الفصل ١٠ (شركة Van Nostrand Reinhold Company © ١٩٨٧ ، وعلى وجه الخصوص بصفحة ٢٩٧ – ٣٠٠ .

يسمح وجود فعاليات الهاليد الاليلي لتفاعلات المعالجة الالكيلية النيكلوفيل nucleophilic alkylation reactions . انه تم العرض بشكل حديث بان المعالجة مع مطاط بيوتيل المعالج البروم (BIIR) مع النتروجين و / او الفوسفور معتمد بصفة اساسية علي المواد النيكلوفيل، و في حالة صلبة ، و يؤدي الي انشاء IIR معتمد بصفة اساسية علي الايونوميرات مع الاهتمام بالخصائص الطبيعية و الكيميائية (انظر المصدر ،J. S.; Liskova ،A. ،Whitney : R. A ،Resendes : R. ، جريدة علوم البوليمير ، الجزء أ : كيمياء البوليمير ٤٣ ، ٥٦٧١ – ٥٦٧٩ ، ٢٠٠٥ : المصدر ;.J . S ،Liskova ،Resendes ; R. ; البوليمير ٤٥ ، صفحات ٨٠٩١ – ٨٠٩٦ ، ٢٠٠٤ ; المصدر ، ،Whitney ; A. ،. A.; Liskova ; S ،Guillen- Castellanos ; A. ،J. S. ; Penciu R. A. ، الجزيئيات الكبيرة ٣٧ ، صفحات ٧٤٧٧ – ٧٤٨٣ ، ٢٠٠٤) . ينشاء الايونومير بفعالية من تفاعل النتروجين او الفوسوفر المعتمد بصفة اساسية علي المادة النيكلوفيل و مواضع الهاليد الاليلي في مطاط البيوتيل الهالوجيني لكي تنتج مجموعة ايونية ionic group لامونيوم ammonium او الفوسفونيوم phosphonium علي التوالي . تكون الخصائص الطبيعية لهذه الايونوميرات المعتمدة بصفة اساسية علي البيوتيل المهلجن مثل القوة الخضراء green strength ، المعامل modulus ،

تداخلات ماد الحشو filler interactions ، الخ فائقة الي تلك لجزء المضاد الغير ايونوميري الخاص بها .

لقد اكتشف بان اضافة بارا ميثيل ستريين para-methylstyrene الي التغذية المخلوطة mixed feed لعمليات بلمرة البيوتيل butyl polymerizations (MeCl و التغذية المخلوطة IB و IP ، مع $AlCl_3$ / الماء كبادئات) تؤدي الي بوليمير عالي الوزن الجزيئي molecular weight polymer حتي ١٠ ٪ مول من المجموعات الستيرينية المدمجة بشكل عشوائي علي طول سلسلة البوليمير (انظر براءة الاختراع الامريكية رقم ٦٩٦٠٦٣٢ ، كاساز و اخرون ، كيمياء و تقنية المطاط ، ٢٠٠١ ، ٧٥ ، ١٥٥) . يكتشف دمج بارا ميثيل ستيرين لكي تكون منتظمة من خلال جميع توزيع وزن جزيئي نتيجة التشابه بالتفاعلية مع الايزوبيوتيلين isobutylene . يمكن ان تهلجن اجزاء الايزوبرين ضمن تيربوليميرات البيوتيل بالطرق التقليدية بالطرق المؤدية الي لتراكيب الهاليد الاليلية من النوع الثاني او الثالث المشابه مثل درجات الهالوبيوتيل LANXESS الحالية .

بشكل متبادل ، قد يتضمن كوبوليمير البيوتيل ايزو احادي اوليفين محتوي علي ٤ – ٧ ذرات كربون مثل الايزوبيوتيلين و الكومونومير مثل بارا الكيل ستيرين ، ومن الافضل بارا ميثيل ستيرين para-methylstyrene . عند الهلجنة ، تحتوي بعض المجموعات المستبدلة لالكيل الموجودة في وحدات مونومير الستيرين علي هالوجين البنزيل . يمكن ان تدمج المجموعات الفعالة الاضافية بالنيكلوفيل المستبدل بهالوجين البنزيل benzylic halogen مع تشكيلة من النيكلوفيل كما هو موصوف في براءة الاختراع الامريكية رقم ٥١٦٢٤٤٥. يؤدي استخدام الامينات amines الثلاثية tertiary والفوسفينات phosphines الي تكوين الايونوميرات لبيوتيل المعتمدة بصفة اساسية علي هذه الكوبوليميرات مع الخصائص الطبيعية المحسنة .

تعاني بوليميرات البيوتيل التقليدية شاملة الهالوبيوتيل من الاضرار بانه لكي الفائدة بالكامل لخصائصها ، فانها تحتاج ان ترتبط من خلال المعالجة او المعالجة بالتصليد vulcanization . علي اية حال، تتكون فقط الروابط العرضية التساهمية من خلال الطرق التقليدية (اي المعالجة بالتصليد)،

ولم تعد مركبات البوليمير قابلة لإعادة المعالجة او قابلة لإعادة الصياغة واي مادة باقية متكونة بالصناعة لم تعد تستخدم بالنسبة لمنتج ، و يجب ان يتخلص منها و يمكن ان تكون تكلفتها كبيرة بالنسبة للمنتج.

لقد تم بداية التحقيقات المتنوعة في انتاج البوليميرات، ما يعني البوليميرات الايونية التي تسلك سلوك مشابه الي البوليميرات المرتبطة بشكل تساهمي covalently crosslinked polymers عند درجة حرارة الغرفة و لكن عند درجات حرارة اعلي و تكون قابلة لاعادة الصياغة بسهولة . هذا يكون قابل لانجاز كبوليميرات ايونية ionic polymers ترتبط تساهميا عن طريق الارتباط الايوني مقابل الارتباط التساهمي في المطاطات العادية المعالجة بالتصليد . تعرف الروابط الايونية ionic bonds او العناقيد clusters لكي تعطل بفعل القص shear او الحرارة heat ، بينما الروابط التساهمية لانظمة معالجة تقليدية بدرجة اكثر (معالجة بالتصليد) تكون عبارة عن روابط دائمة بشكل اساسي ما بين سلاسل البوليمير .

تصف براءة الاختراع الامريكية رقم ٣٦٤٦١٦٦ طريقة ادخال مجموعات حمض الكربوكسيليك في عمود مطاط البيوتيل . ينجز هذا في تفاعل محلول متعدد الخطوات لازالة الهالوجين لهالوبيوتيل dehalogenation of halobutyl لكي تكون الدين المقترن ، و ملحقة بالتفاعل مع انهيدريد الماليك maleic anhydride التي تحلل مائيا بعد ذلك و تتفاعل مع ملح معدني metallic salt او امين amine لكي تكون بوليمير ايوني الذي قد يعاد صياغته مع خصائص طبيعية جيدة .

تصف براءة الاختراع الامريكية رقم ٣٨٩٨٢٥٣ تركيب مطاط البيوتيل القابل لاعادة صياغته المتكون بالدمج الاول لمطاط هالو بيوتيل مع مادة الحشو المختارة (السليكا ، التلك او كربونات الكالسيوم) عند المطحنة الدافئة الملحقة باضافة امين ثلاثي الالكيل alkyl tertiary amine عند المطحنة الباردة cooled mill و من ثم صياغته في العصارة press عند ١٧٥ درجة مئوية لكي تسمح لامين بالتفاعل مع المطاط . من ثم تم اعادة المركب الناتج عند الطحن عند ١٧٥ درجة

مئوية و اعادة صياغة في المركبات الناتجة التي احتفظت ببعض الخصائص الطبيعية علي اية حال في معظم الحالات ، و تم تقليل هذه الخصائص الطبيعية الي النصف علي الاقل .

تصف براءات الاختراع الامريكية ارقام ٤١٠٢٨٧٦،٤١٧٣٦٩٥ تكوين الايونوميرات معتمدة بصفة اساسية علي مونومر داين اثيلين بروبين (EPDM) **ethylene propylene diene monomer** و بيوتيل منخفض الوزن الجزيئي المتكون عن طريق عملية متعددة الخطوات التي فيها تحدث المعالجة الكبريتية sulfonation لبوليمير ملحقة بالمعالجة الرباعية quaternization

مع مركبات الفوسفونيوم phosphonium او الامونيوم ammonium . يكون لايونوميرات الناتجة مجموعة ايونية مرتبطة بالعمود الفقري و مجموعة كاتيونية كايون مضاد .

تعاني الامثلة المختصرة سابقا ، بينما تعرض الخصائص القابلة لاعادة التشكيل من الاضرار المرتبطة بفترات الانتاج الطويلة لكي تكون البوليمير القابل لاعادة التشكيل (براءة الاختراع الامريكية رقم ٣٨٩٨٢٥٣) او تتضمن التحضير متعدد الخطوات (براءة الاختراع الامريكية رقم ٣٦٤٦١٦٦ وبراءة الاختراع الامريكية رقم ٤١٧٣٦٩٥) . بشكل اضافي في معظم الحالات لا يوجد احتفاظ ممتاز لخصائص الطبيعية الاصلية .

تكون المركبات بحجم النانو لبوليمير متمددة بسرعة ، و المجال متعدد التخصصات الذي يمثل الشق الكيمياوي البديل الي البوليميرات المعباءة التقليدية conventional-filled polymers او مزائج البوليمير polymer blends. تتكون المركبات بحجم النانو لبوليمير بدمج مواد الحشو الغير عضوية بحجم النانو في قالب البوليمير . تمثل المواد المهجنة المقوي مع مواد الحشو الدقيقة و / او مواد الحشو شبه صفائحية plate-like fillers عالية النسبة الباعية المعدلة بشكل طبيعي فئة مدروسة بشكل واسع غالبا لمركبات بحجم النانو nanocomposites . تؤدي التفاعلات بين وجهية القوية ما بين الطبقات الموزعة و قالب البوليمير الي خصائص ميكانيكية و حاجز محسنة فوق المركب التقليدي . تتطلب زيادة مواد الحشو عالية النسبة الباعية الي اقصي درجة بالنسبة الي اعلي امكانية موفولوجية صحيحة ، منجزة اختيار كل من البوليمير و مادة الحشو الحرجة . يجب ان ينجز تداخل

البوليمير في رواق الصفيحة platelet galleries ، و ازالة الصفيحات delamination والتقشير exfoliation لصفيحة platelet و الاصطفاف متباين الخواص anisotropic alignment لصفائح في قالب المطاط يجب ان تنجز . لكي ينجز تداخل قليل جدا و ازالة تصفيح ، فانه من المفيد لكي تنشاء ارتباط كيميائي ما بين قالب البوليمير و سطح مادة الحشو .

يعلن تطبيق براءة الاختراع الامريكية رقم ٨٨١٧٢/١١ البوليميرات ، و مركبات البوليمير و مواد المركب المصنوعة منها متضمنة انهيدريد الماليك المطعم علي بوليميرات البيوتيل و مونتموريلونيت montmorillonite

ذات خصائص التصاق adhesive properties مدهشة . و تعلن تقرير البحث الدولي/كندا ٢٠٠٧٠٠٤٢٥ عملية البلمرة لتحضير بوليميرات مطاط البيوتيل المعباء بالسليكا حيث ينتشر ايون الانويوم الرباعي المستبدل مع الطمي بحجم النانو في مائع البلمرة العضوي قبل بدء البلمرة .

الوصف العام للاختراع

يزود الاختراع الحالي مركب البوليمير القابل لاعادة التشكيل الغير معالج متضمن : الايونومير لبيوتيل متضمن وحدات مكررة مشتقة من مونومير ايزو اوليفين واحد علي الاقل ، و وحدات مكررة مشتقة من مونومير متعدد الاوليفين واحد علي الاقل ، و بشكل اختياري مونومير واحد علي الاقل قابل لبلمرة التساهمية مع مونومير ايزو اوليفين او متعدد الاوليفين و ذرة نتروجين او فوسفور واحدة علي الاقل معتمدة بصفة اساسية علي النيكلوفيل ومادة حشو مدمجة مع الايونومير لبيوتيل . في هذا التمثيل ، تتضمن مادة الحشو مادة حشو عالية النسبة الباعية ، علي سبيل المثال الطمي بحجم النانو ذو نسبة باعية ١ : ٣ علي الاقل و من الافضل الانويوم المستبدل مع الطمي بحجم النانو onium substituted nanoclay في التمثيل الاخر ، تتضمن مادة الحشو السليكا . قد يكون المركب قابل لانعكاس حراريا thermo-reversible ، و قد يكون له لزوجة موني ML Mooney viscosity (١ + ٨) عند ١٢٥ درجة مئوية الي ٢٥ وحدة موني علي الاقل و قد يكون لها قوة شد مطلقة ٢ ميجابسكال علي الاقل . قد يهلجن الايونومير لبيوتيل بشكل جزئي .

يزود الاختراع الحالي ايضا عملية اعادة تدوير الماد الصماغة متضمنة مادة الايونومير لبيوتيل الغير معالج ، و تتضمن العملية تحويل المادة الي جزيئيات ذات حجم متوسط ٥٠ مم في الغالب و تسخين الجزيئيات الي درجة حرارة من ٧٠ – ١٩٠ درجة مئوية و التعرض الجزيئيات الي ظروف خلط قص لمدة ١٠ ثواني علي الاقل و التبريد المخلوط الناتج الي درجة الحرارة المحيطة و قد تزود ظروف خلط القص بالخلاط الداخلي او الباثق extruder. من الافضل ان تكون درجة الحرارة في مدي من ١١٠ – ١٧٠ درجة مئوية .

يزود الاختراع الحالي ايضا عملية تحضير مادة الايونومير لبيوتيل المعاد تدويره و تتضمن العملية :تزويد مادة الايونومير لبيوتيل الغير معالج غير المعاد تدويره non-recycled uncured butyl ionomer ذات قوة شد مطلقة ultimate tensile strength عند درجة الحرارة المحيطة و تسخين الايونومير لبيوتيل الي درجة حرارة من ٧٠ – ١٩٠ درجة مئوية و تعرض الايونومير لبيوتيل الي ظروف خلط قص لمدة ١٠ ثواني علي الاقل و التبريد الايونومير لبيوتيل الي درجة الحرارة المحيطة لكي تكون الايونومير لبيوتيل المعاد تدويره .

يزود الاختراع الحالي ايضا ماد مهيئة shaped article متضمنة الايونومير لبيوتيل المعاد تدويره . قد تظهر المادة المهيئة اقل من ٢٠ ٪ انخفاض في قوة الشد المطلقة بالمقارنة مع المادة المهيئة المماثلة المصنوعة من الايونومير لبيوتيل الغير معاد تدويره الذي يكون مماثل بطريقة اخري في تركيب الايونومير لبيوتيل المعاد تدويره . قد تصنع المادة المهيئة من الايونومير لبيوتيل المعاد تدويره الذي يهلجن بشكل جزئي .

يزود الاختراع الحالي ايضا المركب متضمن الايونومير لبيوتيل المعاد تدويره و مادة الحشو . قد يظهر المركب اقل من ٢٠ ٪ انخفاض في قوة الشد المطلقة بالمقارنة مع المركب المصنوع من الايونومير لبيوتيل الغير معاد تدويره الذي يكون مماثل بطريقة اخري في تركيب الايونومير لبيوتيل المعاد تدويره .قد يكون المركب غير معالج . قد يحتوي المركب علي اقل من ٥٠ ٪ بالوزن من الايونومير لبيوتيل الغير معاد تدويره ، و من الافضل اقل من ١٠ ٪ . قد يهلجن الايونومير لبيوتيل

المعاد تدويره بشكل جزئي . قد تتضمن مادة الحشو مادة حشو عالية النسبة الباعية ، علي سبيل المثال المي بحجم النانو ذو نسبة باعية ١ : ٣ علي الاقل ، و من الافضل الانويوم المستبدل مع الطمي بحجم النانو nanoclay . في التمثيل الاخر ، قد تتضمن مادة الحشو السليكا .

يكون لمركبات الايونومير لبيوتيل لاختراع الحالي قوة شد محسنة بالمقارنة بمركبات مطاط البيوتيل التقليدية الغير معالجة و الخصائص بان يكون ممكن مقارنته علي الاقل بمركبات المطاط لبيوتيل المعالج بالكبريت sulfur-cured butyl rubber . تظهر الايونوميرات انخفاض قليل جدا في قوة الشد و الوزن الجزيئي عند اعادة تدويرها ، و نتيجة جزئيا علي الاقل لظروف عملية اعادة التدوير المختارة . علي وجه الخصوص تكون مركبات الاختراع الحالي مفيدة في المواد ، علي سبيل المثال المواد المهيئة shaped او المصاغة molded articles ، واستخدامات الحاجز barrier applications، بطانة الخزان tank linings، والمواد الممتصة لصدمة shock absorbers ومانعات التسرب seals والاستخدامات الحيوية الطبية biomedical applications.

الوصف التفصيلي

يحضر الايونومير لبيوتيل من بوليمير البيوتيل المهلجن . عموما تشتق بوليميرات البيوتيل من مونومير ايزو اوليفين واحد علي الاقل ، مونومير متعدد الاوليفين واحد علي الاقل و بشكل اختياري المونوميرات القابلة لبلمرة التساهمية ايضا بشكل اختياري .

لا يحصر بوليمير البيويتل بالايزواوليفين الخصا . علي اية حال ، تفضل الايزو اوليفينات ضمن مدي من ٤ – ١٦ ذرة كربون و من الافضل ٤ – ٧ ذرة كربون مثل الايزوبيوتين ، ٢ – ميثيل – ١ – بيوتين 2-methyl-1-butene ، ٣ – ميثيل – ١ – بيوتين 2-methyl-1-butene ، ٢ – ميثيل – ٢ – بيوتين 2-methyl-2-butene ، ٤ – ميثيل – ١ – بنتين 4-methyl-1-pentene و مخاليط من ذلك . يكون المفضل كثيرا عبارة عن الايزوبيوتين (الايزوبيوتيلين) .

لا يحصر بوليمير البيوتيل بمتعدد الاوليفين الخاص . يمكن ان يستخدم كل متعدد اوليفين قابل لبلمرة التساهمية مع الايزو اوليفين المعروف لاولئك الماهرون بالمجال . علي اية حال ، تستخدم

متعدد الاوليفينات في مدي من ٤ – ١٤ ذرة كربون ، مثل الايزوبرين isoprene ، بيوتادين butadiene ، ٢ – ميثيل بيوتادين 2-methylbutadiene ، ٢ ، ٤ – ثنائي ميثيل بيوتادين 2,4-dimethylbutadiene ، بيبريلين piperyline ، ٣ – ميثيل – ١ ، ٣ – بنتادين 3-methyl-1,3-pentadiene ، ٢ ، ٤ – هكسادين 2,4-hexadiene ، ٢ – نيوبنتيل بيوتادين 2-neopentylbutadiene ، ٢ – ميثيل – ١ ، ٥ – هكسادين2-methly-1,5-hexadiene ، ٢ ، ٥ – ثنائي ميثيل – ٢ ، ٤ – هكسادين 2,5-dimethly-2,4-hexadiene ، ٢ – ميثيل – ١ ، ٤ – بنتادين 2-methyl-1,4-pentadiene ، ٢ – ميثيل – ١ ، ٦ – هبتادين 2-methyl-1,6-heptadiene ، سيكلوبنتادين cyclopenta-diene ، ميثيل سيكلو بنتادين methylcyclopentadiene ، سيكلو هكسادين cyclohexadiene , ، ١ – فينيل – سيكلوهكسادين1-vinyl-cyclohexadiene , و مخاليط منه ، و من الافضل الدينات المقترنة . بدرجة اكثر تفضيلا يستخدم الايزوبرين . قد تشمل بوليمير البيوتيل المفيد بالاختراع الحالي الكومونومير ماعدا متعدد الاوليفينات المشار اليها السابقة ، مثل الالكيل المستبدل مع الكومونومير الفينيل الاروماتي alkyl-substituted vinyl aromatic co-monomer ، شاملة و لكن غير محصورة بذلك بالالكيل المحتوي علي ١ – ٤ ذرات كربون المستبدل مع الستيرين alkyl substituted styrene ، علي سبيل المثال بارا – ميثيل ستيرين .

يمكن ان تستخدم المونوميرات الاختيارية ، و اي مونومير قابل لبلمرة التساهمية مع الايزو اوليفينات و / او الدينات المعروفة الي اولئك الماهرون بالمجال . من الافضل ان يستخدم الفا – ميثيل ستيرين α-methyl styrene ، p – ميثيل ستيرين p-methyl styrene ، كلورو ستيرين chlorostyrene ، سيكلو بنتادين ميثيل سيكلوبنتادي methylcyclopentadiene . ايضا قد يستخدم الاندين Indene و مشتقات الستيرين الاخري . ايضا يمكن ان يستخدم بيتا – بينين β-pinene ككمونومير لايزواوليفين . يمكن ان يشمل بوليمير البيوتيل علي سبيل المثال الكوبوليميرات العشوائية لايزوبيوتيلين ، الايزوبرين و بارا ميثيل ستيرين .

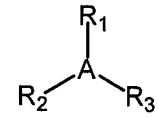
من الافضل ان يتضمن مخلوط المونومير من حوالي ٨٠ – ٩٩ ٪ بالوزن من مونومير الايزو اوليفين و من حوالي ١ – ٢٠ ٪ بالوزن من مونومير متعدد الاوليفين . بدرجة اكثر تفضيلا ، يتضمن مخلوط المونومير من حوالي ٨٥ – ٩٩ ٪ بالوزن من مونومير الايزو اوليفين و من حوالي ١ – ١٥ ٪ بالوزن من مونومير متعدد الاوليفين . في حالة ان يتضمن مخلوط المونومير المونومير الاختياري القابل لبلمرة التساهمية مع الايزو اوليفينات و / او الدينات ، و من الافضل ان يتضمن مخلوط المونومير من حوالي ٨٠ – ٩٩ ٪ بالوزن من مونومير و من حوالي ٠,٥ – ٥ ٪ بالوزن من مونومير متعدد الاوليفين و من حوالي ٠,٥ – ١٥ ٪ بالوزن من المونومير الاختياري . بدرجة مفضلة كثيرا ، يتضمن مخلوط المونومير من حوالي ٨٥ – ٩٩ ٪ بالوزن من مونومير الايزو اوليفين و من حوالي ٠,٥ – ٥ ٪ بالوزن من مونومير متعدد الاوليفين و من حوالي ٠,٥ – ١٠ ٪ بالوزن من المونومير الاختياري .

من ثم يمكن ان يخضع بوليمير البيوتيل الي عملية الهلجنة لكي ينتج بوليمير الهالو بيوتيل halobutyl polymer . يمكن ان تنجز عملية المعالجة البرومية bromination او الكلورية chlorination طبقا الي العملية المعروفة بواسطة اولئك الماهرون بالمجال ، علي سبيل المثال الاجراءات الموصوفة في تقنية المطاط rubber technology ، الطبعة الثالثة ، المحرر بواسطة مواريس مورتون Maurice Morton و الناشرون اكاديمية كلوير Kluwer ، صفحات من رقم ٢٩٧ – ٣٠٠ و الوثائق الاخري المذكورة هنا .

يمكن ان يحضر الايونومير لبيوتيل من بوليمير البيوتيل المهلجن ذو من ١,٢ – ٢,٢ ٪ مول من مونومير متعدد الاوليفين . بشكل اضافي ، يمكن ان يحضر الايونومير من بوليمير البيوتيل المهلجن ذو محتوي من متعدد الاوليفين عالي ،علي سبيل المثال اكبر من ٢,٥ ٪ مول ، و من الافضل اكبر من ٣,٥ ٪ مول ، و الاكثر تفضيلا اكبر من ٤,٠ ٪ مول . يوصف تحضير بوليمير بيوتيل متعدد الاوليفين عالي مناسب في تطبيق المعلق الكندي رقم 2,418,884، و التي تدمج هنا بالمرجع .

اثناء هلجنة بوليمير البيوتيل المحتوي علي الدينات المقترنة ، مثل الايزوبرين ، و يحول بعض او جميع محتوي متعدد الاوليفين لبوليمير البيوتيل الي هاليدات الاليل . قد لا يتجاوز محتوي هاليد الاليل الكلي لبوليمير هالوبيوتيل محتوي متعدد الاوليفين البادىء لبوليمير البيوتيل الاصلي . تسمح مواضع هاليد الاليل بالتفاعل مع و الارتباط مع نيكلوفيل ببوليمير الهالو بيوتيل . لبوليميرات الهالو بيوتيل الغير محتوية علي هاليدات الاليل ، علي سبيل المثال بوليميرات الهالو بيوتيل المشتقة من الايزو بيوتيلين و المونوميرات الصناعية ، و هاليدات البنزيل و المتكونة بالهلجنة لمونومير صناعي قد تتفاعل لكي تكون الايونومير بدلا من هاليدات الاليلية . لذلك سيستعمل نفس المنطق لهاليدات البنزيل كهاليدات الاليلية ، و لا يمكن ان تتجاوزالكمية الكلية لاجزاء الايونومرية الكمية المتاحة من هاليدات البنزيل .

في هذا التمثيل لاختراع الحالي ، تتفاعل مواضع هاليد الاليل او البنزيل لبوليمير الهالوبيوتيل مع ذرة نتروجين او فوسفور واحدة علي الاقل محتوية علي نيكلوفيل ذات الصيغة التالية :



حيث ان :

A عبارة عن ذرة نتروجين او فوسفور و R_1 ، R_2 ، R_3 تختار من المجموعة المكونة من المجموعات المستبدلة لالكيل المحتوية علي ١ – ١٨ ذرة كربون خطية او متفرعة ، و المجموعة المستبدلة لاريل التي احادية حلقية او مكونة من حلقات محتوية علي ٤ – ٨ ذرات كربون مصهورة و / او ذرة متغايرة hetero atom مختارة علي سبيل المثال من بورون ، النتروجين ، الاوكسجين ، السليكون ، الفوسفور و الكبريت .

عموما ، سيحتوي نيكلوفيل المناسب علي مركز نتروجين او فوسفور طبيعي واحد علي اقل الذي له زوج فقط من الالكترونات التي تكون كل منهم ممكن الوصول اليها بشكل الكتروني و مجسم لترسيب في التفاعلات الاستبدال نيكلوفيل. يشمل نيكلوفيل المناسبة ثلاثي ميثيل امين trimethylamine، ثلاثي ايثيل امين triethylamine ، ثلاثي ايزو بروبيل امين triisopropylamine

، ثلاثي – n – بيوتيل امين tri-n-butylamine ، ثلاثي ميثيل فوسفين trimethylphosphine ، ثلاثي ايثيل فوسفين triethylphosphine ، ثلاثي ايزو بروبيل فوسفين triisopropylphosphine ، ثلاثي – n – بيوتيل فوسفين tri-n-butylphosphine ، ثلاثي فينيل فوسفين triphenylphosphine ، ٢ – ثنائي ميثيل امينو ايثانول 2-dimethylaminoethanol ، ١ – ثنائي ميثيل امينو – ٢ – بروبانول 4- ,2-[2-(dimethylamino)ethoxy]ethanol, , , , , , 1-dimethylamino-2-propanol (ايزوبروبيل (dimethylamino)-1-butanol, N-ethyldiethanolamine, triethanolamine ، ٢ – امينو) ايثانول 2-(isopropylamino)ethanol ، ٣ – ثنائي ميثيل امينو – ١ – بروبانول 3- dimethylamino-1-propanol ، N – ميثيل ثنائي ايثانول امين N-methyldiethanolamine ، ٢ – (ثنائي ايثيل امينو) ايثانول 2-(diethylamino)ethanol ، ٢ – ثنائي ميثيل امينو – ٢ – ميثيل – ١ – بروبانول 2-dimethylamino-2-methyl-1-propanol ، ٢ – [٢ – (ثنائي ميثيل امينو) ايثوكسي] ايثانول 2-[2-(dimethylamino)ethoxy]ethanol ، ٤ – (ثنائي ميثيل امينو) – ١ – بيوتانول 4-(dimethylamino)-1-butanol ، N – ايثيل ثنائي ايثانول امين ، ثلاثي ايثانول امين N- ethyldiethanolamine ، ٣ – ثنائي ايثيل امينو – ١ – بروبانول-3 triethanolamine, 3- diethylamino-1-propanol ، ٣ – (ثنائي ميثيل امينو) – ١ ، ٢ – بروباندیول (diethylamino)-1,2-propanediol ، ٢ – {[٢ – (ثنائي ميثيل امينو) ايثيل] ميثيل امينو } ايثانول 2-{[2-(dimethylamino)ethyl]methylamino}ethanol ، ٤ – ثنائي ايثيل امينو – ٢ – بيوتين – ١ – اول 4-diethylamino-2-butyn-1-ol ، ٢ – (ثنائي ايزو بروبيل امينو) ايثانول-2 (diisopropylamino)ethanol ، N – بيوتيل ثنائي ايثانول امين N-butyldiethanolamine ، N – ثلاثي – بيوتيل ثنائي ايثانول امين N-tert-butyldiethanolamine ، ٢ – (ميثيل فينيل امينو) ايثانول 2-(methylphenylamino)ethanol ، ٣ – (ثنائي ميثيل امينو) كحول بنزيل ، ٢ – [٤ – (ثنائي ميثيل امينو) فينيل] ايثانول 3-(dimethylamino)benzyl alcohol، ٢ – (N – ايثيل انيلينو) ايثانول 2-(N-ethylanilino)ethanol ، N – بنزيل – N – ميثيل ايثانول امين N-benzyl-

N-methylethanolamine ، N – فينيل ثنائي ايثانول امين N-phenyldiethanolamine ، ٢ – (ثنائي بيوتيل امينو) ايثانول 2-(dibutylamino)ethanol ، ٢ – (N – ايثيل – m – N توليودينو) ايثانول 2-(N-ethyl-N-m-toluidino)ethanol ، ٢ ، ٢' – (٤ – ميثيل فينيل ايمينو) ثنائي ايثانول 2,2'-(4-methylphenylimino)diethanol ، ثلاثي [٢ – (٢ – ميثوكسي ايثوكسي) ايثيل امين tris[2-(2-methoxyethoxy)ethyl]amine ، و ٣ – (ثنائي بنزيل امينو) – ١ – بروبانول 3-(dibenzylamino)-1-propanol و مخاليط من ذلك.

قد تكون كمية النيكلوفيل المتفاعلة مع بوليمير البيوتيل فمدي من ٠,٠٥ – ٥ مولار مكافيء ، و الاكثر تفضيلا من ٠,٥ – ٤ مولار مكافيء و بدرجة مفضلة اكثر من ١ – ٣ مولار مكافيء معتمدة بصفة اساسية علي الكمية المولارية الكلية لهاليد الاليل او البنزيل الموجودة في بوليمير الهالو بيوتيل .

يمكن ان يتفاعل بوليمير هالوبيوتيل ونيكلوفيل لمدة حوالي ٠,٥ – ٩٠ دقيقة . عندما يحدث التفاعل في الباثق ، من الافضل ان يكون التفاعل من ١٠ – ١٢٠ ثانية ، و الاكثر تفضيلا من ٢٠ – ٦٠ ثانية . عندما يحدث التفاعل في الخلاط الداخلي ، من الافضل ان يكون التفاعل من ١ – ١٥ دقيقة و الاكثر تفضيلا من ١ – ٤ دقيقة . في الحالات الاخري ، يستغرق التفاعل فترة طويلة بدرجة كبيرة ، علي سبيل المثال من ١٥ – ٩٠ دقيقة و من الافضل ٢٠ – ٦٠ دقيقة . يكون مدي درجة الحرارة من ٨٠ – ٢٠٠ درجة مئوية مطلوب .

كما هو مذكور سابقا ، يتفاعل النيكلوفيل مع هاليد اليل او بنزيل بفعالية لبوليمير هالو بيوتيل الناتج بوحدات جزيئيات الايونوميرية حيث وجد هاليد الاليل او البنزيل بفعالية علي بوليمير الهالو بيوتيل . قد لا يتجاوز المحتوي الكلي لجزيء الايونوميري في الايونومير لبيوتيل الكمية البادئة لهاليد الاليل او البنزيل في بوليمير الهالوبيوتيل ، علي اية حال ، قد توجد هاليدات الاليل المتبقية ، هاليدات البنزيل و / او الاوليفينات المتعددة المتبقية . في تمثيلات الاختراع الحالي حيث تتفاعل جميع مواضع هاليدات الاليل او البنزيل بشكل اساسي مع النيكلوفيل، و يتكون الايونومير لبيوتيل . في التمثيلات

حيث يتفاعل اقل من جميع مواضع هاليد الاليل او البنزيل مع النيكلوفيل، ويتكون الايونومير لبيوتيل المهلجن بشكل جزئي .

من الافضل ان يكون للايونوميرات الناتجة ٠,٥ ٪ مول علي الاقل و من الافضل ٠,٧٥ ٪ مول علي الاقل ، و الاكثر تفضيلا ١,٠ ٪ مول علي الاقل ، و من الافضل كثيرا حتي الان ١,٥ ٪ مول علي الاقل من الجزيء الايونوميري . قد توجد هاليدات الاليل المتبقية بكمية من ٠,١ ٪ مول حتي لكمية لا تتجاوز محتوي هاليد الاليل الاصلي لبوليمير الهالوبيوتيل المستخدم لكي ينتج الايونومير . قد يوجد متعدد الاوليفين المتبقي بكمية من ٠,١ ٪ مول حتي لكمية لا تتجاوز محتوي متعدد الاوليفين الاصلي لبوليمير البيوتيل المستخدم لكي ينتج بوليمير الهالوبيوتيل . بشكل نموذجي ، يكون محتوي متعدد الاوليفين المتبقي لايونومير ٠,٤ ٪ مول علي الاقل ، و من الافضل ٠,٦ ٪ مول علي الاقل ، و الاكثر تفضيلا ١,٠ ٪ مول علي الاقل ، و من الافضل كثيرا حتي الان ٢,٠ ٪ مول علي الاقل ، و لا زال من الافضل كثيرا ٣,٠ ٪ مول علي الاقل ، و الافضل بدرجة اكثر ٤,٠ ٪ مول علي الاقل .

قد تعالج الايونوميرات لبيوتيل المهلجنة بشكل جزئي بشكل لاحق باستخدام انظمة المعالجة التقليدية مثل اوكسيد الكبريت او الزنك . عندما يوجد ايضا متعدد الاوليفين المتبقي ، قد تستخدم انظمة المعالجة لفوق اوكسيد peroxide curing systems . علي اية حال ، كما هو معروض هنا ، يمكن ان تزود شبكة ايونومرية بشكل مفيد لمواد الغير معالجة مع خصائص طبيعية مفيدة ، مثل قوة الشد المطلقة ، استطالة مطلقة و / او لزوجة موني . يكون لهذه المواد الغير معالجة (او المعالجة بدرجة قليلة) فائدة اخري علي ان تكون قابلة لاعادة التدوير عند درجات الحرارة المرتفعة تحت ظروف خلط القص . بشكل مدهش ، اظهرت عمليات اعادة التدوير و الايونوميرات المعاد تدويره الموصوفة هنا درجة قليلة او عدم فقد بالخصائص الطبيعية ، حتي خلال تكرارات اعادة التدوير المتعددة multiple recycling iterations. ينجز هذا عمليات اعادة التدوير و الايونوميرات المعاد تدويره المفيدة بدرجة عالية من وجهة النظر البيئية و الاقتصادية .

لكي يعاد تدوير الايونوميرات لبيوتيل الغير معالجة الموصوفة هنا ، تزود الايونوميرات الي جهاز خلط القص القادر علي رفع درجة حرارة الايونومير من ٨٠ – ٢٠٠ درجة مئوية ، و من الافضل كثيرا من ١٠٠ – ١٩٠ درجة مئوية ، و من الافضل كثيرا حتي الان من ١١٠ – ١٨٠ درجة مئوية و لا زال من الافضل كثيرا من ١٢٠ – ١٧٠ درجة مئوية . قد تزود درجة الحرارة المرتفعة استنادا علي مصدر الحرارة الداخلي و /او النشاءة نتيجة خلط القص لايونومير البيوتيل اللزج بدرجة عالية . انه من المطلوب ان ترفع درجة الحرارة بالدرجة الكافية لكي تقلل لزوجة المونومير الي النقطة التي يمكن ان تمزج بدون ادخال طاقة مفرطة ، علي اية حال ، تؤدي درجة الحرارة العالية بشكل زائد الي تدهور الوزن الجزيئي لايونومير ، و التي تؤدي الي لزوجة موني منخفضة . علي وجه التحديد تكون مدي درجة الحرارة السابق مناسب جدا لاعادة تدوير الايونوميرات لبيوتيل ذات لزوجة موني الاولية ML (١ + ٨) عند ١٢٥ درجة مئوية من ٢٥ – ٣٥ وحدة موني .

تعرض الايونوميرات لبيوتيل الي ظروف خلط بالقص لمدة ١٠ ثواني علي الاقل و من الافضل ليس اكثر من ١٠ دقائق . يعتمد مقدار الزمن علي درجة القص المنقول بواسطة طريقة الخلط المختارة . يزود استخدام الباثق درجة عالية من القص في فترة زمنية قصيرة ، عادة من ١٠ – ٦٠ ثانية . تتطلب خلاطات الداخلية مثل الخلاط الداخلي لبانبوري او هاك ، و بشكل نموذجي فتراتخلط اطول بترتيب اكبر من ١ – ١٥ دقيقة ، و من الافضل من ١ – ١٠ دقائق ، و الاكثر تفضيلا من ١ – ٥ دقائق . يمكن ان تؤدي فترات الخلط الطويلة بشكل مفرط الي تدهور وزني جزيئي لايونومير ، و التي تؤدي الي لزوجة موني منخفضة . علي وجه التحديد تكون فترات الخلط السابقة مناسب جدا لاعادة تدوير الايونوميرات لبيوتيل ذات لزوجة موني الاولية ML (١ + ٨) عند ١٢٥ درجة مئوية من ٢٥ – ٣٥ وحدة موني .

عندما يزود الايونومير لبيوتيل الي عملية اعادة التدوير كمادة مهيئة او مصاغة ، فانه من الضروري عموما ان تحول الي الجزيئيات لكي تسمح بتغذيته الي جهاز الخلط بالقص . تشمل العملية لكي تحول المادة الي الجزيئيات طرق التهشيم chipping، الطحن grinding ، و القطع cutting او

الدق hammering ، و بشكل اختياري مع مساعد التجميد المتعلق بدرجات الحرارة المنخفضة لمادة باستخدام علي سبيل المثال النتروجين السائل . انه من المطلوب ان يكون حجم الجزيء ٥٠ مم في الغالب ، و من الافضل ٢٥ مم في الغالب ، و الاكثر تفضيلا ١٠ مم في الغالب ، و من الافضل كثيرا حتي الان ١ مم في الغالب . بالرغم من انع بشكل عام يقلل حجم الجزيء الاصغر الفترة المطلوبة لاجراء عملية اعادة التدوير ، قد تكون ادخال الطاقة لتدوير حجم كبير عبارة عن تكلفة تحريمية . قد يحدد متوسط حجم الجزيء معتمد بصفة اساسية علي متوسط قطر سواتر Sauter لجزيء . لا تحتاج الجزيئات بشكل ضروري ان تكون دائرية ، و لكن قد تكون ذات شكل مستطيل او شاذ .

عندما تستخدم عملية اعادة التدوير لكي تنتج الايونومير لبيوتيل المعاد تدويره من الايونومير لبيوتيل الغير معاد تدويره (اي الطبيعي) ، تؤدي العملية الموصوفة الي اقل فقد بالخصائص الطبيعية . من الافضل ان تكون قوة الشد المطلقة لايونومير البيوتيل المعاد تدويره ٦٠ ٪ علي الاقل من ذلك الايونومير لبيوتيل الغير معاد تدويره ، و من الافضل كثيرا ٨٠ ٪ ، و بدرجة افضل اكثر ٩٠ ٪ علي الاقل . من الافضل ان تكون قوة الشد المطلقة لايونومير البيوتيل الغير معاد تدويره ٢ ميجابسكال علي الاقل ، و الاكثر تفضيلا ٣ ميجابسكال علي الاقل ، و من الافضل كثيرا حتي الان ٥ ميجابسكال علي الاقل و من الافضل كثيرا ٨ ميجابسكال علي الاقل ، و من الافضل بدرجة اكثر ١٠ ميجابسكال علي الاقل . من الافضل ان تكون قوة الشد المطلقة للايونومير المعاد تدويره ١ ميجابسكال علي الاقل ، و الاكثر تفضيلا ٢ ميجابسكال علي الاقل ، و من الافضل كثيرا بدرجة اكثر حتي الان ٣ ميجابسكال علي الاقل ، و لا زال من الافضل كثيرا ٤ ميجابسكال علي الاقل ، و من الافضل بدرجة اكثر ٦ ميجابسكال علي الاقل ، و من الافضل بدرجة اكثر حتي الان ٨ ميجابسكال علي الاقل ، و لا زال من الافضل بدرجة اكثر ١٠ ميجابسكال علي الاقل . عندما يعباء الايونومير لبيوتيل ، تزود قوة شد مطلقة عالية ، و لذلك تكون جزيئيا معتمدة علي اختيار مادة الحشو و كمية مادة الحشو . لا يعالج الايونومير لبيوتيل الغير معالج و من الافضل ان لا

يعالج الايونومير لبيوتيل المعاد تدويره لكي يسمح بالتكرارات الاخري لاعادة التدوير ، و لكن قد تعالج في امثلة محددة . عندما يهلجن الايونومير لبيوتيل الغير معاد تدويره بشكل جزئي ، قد يعالج الايونومير المعاد تدويره او قد يكون له محتوي جزيء ايونوميري متزايد بالتفاعل مع ذرة النتروجين او الفوسفور الاضافية المعتمدة بصفة اساسية علي النيكلوفيل كما هو موصوف سابقا. قد يحدث هذا اثناء عملية اعادة التدوير تحت درجة حرارة مرتفعة و ظروف خلط القص .

عادة تختار ظروف عملية اعادة التدوير لكي تمنع تدهور الوزن الجزيئي . من الافضل ان يكون الايونومير لبيوتيل المعاد تدويره لزوجة موني ML (١ + ٨) عند ١٢٥ درجة مئوية التي تكون ٥٠ ٪ علي الاقل من الايونومير لبيوتيل الغير معاد تدويره ، و من الافضل كثيرا ٧٠ ٪ علي الاقل ، و من الافضل كثيرا حتي الان ٨٠ ٪ علي الاقل .

من الافضل ان يكون لايونومير البيوتيل المعاد تدويره استطالة مطلقة ٥٠٠ ٪ علي الاقل ، و الاكثر تفضيلا ٦٠٠ ٪ علي الاقل ، و لا زال الافضل كثيرا ٧٠٠ ٪ علي الاقل .

قد يستخدم لايونومير البيوتيل المعاد تدويره المنتج باستخدام العملية السابقة لكي تكون المواد المهيئة . قد تكون المواد المهيئة ايضا القابلة لاعادة التدوير (اي القابلة لانعكاس حراريا thermo-reversible) . قد تعباء او لا تعباء المواد المهيئة . قد تتضمن المواد المهيئة مواد حشو عالية النسبة الباعية . قد تعالج المواد المهيئة المصنوعة من الايونومير لبيوتيل المعاد تدويره بشكل لاحق ، بشرط ان يوجد معالجة هالوجينية متبقية موجودة في الايونومير لبيوتيل المعاد تدويره .

قد تستخدم الايونوميرات لبيوتيل المعاد تدويره لكي تكون المركب المعباء . يبيد المركب بشكل مطلوب اقل من ٢٠ ٪ انخفاض في قوة الشد المطلقة بالمقارنة بالمركب المصنوع من الايونومير لبيوتيل الغير معاد تدويره الذي يكون مماثل بطريقة اخري في التركيب لايونومير البيوتيل المعاد تدويره . قد يحتوي المركب علي اقل من ٥٠ ٪ بالوزن من الايونومير لبيوتيل الغير معاد تدويره ، و من الافضل ١٠ ٪ بالوزن . قد يتضمن المركب مادة حشو عالية النسبة الباعية ، علي سبيل المثال مادة الحشو ذات النسبة الباعية الي ١ : ٣ علي الاقل . قد تتضمن مادة الحشو الطمي ، علي

سبيل المثال الاونيوم المستبدل مع الطمي بحجم النانو nanoclays . قد يكون لطمي بحجم النانو حجم جزيء من ١ – ٥٠ ميكروميتر ، و من الافضل من ١ – ٢٥ ميكروميتر .

عموما ، تتكون مواد الحشو المناسبة لاستخدام في الاختراع الحالي من جزيئيات معدنية او غير معدنية . تشمل مواد الحشو المناسبة السليكا silica ، السليكات silicates ، الطمي clay (مثل البنتونيت bentonite) ، الجبس gypsum ، الالمونيا alumina ، تيتانيوم titanium dioxide ، ثنائي اوكسيد الكربون ، التلك talc و ما شابه بالاضافة الي مخاليط من ذلك . و تشمل الامثلة الاخري لمواد الحشو المناسبة :

- السليكات القابلة لتوزيع بدرجة عالية و المحضرة مثل علي سبيل المثال بترسيب محاليل السليكات او التحلل المائي باللهب لهاليدات السليكون مع مساحات سطح خاصة من ٥ – ١٠٠٠ ، و من الافضل من ٢٠ – ٤٠٠ م٢ / جم (مساحة سطح خاصة BET) ، و مع احجام جزيئية اولية من ١٠ – ٤٠٠ نانوميتر ، و يمكن ان توجد ايضا السليكات بشكل اختياري كاكاسيد مخلوطة مع الاكاسيد المعدنية الاخري مثل الالمونيوم ، الماغنسيوم ، الكالسيوم ، الباريوم ، الخارصين ، الزوركونيوم و التيتانيوم
- السليكات الصناعية مثل سليكات الالمونيوم و السليكات المعدنية الارضية الفلزية
- سليكات الماغنسيوم او سليكات الكالسيوم مع مساحات سطح خاصة BET من ٢٠ – ٤٠٠ م٢ / جم و اقطار جزيئية اولية من ١٠ – ٤٠٠ نانوميتر ،
- سليكات طبيعية مثل الصلصال الصيني و السليكا المتكونة طبيعيا الاخري
- الطمي الطبيعي مثل المونتموريلونيت و الطمي الاخر المكون بشكل طبيعي

الطمي المعدل بشكل محب لصورة العضوية organophilically modified مثل طمي المونتموريلونيت المعدل بشكل محب لصورة العضوية (مثل الطمي بحجم النانو ماركة Cloisite® المتاح من منتجات طمي الواقع بالجنوب) و الطمي الاخر المكون طبيعيا المعدل بشكل محب لصورة العضوية

- الالياف الزجاجية و منتجات ليفية زجاجية (الضفائر ، المواد المبثوقة) او الاجاسم الكروية الدقيقة الزجاجية
- اكاسيد معدنية مثل اوكسيد الزنك ، اوكسيد الكالسيوم ، اوكسيد الماغنسيوم و اوكسيد الالمونيوم
- الكربونات المعدنية مثل كربونات الماغنسيوم ، كربونات الكالسيوم و كربونات الزنك
- الهيدروكسيدات المعدنية مثل هيدروكسيد الالمونيوم و هيدروكسيد الماغنسيوم او مزائج منهم .

نظرا لانه يكون لهذه الجزيئيات المعدنية مجموعات هيدروكسيل علي سطحها ، و و تجعلهم محبين لماء و كارهة لزيت oleophobic ، و انه من الصعب انجاز تفاعل جيد ما بين جزيئيات مادة الحشو و المادة المرنة لبيوتيل . لاغراض كثيرة ، يكون المعدن المفضل عبارة عن سليكا ، و علي وجه الخصوص السليكا المحضرة بترسيب ثاني اوكسيد الكربون لسليكات الصوديوم .

يكون لجزيئيات السليكا الغير بلورية المجففة المناسبة لاستخدام كمواد حشو معدنية وفقا الي الاختراع الحالي متوسط حجم جزيئي متكتل في مدي من ١ – ١٠٠ ميكرون ، و من الافضل ما بين ١٠ – ٥٠ ميكرون و الاكثر تفضيلا ما بين ١٠ – ٢٥ ميكرون . انه يفضل بانه يكون اقل من ١٠ ٪ بالحجم من الجزيئيات المتكتلة تحت ٥ ميكرون او فوق ٥٠ ميكرون في الحجم . يكون لسليكا المجففة الغير بلورية المناسبة مساحة سطح BET ، و المقاسة وفقا الي DIN رقم ٦٦١٣١ (Deutsche Industrie Norm) ، و ما بين ٥٠ و ٤٥٠ م٢ / جم و امتصاص DBP ، و كما هو مقاس وفقا الي DIN رقم ٥٣٦٠١ ، و ما بين ١٥٠ – ٤٠٠ جم / ١٠٠ جم من السليكا و الفقد بالتجفيف كما هو مقاس طبقا الي DIN ISO ٧٨٧ / ١١ من ٠ – ١٠ ٪ بالوزن . تكون مواد حشو السليكا المناسبة متاحة تجاريا تحت العلامات التجارية ٢١٠HiSil ، ٢٣٣HiSil ، ٢٤٣HiSil المتاح من شركة PPG Industries المحدودة . ايضا يكون المناسب Vulkasil S و Vulkasil N المتاح تجاريا من Bayer AG .

ايضا يمكن ان يستخدم مواد الحشو المعدنية فقط او في مزيج مع مواد الحشو الغير معدنية المعروفة مثل :-

- من الافضل ان يحضر اسود الكربون ، و اسود الكربون المناسب بعملية المصباح الاسود ، و الفرن الاسود او الغاز الاسود و لها مساحة سطح خاصة BET من ٢٠ – ٢٠٠ م٢ / جم ، علي سبيل المثال ، اسود الكربون SAF ، ISAF ، HAF ، FEF او GPF او هلام المطاط rubber gels ، و من الافضل تلك المعتمدة بصفة اساسية علي الكوبوليميرات متعددة البيوتادين ، البيوتادين / ستيرين ، و الكوبوليميرات البيوتادين / الاكريلونتريل butadiene/acrylonitrile و متعدد الكلوروبرين .

تشمل مواد الحشو عالية نسبة النسبة الباعية المفيدة بالاختراع الحالي الطمي ، التلك ، الميكا ، الخ مع نسبة النسبة الباعية الي ١ : ٣ علي الاقل . قد تشمل مواد الحشو مواد دائرية او غير ايزوميرية مع بنية صفيحية او شبه خيطية . تعرف النسبة الباعية كنسبة متوسط القطر لدائرة لنفس المساحة كواجهة لصفيحة الي متوسط السمك لصفيحة . تكون النسبة الباعية لخيط و مواد الحشو علي هيئة خيط و ليفة تكون عبارة عن نسبة الطول لقطر . يكون لمواد الحشو عالية النسبة الباعية المفضلة النسبة الباعية ١ : ٥ علي الاقل ، و من الاكثر تفضيلا ١ : ٧ علي الاقل ، و الاكثر تفضيلا حتي الان ١ : ٧ الي ١ : ٢٠٠ . يكون لمواد الحشو وفقا الي الاختراع الحالي متوسط حجم جزيئي في مدي من ٠,٠٠١ الي ١٠٠ ميكرون ، و من الافضل ما بين ٠,٠٠٥ – ٥٠ ميكرون و الاكثر تفضيلا ما بين ٠,٠١ – ١٠ ميكرون . يكون لمادة الحشو المناسبة مساحة سطح BET ، و المقاسة وفقا الي DIN رقم ٦٦١٣١ (Deutsche Industrie Norm) و لما بين ٥ و ٢٠٠ م٢ / جم . تزود امثلة بعض مواد الحشو المفضلة و خصائصها بالجدول رقم ١ بالمقارنة مع مواد الحشو النموذجية ذات النسب الباعية اقل من ١ : ٣ .

جدول رقم ١

مادة الحشو	متوسط الحجم الجزيئي (ميكرون)	النسبة الباعية	مساحة السطح (م٢ / جم)
Hi-Sil 233™	٠,٠١٩	١ : ١	١٣٥

اسود الكربون N660™	٠,٠٦٧	١ : ١	٣٦
Cloisite® 15A	٦	١ : ١٠٠	٢٥٠

يتضمن التمثيل المفضل لمادة الحشو عالية النسبة الباعية الطمي بحجم النانو ، و من الافضل الطمي بحجم النانو المعدل بشكل طبيعي . لا يحصر الاختراع الحالي بالطمي بحجم النانو الخاص ، علي اية حال طمي سطحي متوازي الاوجه مسحوق طبيعي مثل المونتموريلونيت الصوديوم او الكالسيوم او الطمي الصناعي مثل الهيدروتالسيت hydrotalcite و اللابونيت laponite يفضل كمواد بادئة . علي وجه التحديد يفضل الطمي بحجم النانو لمونتموريلونيت المعدل بشكل طبيعي . من الافضل ان يعدل الطمي باستبدال المعدن الانتقالي لايون الاونيوم كما هو معرف بالمجال لكي يزود خافض توتر سطحي فعال لطمي الذي يساعد في نشر الطمي ضمن محيط البوليمير الكارهة لماء بشكل عام . تكون ايونات الاونيوم المفضلة عبارة عن فوسفور معتمد بصفة اساسية علي (مثا ايونات الفوسفونيوم) و النتروجين المعتمد بصفة اساسية (مثل ايونات الامونيوم) و تحتوي علي المجموعات الفعالة ذات من ٢ – ٢٠ ذرة الكربون (مثل NR_4^+ - MMT) .

من الافضل ان تزود الطمي في احاجم جزيء بمقياس نانوميتر ، و من الافضل اقل من ٢٥ ميكروميتر بالحجم ، و الاكثر تفضيلا من ١ – ٥٠ ميكروميكيتر ، و لازال من الافضل كثيرا من ١ – ٣٠ ميكروميتر ، و من الافضل كثيرا حتي الان من ٢ – ٢٠ ميكروميتر

بالاضافة الى السليكا ، ايضا قد تحتوي الطمي المفضل بحجم النانو علي بعض الاجزاء من الالمونيا . قد يحتوي الطمي بحجم النانو من ٠,١ – ١٠ ٪ بالوزن من الالمونيا ومن الافضل من ٠,٥ – ٥ ٪ بالوزن و الاكثر تفضيلا من ١ – ٣ ٪ بالوزن من الالمونيا .

تكون امثلة الطمي بحجم النانو المعدل عضويا المتاح تجاريا المفضل المناسب لاستخدام كمواد حشو عالية النسبة الباعية طبقا الي الاختراع الحالي عبارة عن طمي ماركة Cloisite® ١٠ A ، A٢٠ ، A٦ ، A١٥ ، B٣٠ او A٢٥ . تضاف مواد الحشو عالية النسبة الباعية الي المركب بحجم النانو بكمية من ٣ – ٨٠ جزء لكل مائة ، و من الافضل كثيرا من ٥ – ٣٠ جزء لكل مائة (phr)

، و من الافضل كثيرا حتي الان من ٥ – ١٥ جزء لكل مائة. يتكون المركب بحجم النانو باضافة مادة الحشو الي الايونومير المتكون سابقا باستخدام تقنيات التركيب التقليدية .

قد يتكون المركب نتيجة اعادة تدويره لايونومير البيوتيل الغير معالج المعباء او قد يتكون نتيجة اعادة تدوير لايونومير البيوتيل الغير معالج الغير معباء المصاحب لادخال اللاحق لمادة الحشو .

قد يزود اكثر من نوع واحد من مادة الحشو في مادة المركب . قد تخلط مكونات المركب سوية باستخدام علي سبيل المثال الخلاط الداخلي internal mixer مثل خلاط بونبري Banbury ، الخلاط الداخلي المصغر ، مثل خلاط هاك Haake او برابندر Brabender او خلاطين مطحنتين اسطوانيتين. ايضا قد يزود الباثق خلط جيد ، و يسمح بفترات خلط اقل . انه من المحتمل ان يجري خلط في مرحلتين او اكثر ، و يمكن ان ينجز الخلط باجهزة مختلفة ، علي سبيل المثال مرحلة واحدة في الخلاط الداخلي و مرحلة واحدة في الباثق . لمعلومات الاخري عند تقنيات التركيب ، انظر موسوعة علوم و هندسة البوليمير ، المجلد ٤ ، الصفحة ٦٦ و ملحقته (التركيب) .

قد يتكون المركب في مادة مهيئة ، علي سبيل المثال بالتشكيل . قد تعالج المادة كما هو موصوف سابقا . قد يزود المركب كمعالجة متقطعة masterbatch او متلاحقة في اتجه التيار downstream .

قد يخلط المركب مع الايونومير الغير معاد تدويره او مع بوليمير البيوتيل المهلجن او الغير مهلجن و المتكونة بشكل لاحق في المواد .

يوصف الاختراع الحالي تكوين المركب المعتمد بصفة اساسية علي البيوتيل المعبأ بشكل عكسي بشكل حراري مع خصائص طبيعية ممتازة و عمليات اعادة التدوير الايونوميرات لبيوتيل . ستستخدم الامثلة التالية لكي توضح التمثيلات الخاصة لاختراع .

التجريب

المعدات : تم تحديد خصائص الصلابة hardness والاجهاد stress و الانفعال strain مع استخدام مقياس التحمل من نوع أ-٢ الملحق مع متطلبات ASTM D – ٢٢٤٠ . تم انشاء بيانات الاجهاد و

الانفعال عند ٢٣ درجة مئوية طبقا الي متطلبات طريقة ASTM D ٤١٢ . تقطع الكريتات الحديديتان dumbbells لقالب ج بسمك ٢ مم لفصائح الشد تم استخدامها ، و تم تكوين الاوضاع الحرارية في المكبس عند ١٥٠٠٠ رطل / بوصة مربعة في المجموع لمدة ٣٠ دقيقة عند ١٦٦ درجة مئوية و تم صياغة الايونوميرات في المكبس عند ١٠٣,٤ ميجابسكال (١٥٠٠٠ رطل / بوصة مربعة) في المجموع لمدة ١٢ دقيقة عند ١٦٠ درجة مئوية . تم تسجيل الطيف ^{1}H NMR مع المقياس الطيفي بركر ٥٠٠DRX (٥٠٠.١٣ ميجاهرتز) في $CDCl_3$ مع التغيرات الكيميائية chemical shifts المشيرة الي رباعي ميثيل سيلان .

المواد : جميع الكواشف ما لم تحدد بطريقة اخري ، تم استخدامها كما هي مستقبلة من شركة سيجما الدريتش (Oakville، Ontario) BIIR . (LANXESS BB2030™ ، LANXESS المحدودة) ، Sunpar 2280™ (R.E. Carroll المحدودة) ، Pentalyn A™ (هرقليز) ، فولكاسيت DM / C™ (LANXESS ، المحدودة) ، اسود الكربون N٦٦٠™ (شركات Sid Richardson Carbon and Gas)) ، كلوسيت A ١٥ ™ (منتجات الطمي الواقعة بالجنوب Southern Clay) و Hi-Sil 233™ (صناعات PPG ، المحدودة) تم استخدامها كما هي مستقبلة من موردينها .

المثال رقم ١ ، تحضير ايونومير IIR-PPh_3Br . تم الخلط الاولي الي ٣٥٦ جم من LANXESS BB2030™ و ١٦,٧ جم (١,٢ مولار مكافي معتمد بصفة اساسية علي محتوي بروميد الاليلي) لثلاثي فينيل فوسفين (TPP) عند مطحنة ٦'' × ١٢'' علي درجة حرارة الغرفة لمدة ٣ دقائق . من ثم تسخين المخلوط عند المطحنة عند ١٠٠ درجة مئوية لمدة ساعة . اكد تحليل المنتج النهائي بواسطة ^{1}H MNR التحويل الكامل لجميع بروميد الاليلي allylic bromide ٢٠٣٠BB الي انواع ايونوميرية مناظرة .

الامثلة من رقم ٢ – ٧ . توضح الامثلة التالية تأثير الشبكة الايونوميرية علي الخصائص الطبيعية لنظام تعبئة اسود الكربون غير معالج بالتصليد كما هو مقارن مع الخصائص الطبيعية لنظام غير ايونوميري مع نفس الصيغة . تم تحضير الامثلة ارقام ٢ ، ٤ و ٦ بخلط المثال رقم ١ و اسود

الكربون Carbon Black N٦٦٠ في خلاط برابندر Brabender عند درجة حرارة ٦٠ درجة مئوية و سرعة ماتور ٦٠ لفة / دقيقة لمدة ١٥ دقيقة . تم تحضير الامثلة ٣ ، ٥ و ٧ بنفس الاسلوب مع استثناء استخدام BB٢٠٣٠ فيوضع المثال رقم ١ . تم صياغة الصيغ الناتجة و خصائص الشد المحددة كما هو موصوف سابقا . تجدول النتائج بالجدول رقم ٢ .

٥ جدول رقم ٢

المثال	٢	٣	٤	٥	٦	٧
BB2030 (PHR)	–	١٠٠	–	١٠٠	–	١٠٠
مثال رقم ١ (PHR)	١٠٠	–	١٠٠	–	١٠٠	–
اسود الكربونN ٦٦٠ (PHR)	٢٥	٢٥	٥٠	٥٠	٧٥	٧٥
دعامة الصلابة أ٢ (pts.)	٣٦	٣٣	٤٣	٣٦	٤٨	٣٣
شد مطلق (ميجابسكال)	٥,٦٥	٠,٣٨	٧,٤٠	٠,٦٨	٦,٤٠	٠,٨٤
استطالة مطلقة (٪)	٧٣٤	١٠٠٥	٦٦١	٩٩١	٤٤٥	١٠٠٥
١٠٠M	٠,٨٧	٠,٣٣	١,٢٧	٠,٩٩	١,٧٤	٠,٥٩
٣٠٠M	١,٧٥	٠,٣٤	٣,٣٤	١,٠٢	٤,٦٤	٠,٦٥

يوضح الجدول رقم ٢ ، الذي بالمقارنة بالنظام الغير ايونوميري (الامثلة ارقام ٣ ، ٥ و ٧) ، و تعرض ايونومير الفوسفونيوم (الامثلة ارقام ٢ ، ٤ و ٦) تحسينات كافية في قوة الشد tensile strength ، بالاضافة الي التقوية المتزايدة .

الامثلة من رقم ٨ – ١٣ . توضح الامثلة التالية تأثير الشبكة الايونوميرية علي الخصائص الطبيعية لنظام تعبئة السليكا غير معالج بالتصليد كما هو مقارن مع الخصائص الطبيعية لنظام غير ايونوميري مع نفس الصيغة . تم اجراء تحضير الامثلة ارقام ٨ ، ١٠ و ١٢ كما هو موصوف سابقا

لمثال رقم ٢ و الامثلة ارقام ٩ ، ١١ و ١٣ تنفذ كما هو موصوف في المثال رقم ٣ . تم صياغة الصيغ الناتجة و خصائص الشد المحددة كما هو موصوف سابقا . تجدول النتائج بالجدول رقم ٣ .

جدول رقم ٣

المثال	٨	٩	١٠	١١	١٢	١٣
BB2030 (PHR)	–	١٠٠	–	١٠٠	–	١٠٠
مثال رقم ١ (PHR)	١٠٠	–	١٠٠	–	١٠٠	–
Hi Sil٢٣٣(PHR)	١٠	١٠	٢٠	٢٠	٥٠	٥٠
دعامة الصلابة أ٢ (.pts)	٢٣	١٤	٣٨	٣٠	٥٣	٤٣
شد مطلق (ميجابسكال)	٢,٣	٠,٣٩	٤,٨	٠,٩٢	١١,٦	٠,٢٦
استطالة مطلقة (٪)	٨٣٩	١٠٠٣	٧٩٨	١٠٠٣	٨٢٠	٩٣
١٠٠M	٠,٥٤	٠,٢٦	٠,٩٢	٠,٤٨	١,٩٢	–
٣٠٠M	٠,٨٥	٠,٢٦	١,٥	٠,٤٨	٤,٢٧	–

يوضح الجدول رقم ٣ ، الذي بالمقارنة بالنظام الغير ايونوميري (الامثلة ارقام ٩ ، ١١ و ١٣) ، و تعرض ايونومير الفوسفونيوم (الامثلة ارقام ٨ ، ١٠ و ١٢) تحسينات كافية في قوة الشد ، بالاضافة الي التقوية المتزايدة .

الامثلة من رقم ١٤ – ١٩ . توضح الامثلة التالية تأثير الشبكة الايونوميرية علي الخصائص الطبيعية لنظام تعبئة الطمي المعالج بالتصليد كما هو مقارن مع الخصائص الطبيعية لنظام غير ايونوميري مع نفس الصيغة . تم اجراء تحضير الامثلة ارقام ١٤ ، ١٦ و ١٨ كما هو موصوف سابقا لمثال رقم ٢ و الامثلة ارقام ١٣ ، ١٥ و ١٧ تنفذ كما هو موصوف في المثال رقم ٣ . تم صياغة الصيغ الناتجة و خصائص الشد المحددة كما هو موصوف سابقا . تجدول النتائج بالجدول رقم ٤ .

جدول رقم ٤

المثال	١٤	١٥	١٦	١٧	١٨	١٩
BB2030 (PHR)	–	١٠٠	–	١٠٠	–	١٠٠
مثال رقم ١ (PHR)	١٠٠	–	١٠٠	–	١٠٠	–
كلوسيت A١٥ (PHR)	٥	٥	١٠	١٠	١٥	١٥
دعامة الصلابة أ٢ (pts.)	٣٨	٤٧	٤٨	٤٦	٥٢	٢٦
شد مطلق (ميجابسكال)	٥,٩	٠,١	١٠,٧	٠,٢	٩,٩	٠,٤
استطالة مطلقة (٪)	٨٣٩	٣٩٨	٧٧٣	٣٠٩	٥٧٦	١٠٠٣
١٠٠M	٠,٩٧	٠,٢٩	١,٦٥	٠,٣٣	٢,٧٤	٠,٥
٣٠٠M	١,٧٣	٠,١٩	٣,٧٩	٠,٢٠	٦,٣٦	٠,٤

يوضح الجدول رقم ٤ ، الذي بالمقارنة بالنظام الغير ايونوميري (الامثلة ارقام ١٥ ، ١٧ و ١٩) ، و تعرض ايونومير الفوسفونيوم (الامثلة ارقام ١٤ ، ١٦ و ١٨) تحسينات كافية في قوة الشد ، بالاضافة الي التقوية reinforcement المتزايدة .

المثال رقم ٢٠ . توضح الامثلة التالية تأثير شبكة الايونومير لبروميد الفوسفونيوم علي الخصائص الطبيعية لنظام غير معالج بالتصليد كما هو مقارن مع الخصائص الطبيعية لوضع الحراري النموذجي المعالج بالكبريت . تم تحضير المثال رقم ٢٠ بخلط BB ٢٠٣٠ و اسودالكربون N٦٦٠ في خلاط بانبوري عند ٣٠ درجة مئوية و سرعة ماتور ٧٧ لفة / دقيقة لمدة دقيقة ، و ملحقة باضافة الزيت و المسرع accelerator ، و خلطه لمدة ٤ دقائق اضافية و من ثم التخلص منه . من ثم تم اضافة المواد المعالجة curatives (الكبريت ، حمض الستريك stearic acid ، و اوكسيد الزنك) عند مطحنة باسطوانتين ١٠'' × ٢٠'' و عند درجة حرارة الغرفة . تم معالجة الصيغ الناتجة و خصائص الشد المحددة كما هو موصوف سابقا . تجدول النتائج بالجدول رقم ٥ .

جدول رقم ٥

المثال	٢٠	٤	١٢	١٦
BB2030 (PHR)	١٠٠	–	–	–
مثال رقم ٢ (PHR)	–	١٠٠	١٠٠	١٠٠
اسود الكربونN ٦٦٠ (PHR)	٦٠	٥٠	–	–
Hi Sil ٢٣٣ (PHR)	–	–	٥٠	–
كلوسيتA١٥(PHR)	–	–	–	١٠
بنتالين A (PHR)	٤	–	–	–
صنبار (PHR)	٧	–	–	–
فولكاسيت C/DM (PHR)	١,٣	–	–	–
اوكسيد الزنك (PHR)	١,٥	–	–	–
حمض الستريك (PHR)	١	–	–	–
الكبريت (PHR)	٠,٥	–	–	–
دعامة الصلابة أ٢ (pts.)	٥١	٤٣	٥٣	٤٨
شد مطلق (ميجابسكال)	٩,٥	٧,٤٠	١١,٦	١٠,٧
استطالة مطلقة (٪)	٧٦١	٦٦١	٨٢٠	٧٧٣
١٠٠M	١,٧٧	١,٩٢	٢,٧٤	١,٦٥
٣٠٠M	٤,٢٨	٤,٢٧	٦,٢٦	٣,٧٩
الكثافة (جم / سم٣)	١,٢	١,١	١,١	٠,٩٧

يوضح الجدول رقم ٥ ، الذي بالمقارنة بصيغة البطانة الداخلية الاطارية القياسية (المثال رقم ٢٠) ، و انظمة الايونومير الفوسفونيوم الغير معالجة بالتصليد (الامثلة ارقام ٤ ، ١٢ و ١٦) ، و

تعرض الخصائص المشابهة . في حالة انظمة الايونوميرية المعباءة بالسليكا و الطمي ، تلاحظ تحسين كبير في الشد المطلق و الاستطالة المطلقة .

الامثلة من رقم ٢١ – ٢٥ . تعرض الامثلة التالية قدرة اعادة التدوير لايونوميرات بيوتيل البروميد الفوسفونيوم الغير معالج بالتصليد المعباء بالسليكا . تم اعادة خلط المثال رقم ١٢ (كما هو موصوف سابقا) في خلاط بارابندر لمدة ١٥ دقيقة علي درجة حرارة من ١٦٠ – ١٧٠ درجة مئوية و اعادة صياغته تحت نفس الظروف لكي ينتج المثال رقم ٢١ (اعادة التدوير الاولي) . من ثم تم اعادة خلط المثال رقم ٢١ و اعادة صياغته لكي تنتج المثال رقم ٢٢ (اعادة التدوير الثانية) . من ثم تم اعادة خلط المثال ٢٢ و اعادة صياغته لكي نتج المثال رقم ٢٣ (اعادة التدوير الثالثة) . من ثم تم اعادة خلط المثال ٢٣ و اعادة صياغته لكي نتج المثال رقم ٢٤ (اعادة التدوير الرابعة) . من ثم تم اعادة خلط المثال ٢٤ و اعادة صياغته لكي نتج المثال رقم ٢٥ (اعادة التدوير الخامسة). تجدول خصائص الشد بالجدول رقم ٦ .

جدول رقم ٦

المثال	١٢	٢١	٢٢	٢٣	٢٤	٢٥
رقم اعادة التدوير		١	٢	٣	٤	٥
دعامة الصلابة أ٢ (pts.)	٥٣	٥١	٤٨	٤٧	٤٥	٤٣
شد مطلق (ميجابسكال)	١١,٦	١٢,٠	١١,٤	١٠,٢	٩,١	٨,٢
استطالة مطلقة (٪)	٨٢٠	٧٢٧	٨١١	٨١٥	٧٦١	٦٧٣
١٠٠M	٢,٧٤	١,٧٢	١,٥	١,٢٤	١,١٨	١,٣٢
٣٠٠M	٦,٢٦	٤,٩٦	٤,١٩	٣,٢	٣,١١	٣,١٥

يعرض الجدول رقم ٦ احتفاظ جيد جدا لقوة الشد بعد كل اعادة تدوير

الامثلة من رقم ٢٦ – ٣٠ . تعرض الامثلة التالية قدرة اعادة التدوير لايونوميرات بيوتيل البروميد الفوسفونيوم الغير معالج بالتصليد المعباء بالطمي . تم اعادة خلط المثال رقم ١٦ (كما هو

موصوف سابقا) في خلاط بارابندر لمدة ١٥ دقيقة علي درجة حرارة من ١٦٠ – ١٧٠ درجة مئوية و اعادة صياغته تحت نفس الظروف لكي ينتج المثال رقم ٢٦ (اعادة التدوير الاولي) . من ثم تم اعادة خلط المثال رقم ٢٦ و اعادة صياغته لكي تنتج المثال رقم ٢٧ (اعادة التدوير الثانية) . من ثم تم اعادة خلط المثال ٢٧ و اعادة صياغته لكي نتج المثال رقم ٢٨ (اعادة التدوير الثالثة) . من ثم تم اعادة خلط المثال ٢٨ و اعادة صياغته لكي نتج المثال رقم ٢٩ (اعادة التدوير الرابعة) . من ثم تم اعادة خلط المثال ٢٩ و اعادة صياغته لكي نتج المثال رقم ٣٠ (اعادة التدوير الخامسة). تجدول خصائص الشد بالجدول رقم ٧ .

جدول رقم ٧

المثال	١٦	٢٦	٢٧	٢٨	٢٩	٣٠
رقم اعادة التدوير		١	٢	٣	٤	٥
دعامة الصلابة أ٢ (.pts)	٤٨	٤٦	٤٤	٤٤	٤٣	٤١
شد مطلق (ميجابسكال)	١٠,٧	١٠,٤	٩,٥	٨,٤	٧,٩	٦,٨
استطالة مطلقة (٪)	٧٧٣	٦٨٩	٦٤٩	٦٧٢	٦٧٣	٥٥٧
١٠٠M	١,٦٥	١,٥٢	١,٤٣	١,٢٣	١,٢٣	١,٢٤
٣٠٠M	٣,٧٩	٤,١٤	٣,٨٤	٣,١٩	٣,٢٤	٣,٠٣

يعرض الجدول رقم ٧ احتفاظ جيد جدا لقوة الشد بعد كل اعادة تدوير

الامثلة من رقم ٣١ – ٣٥ . تم تحضير تيربوليميرات البيوتيل بالطرق الموصوفة في Kaszas ، براءة الاختراع الامريكية رقم ٦٩٦٠٦٣٢ ، قزاز و اخرون ، كيمياء و تقنية المطاط ، ٢٠٠١ ، ٧٥ ، ١٥٥ . يكون لمنتج النهائي ١٠ ٪ مول من pMeSt و ٢ ٪ مول من IP الذي تم معالجته بالبروم باستخدام الطرق القياسية (بروم٢ في الهكسان) لكي نتج تيربوليمير بيوتيل معالج بالبروم مع ٠,٨ ٪ مول من البروميد الاليلي و لزوجة موني ٣٠ وحدة موني . تكون كمية البروميد الاليلي و ١ ، ٤ – ايزوبرين المتبقي مشابه لدرجة التجارية ٢٠٣٠BB . من ثم تم تفاعل التير بوليمير المعالج

بالبروم الناتج مع ثنائي ميثيل امينو ايثانول (٣ ، ٢ مولار مكافيء) في باثق لولبي مزدوج عند ١٦٠ درجة مئوية . اكد تحليل المنتج النهائي بواسطة ^1H NMR التحول الكامل لجميع بروميد الاليلي الي انواع ايونوميرية مناظرة . من ثم تم دمج High Sil٢٣٣ (٥٠ رطل / ساعة) في الخلاط برابندر عند ٦٠ درجة مئوية و سرعة الماتور ٦٠ لفة / دقيقة لمدة ١٥ دقيقة . تم اعادة خلط المثال رقم ٣١ (كما هو موصوف سابقا) في خلاط بارابندر لمدة ١٥ دقيقة علي درجة حرارة من ١٦٠ – ١٧٠ درجة مئوية و اعادة صياغته تحت نفس الظروف لكي ينتج المثال رقم ٣٢ (اعادة التدوير الاولي) . من ثم تم اعادة خلط المثال رقم ٣٢ و اعادة صياغته لكي تنتج المثال رقم ٣٣ (اعادة التدوير الثانية) . من ثم تم اعادة خلط المثال ٣٣ و اعادة صياغته لكي نتج المثال رقم ٣٤ (اعادة التدوير الثالثة) . من ثم تم اعادة خلط المثال ٣٤ و اعادة صياغته لكي نتج المثال رقم ٣٤ (اعادة التدوير الرابعة) . تجدول خصائص الشد بالجدول رقم ٨ .

جدول رقم ٨

المثال	٣١	٣٢	٣٣	٣٤	٣٥
رقم اعادة التدوير		١	٢	٣	٤
دعامة الصلابة أ٢ (.pts)	٥٥	٤٥	٤٤	٤٣	٣٩
شد مطلق (ميجابسكال)	١٠	٦,١	٦	٦,١	٤,٥
استطالة مطلقة (٪)	٧٨٤	٧٢٩	٨٢٣	٨٦٤	٩٧٦
١٠٠M	١,٨٩	١,١١	٠,٩٦	١,٠٢	٠,٩
٣٠٠M	٤,٢٣	٢,٥	٢,٤	٢,٣٦	٢,٣٨

يعرض الجدول رقم ٨ احتفاظ جيد بقوة الشد بعد كل اعادة تدوير

الامثلة ارقام ٣٦ – ٤١ . توضح الامثلة التالية تأثير الشبكة الايونوميرية علي الخصائص الطبيعية لانظمة مواد الحشو المعدنية الغير معالجة بالتصليد مقارنة بالخصائص الطبيعية لانظمة غير ايونوميرية مع نفس الصيغة . تم اجراء تحضير الامثلة ارقام ٣٦ ، ٣٨ و ٤٠ كما هو موصوف

سابقا لمثال رقم ٢ ، و الامثلة ارقام ٣٧ و ٣٩ و ٤١ تم اجراءه كما هو موصوف لمثال رقم ٣ . تم صياغة الصيغ الناتجة و جدولة النتائج بالجدول رقم ٩ .

جدول رقم ٩

المثال	٣٦	٣٧	٣٨	٣٩	٤٠	٤١
BB2030 (PHR)	–	١٠٠	–	١٠٠	–	١٠٠
مثال رقم ١ (PHR)	١٠٠	–	١٠٠	–	١٠٠	–
التلك (PHR)	٢٥	٢٥	٥٠	٥٠	٧٥	٧٥
كربونات الكالسيوم	–	–	٦٠	٦٠	–	–
اسود الكربون	–	–	–		٣٠	٣٠
دعامة الصلابة أ٢ (pts.)	٤٨	٣٠	٣٨	٢٢	٥٤	٣٤
شد مطلق (ميجابسكال)	٣,١٨	٠,٣٨	٣,١٩	٠,٢٦	٤,٠٠	٠,٤٦
استطالة مطلقة (٪)	٣٨٨	٢١٧٤	١١٠٢	٩٤٥	٥٩١	٢٠٥٣
١٠٠M	١,٥٥	٠,٣٨	٠,٦١	٠,٢٥	١,٦٩	٠,٤٦
٣٠٠M	٢,٩٤	٠,٣٣	١,٠٣	٠,٢٨	٢,٩٦	٠,٣٧

الامثلة ارقام ٤٢ – ٤٧ . توضح الامثلة التالية تأثير محتوي الايونومير المتزايد علي عمود البوليمير علي الخصائص الطبيعية لانظمة تعبئة السليكا الغير معالجة بالتصليد . تم دمج ٣٥٦ من LANXESS BB ٢٠٣٠ مع ٣,٥ جم (المثال رقم ٤٢) ، ٧,٠ جم (المثال رقم ٤٣) و ١٠,٥ جم (المثال رقم ٤٤) من PPh_3 لكي يتفاعل مع تقريبا٢٥٪ ، ٥٠ ٪ و ٧٥٪ من بروميد الاليل الفعال علي التوالي علي مطحنة عند درجة حرارة الغرفة لمدة ٣ دقائق . من ثم تم مرور المخلوط من خلال باثق لولبي مزدوج مصغر (١٦٠ درجة مئوية ، ٢٠ لفة / دقيقة) و ثم تكرير علي المطحنة علي

درجة حرارة الغرفة . تم وصف الايونوميرات بواسطة تحليل NMR لكي يحدد كمية المجموعات الايونوميرية علي طول سلسلة البوليمير . تم تحضير امثلة ارقام ٤٥ – ٤٧ بخلط الامثلة ٤٢ – ٤٤ و ٢٣٣Hi Sil في خلاط بارابندر عند ٦٠ درجة مئوية و سرعة ماتور ٦٠ لفة / دقيقة لمدة١٥ دقيقة . تم صياغة الصيغ الناتجة و خصائص الشد المحددة كما هو موصوف سابقا . تجدول النتائج بالجدول رقم ١٠ .

جدول رقم ١٠

المثال	١٢	١٣	٤٥	٤٦	٤٧
BB2030 (PHR)	–	١٠٠	–	–	–
مثال رقم ١ (PHR)	١٠٠	–	–	–	–
٢٥ ٪ من الايونوميرات	–	–	١٠٠	–	–
٥٠ ٪ من الايونوميرات	–	–	–	١٠٠	–
٧٥ ٪ من الايونوميرات	–	–	–	–	١٠٠
٢٣٣Hi Sil (PHR)	٥٠	٥٠	٥٠	٥٠	٥٠
دعامة الصلابة أ٢ (pts.)	٥٣	٤٣	٦١	٥٩	٥٧
شد مطلق (ميجابسكال)	١١,٦	٠,٢٦	٦,٦	٦,٨	٦,٦
استطالة مطلقة (٪)	٨٢٠	٩٣	٣٦٢	٤٣٧	٣٩٠
١٠٠M	١,٩٢	–	٢,٢٦	٢,٠٠	٢,٣٢
٣٠٠M	٤,٢٧	–	٥,٥٩	٥,٠٢	٥,٤٣

المثال رقم ٤٨ . تحضير ايونومير the IIR-$N(CH_2CH_2OH)_3$ Br . تم تغذية LANXESS BB٢٠٣٠ الي باثق لولبي مزدوج مصغر miniature twin screw extruder (١٦٠ درجة مئوية ، ٢٠ لفة / دقيقة) مع N،N – ثنائي ميثيل امينو كحول (٣,٢٢ مولار مكافيء معتمدة بصفة

اساسية علي محتوي البروميد الاليلي) . تم تكرير الباثق عند المطحنة و تحليله بواسطة NMR ، و تأكيد التحويل الكامل لجميع البروميد الاليلي BB ٢٠٣٠ الي انواع الايونوميرية المناظرة .

الامثلة من رقم ٤٩ – ٥١ . توضح الامثلة التالية تأثير الامونيوم معتمد بصفة اساسية علي الشبكة الايونوميرية علي خصائص المركب لمواد المعباءة ، الغير معالجة مع مواد الحشو المعدنية المتنوعة

٥ . تم تحضير الامثلة ارقام ٤٩ ، ٥٠ و ٥١ بمزج المثال ٤٨ و اسود الكربون ٦٦٠N ، Hi Sil ٢٣٣ و كلوسيت ١٥ A علي التوالي ، في خلاط برابندر عند ٦٠ درجة مئوية و سرعة ماتور rotor speed ٦٠ لفة / دقيقة لمدة ١٥ دقيقة . تم صياغة الصيغ الناتج و ذكر خصائص الشد بالجدول رقم ١١ .

جدول رقم ١١

المثال	٥	٤٩	١٣	٥٠	١٧	٥١
BB2030 (PHR)	١٠٠	–	١٠٠	–	١٠٠	–
مثال رقم ٤٨ (PHR)	–	١٠٠	–	١٠٠	–	١٠٠
Hi Sil ٢٣٣ (PHR)			٥٠	٥٠		
كلويسيت A١٥					١٠	١٠
اسود الكربونN ٦٦٠	٥٠	٥٠				
دعامة الصلابة أ٢ (pts.)	٣٦	٥٥	٤٣	٦٣	٤٦	٤١
شد مطلق (ميجابسكال)	٠,٦٨	٦,٧١	٠,٢٦	٥,٠٨	٠,٢	٣,٨٦
استطالة مطلقة (٪)	٩٩١	٢٦١	٩٣	١٥٨	٣٠٩	٣٢٧
١٠٠M	٠,٩٩	٢,٤٠	–	٢,٨٠	٠,٣٣	١,١٧
٣٠٠M	١,٠٢	–	–	–	٠,٢٠	٣,٨٤

١٠ المثال رقم ٥٢ . تحضير ايونومير الفوسفونيوم المعتمد بصفة اساسية علي كوبوليمير ايزوبيوتيلين – P – ميثيل ستيرين المعالج بالبروم (BIMS) بمقدار ١٥٠ جم من الاكسبرو ٣٤٣٥ تم دمجها مع ١٠

جم PPh_3 علي مطحنة عند درجة حرارة الغرفة لمدة ٣ دقائق . من ثم تم مرور المخلوط من خلال باثق لولبي مزدوج مصغر (١٦٠ درجة مئوية ، ٢٠ لفة / دقيقة) و من ثم تكريرها عند المطحنة علي درجة حرارة الغرفة . اكد تحليل المادة الناتجة بواسطة NMR التحويل الكامل لمجموعات بروميد البنزيل من اكسبرو ٣٤٣٥ الي انواع الايونوميرية المناظرة .

المثال رقم ٥٣ . تحضير ايونومير الامونيوم المعتمد بصفة اساسية علي كوبوليمير ايزوبيوتيلين – P – ميثيل ستيرين المعالج بالبروم (BIMS) . تم تغذية الاكسبرو ٣٤٣٥ الي باثق لولبي مزدوج مصغر (١٦٠ درجة مئوية ، ٢٠ لفة / دقيقة) مع N،N – ثنائي ميثيل امينو كحول (٣,٢٢ مولار مكافيء معتمدة بصفة اساسية علي محتوي البروميد الاليلي) . تم تكرير الباثق علي المطحنة و تحليله بواسطة NMR ، و تأكيد التحويل الكامل لجميع بروميد البنزيل الي BB ٢٠٣٠ الي انواع الايونوميرية المناظرة .

الامثلة ارقام ٥٤ – ٥٧ . توضح الامثلة التالية تأثير الشبكة الايونوميرية علي خصائص المركبات لمواد المعباءة ، و المعالجة مع مواد الحشو المعدنية المتنوعة . تم تكوين جميع المخاليط في خلاط برابندر Brabender عند درجة حرارة ٦٠ درجة مئوية و سرعة ماتور ٦٠ لفة / دقيقة لمدة ١٥ دقيقة . تم تحضير الامثلة ٥٤ و ٥٥ بخلط الاكسبرو ٣٤٣٥ و المثال ٥٢ علي التوالي مع اسود الكربون N ٦٦٠ . تم تحضير الامثلة ارقام ٥٦ و ٥٧ بخلط الاكسبرو ٣٤٣٥ و المثال رقم ٥٢ علي التوالي مع Hi Sil ٢٣٣ و اسود الكربون N٦٦٠ . تم صياغة الصيغ الناتجة و ذكر خصائص الشد بالجدول رقم ١٢ .

جدول رقم ١٢

المثال	٥٤	٥٥	٥٦	٥٧
اكسبرو ٣٤٣٥ (PHR)	١٠٠	–	١٠٠	–
مثال رقم ٥٢ (PHR)	–	١٠٠	–	١٠٠
مثال رقم ٥٣ (PHR)	–	–	–	–

Hi Sil ٢٣٣(PHR)	٥٠	٥٠	٣٠	٣٠
اسود الكربون N ٦٦٠ (PHR)	–	–	٣٠	٣٠
دعامة الصلابة أ٢ (pts.)	٥٥	٦٧	٥٥	٥٥
شد مطلق (ميجابسكال)	٢,٠	٦,٦٠	١,٠٢	٧,٦٩
استطالة مطلقة (٪)	٥٥٠	٢٨٩	١١٩٩	٣٧٨
١٠٠M	١,٣٢	٣,٧٨	٠,٩٩	٢,٧٥
٣٠٠M	١,٩٢	–	١,٠٢	٥,٨٠

بالرغم من انه تم وصف الاختراع بالتفصيل فيما سابق بغرض التوضيح ، فانه يفهم بان هذا التفصيل يكون فقط بغرض و انه يمكن ان تنجز الاختلافات هنا بواسطة اولئك الماهرون بالمجال بدون الخروج عن خلاصة و مجال الاختراع باستثناء انه قد يحصر بعناصر الحماية .

عناصر الحماية

١ ١ – عملية لإعداد مادة ايونومير بيوتيل butyl ionomer معاد تدويره ، تشتمل العملية على:

٢ أ. توفير مادة الايونومير بيوتيل butyl ionomer غير المعالج والنقي له قوة شد مطلقة

٣ ultimate tensile strength عند درجة الحرارة المحيطة ambient temperature وله لزوجة

٤ موني اولية Mooney viscosity ML (1 + 8) عند ١٢٥ درجة مئوية من ٢٥–٣٥ وحدة

٥ موني Mooney units؛

٦ ب. تسخين الايونومير بيوتيل butyl ionomer الى ظروف خلط القص shear mixing

٧ conditions التي تتراوح من ٨٠ إلى ٢٠٠ درجة مئوية؛

٨ ت. تعريض الايونومير بيوتيل butyl ionomer الى ظروف خلط القص shear mixing في طارد

٩ extruder لمدّة ١٠ ثوانٍ على الأقلّ؛ و

١٠ ث. تبريد الايونومير بيوتيل butyl ionomer الى درجة الحرارة المحيطة لتشكيل الايونومير

١١ بيوتيل butyl ionomer المعاد تدويره ، حيث تتمّ معالجة الايونومير بيوتيل butyl ionomer

١٢ المعاد تدويره إلى جسيمات قابلة للعكس حراريًّا thermoreversible shaped.

١ ٢ – العملية طبقا الى عنصر الحماية رقم ١، حيث يكون لايونومير البيوتيل butyl ionomer

٢ المعاد تدويره قوة شد مطلقة ultimate tensile strength التي تكون ٦٠% من قوة الشد المطلقة

٣ ultimate tensile strength لايونومير البيوتيل النقي .

١ ٣ – العملية طبقا الى عنصر الحماية رقم ١، حيث تكون قوة الشد المطلقة ultimate tensile

٢ strength لايونومير البيوتيل butyl ionomer النقي تساوي ١٠ ميجا بسكال.

١ ٤ – العملية طبقا الى عنصر الحماية رقم ١، حيث تكون قوة الشد المطلقة ultimate tensile
٢ strength لايونومير البيوتيل butyl ionomer النقي هي ٦ ميجا بسكال.

١ ٥– العملية طبقا الى اي من عناصر الحماية من ١، حيث يكون الايونومير بيوتيل butyl ionomer
٢ النقي ممتلئًا filled.

١ ٦ – العملية طبقا الى اي من عناصر الحماية من ١، حيث يكون الايونومير بيوتيل butyl
٢ ionomer النقي غير معالج.

١ ٧ – العملية طبقا الى اي من عناصر الحماية من رقم ١، حيث يهلجن halogenated الايونومير
٢ بيوتيل butyl ionomer النقي بشكل جزئي.

١ ٨ – العملية طبقا الى عنصر الحماية ٧، حيث تضمنت العملية ايضا اضافة النتروجين nitrogen
٢ او الفوسفور phosphorous المعتمد بصفة اساسية على النيكلوفيل nucleophile بينما يتعرض الى
٣ الايونومير لبيوتيل butyl ionomer الى ظروف خلط القص shear mixing conditions.

١ ٩ – العملية طبقا الى عنصر الحماية رقم ٨، حيث يكون محتوى اجزاء الايونومير ionomeric
٢ moieties في الايونومير بيوتيل المعاد تدويره butyl ionomer اكبر من محتوى اجزاء الايونومير في
٣ الايونومير البيوتيل butyl ionomer النقي .

١٠ – العملية طبقا الى عنصر الحماية رقم ١، حيث تتضمن العملية ايضا تشكيل ايونومير البيوتيل المعاد تدويره butyl ionomer لكي يكون مادة.

١١ – العملية طبقا الى عنصر الحماية رقم ١، حيث تكون لزوجة موني Mooney viscosity ML (١ + ٨) عند ١٢٥ درجة مئوية لايونومير البيوتيل butyl ionomer النقي virgin تساوي ٢٥ وحدة موني Mooney units.

١٢ – العملية طبقا الى عنصر الحماية رقم ١، حيث تكون لزوجة موني Mooney viscosity ML (١ + ٨) عند ١٢٥ درجة مئوية لايونومير البيوتيل المعاد تدويره recycled butyl ionomer ٧٠% من لزوجة موني لايونومير البيوتيل butyl ionomer النقي.

١٣ – العملية طبقا الى عنصر الحماية رقم ١، حيث يتمّ تعريض الايونومير بيوتيل butyl ionomer إلى ظروف خلط القص shear mixing conditions لمدّة ١٠ إلى ٦٠ ثانية.