



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0050539

(51)^{2020.01} C08J 9/00; C08L 23/00

(13) B

(21) 1-2022-02551

(22) 27/09/2019

(86) PCT/CN2019/108490 27/09/2019

(87) WO2021/056406 01/04/2021

(45) 25/08/2025 449

(43) 25/07/2022 412A

(73) DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (US)

2040 Dow Center, Midland, Michigan 48674, United States of America

(72) YANG, Yunfeng (CN); YU, Haiyang (CN); VAN DUN, Jozef J. I. (BE); PRIETO, Miguel Albertodejesus (CH).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) QUY TRÌNH TẠO VẬT PHẨM XỐP NUNG KẾT VÀ VẬT PHẨM XỐP NUNG KẾT

(21) 1-2022-02551

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình tạo vật phẩm xốp nung kết. Quy trình này bao gồm các bước (i) tạo liên kết ngang của các viên gồm copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin được ghép silan (Si-g-OBC) đến hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80% để tạo ra các viên Si-g-OBC đã được tạo liên kết ngang; và (ii) tạo xốp các viên Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang để tạo ra các hạt xốp Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến xốp polyme trên cơ sở etylen được tạo liên kết ngang.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Xốp polyetylen được sử dụng trong các chi tiết của giày dép, như ứng dụng đế giữa. Polyme trên cơ sở etylen được tạo liên kết ngang bao gồm copolyme etylen vinyl axetat (ethylene vinyl acetate: EVA) và elastome polyolefin theo truyền thống đã chiếm ưu thế trên thị trường xốp polyolefin dùng trong giày dép vì chúng có thể được tạo xốp dễ dàng bằng chất tạo bọt hóa học. Tuy nhiên, các chất tạo bọt hóa học đã được biết là tạo ra mùi khó chịu và nhiễm mốc. Quy trình tạo xốp hóa học để tạo liên kết ngang được sử dụng trong ngành giày dép như vậy cần rất nhiều nhân công và do đó công nghệ tạo xốp thay thế với quy trình tiết kiệm chi phí và môi trường được tiếp tục nghiên cứu.

Công nghệ tạo xốp hạt, một loại công nghệ tạo xốp vật lý, là phương pháp tạo xốp thay thế cho phép tự động hóa. Các ưu điểm của công nghệ tạo xốp hạt so với công nghệ tạo xốp hóa học bao gồm: không có mùi khó chịu, ít nhiễm mốc, có thể tái chế, và tính chất đẳng hướng của các bộ phận. Tuy nhiên, không phải tất cả các polyme đều thích hợp cho công nghệ tạo xốp hạt.

Các polyme trên cơ sở etylen được tạo liên kết ngang được sử dụng trong công nghệ tạo xốp hạt cần có tỷ trọng thấp để chúng tạo xốp thích hợp. Ngoài ra, các polyme này phải vẫn ổn định ở nhiệt độ cao, điều này là cần thiết để tạo ra cấu trúc xốp nung kết, như đế giữa xốp. Các polyme cũng cần phải tạo ra hạt xốp mà không bị co ngót khi chịu nhiệt độ cao. Do đó, cần có chế phẩm polyme trên cơ sở etylen được tạo liên kết ngang có tỷ trọng thấp và vẫn ổn định ở nhiệt độ cao.

Nhu cầu về chế phẩm polyme trên cơ sở etylen được tạo liên kết ngang có tỷ trọng thích hợp để tạo xốp đã được thừa nhận trong lĩnh vực này. Nhu cầu về chế phẩm polyme trên cơ sở etylen được tạo liên kết ngang để tạo ra cấu trúc hạt xốp không bị co ngót khi chịu nhiệt độ cao cũng được thừa nhận trong lĩnh vực này.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất quy trình tạo vật phẩm xốp nung kết. Quy trình này bao gồm các bước (i) tạo liên kết ngang của các viên gồm copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin được ghép silan (silane-grafted ethylene/ α -olefin multi-block copolymer: Si-g-OBC) đến hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80% để tạo ra các viên Si-g-OBC đã được tạo liên kết ngang; và (ii) tạo xốp các viên Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang để tạo ra các hạt xốp Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%.

Sáng chế cũng đề xuất hạt xốp được tạo ra từ quy trình của sáng chế. Theo một phương án, hạt xốp gồm Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%; và hạt xốp có tỷ trọng xốp nhỏ hơn 0,200 g/cc.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là ảnh chụp mặt cắt ngang của các tấm hạt xốp đã nung kết đối với các mẫu so sánh và các ví dụ của sáng chế.

Fig.2 thể hiện hình ảnh mặt cắt ngang qua kính hiển vi điện tử quét (Scanning Electron Microscope: SEM) của các tấm hạt xốp đã nung kết đối với các mẫu so sánh và các ví dụ của sáng chế.

Fig.3 là đồ thị thể hiện tỷ lệ phục hồi độ dày của tấm xốp theo hàm số của thời gian đối với các mẫu so sánh và các ví dụ của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các định nghĩa

Sự viện dẫn bất kỳ đến Bảng tuần hoàn các nguyên tố là Bảng tuần hoàn được xuất bản bởi CRC Press, Inc., 1990–1991. Sự viện dẫn đến nhóm các nguyên tố trong bảng này là theo ký hiệu mới để đánh số các nhóm.

Đối với mục đích thực hành sáng chế Mỹ, các nội dung của bằng độc quyền sáng chế, đơn sáng chế hoặc tài liệu công bố được viện dẫn bất kỳ được kết hợp để tham khảo toàn bộ nội dung của chúng (hoặc đơn Mỹ tương đương của nó

cũng được kết hợp để tham khảo) đặc biệt là đối với phần mô tả các định nghĩa (với phạm vi không mâu thuẫn với các định nghĩa bất kỳ được nêu cụ thể trong phần mô tả này) và kiến thức chung trong lĩnh vực này.

Các khoảng giá trị được bộc lộ ở đây bao gồm tất cả các giá trị nằm trong khoảng, và bao gồm cả giá trị giới hạn dưới và giới hạn trên. Đối với các khoảng chứa các giá trị rõ ràng (ví dụ, 1 hoặc 2; hoặc từ 3 đến 5; hoặc 6; hoặc 7). Khoảng từ 1 đến 7 bao gồm các khoảng nhỏ hơn gồm từ 1 đến 2; từ 2 đến 6; từ 5 đến 7; từ 3 đến 7; từ 5 đến 6; v.v..

Nếu không được chỉ rõ theo nghĩa trái ngược, theo nghĩa rõ ràng của ngữ cảnh hoặc đã biết trong lĩnh vực này, toàn bộ các phân và tỷ lệ % được tính theo trọng lượng và tất cả các phương pháp thử nghiệm đều phổ biến vào ngày nộp đơn của đơn sáng chế này.

“Chất tạo bọt” là chất có khả năng tạo ra cấu trúc dạng tổ ong trong chế phẩm bằng quy trình tạo xốp.

Khi được sử dụng trong bản mô tả này, các thuật ngữ "hỗn hợp" hoặc "hỗn hợp polyme" là hỗn hợp của hai hoặc nhiều polyme. Hỗn hợp này có thể trộn lẫn hoặc có thể không trộn lẫn (không bị tách pha ở cấp độ phân tử). Hỗn hợp này có thể bị tách pha hoặc có thể không bị tách pha. Hỗn hợp này có thể chứa hoặc có thể không chứa một hoặc nhiều cấu hình miền, như được xác định từ kính hiển vi điện tử truyền qua, phương pháp tán xạ ánh sáng, phương pháp tán xạ tia x, và các phương pháp khác đã biết trong lĩnh vực này.

Thuật ngữ "copolyme khối" hoặc "copolyme phân đoạn" để chỉ polyme chứa hai hoặc nhiều đoạn hoặc vùng riêng biệt về mặt hóa học (được gọi là "khối") được nối theo kiểu thẳng, nghĩa là polyme chứa các đơn vị khác biệt về mặt hóa học được nối (được liên kết cộng hóa trị) giữa hai đầu đối với nhóm chức được polyme hóa, chứ không phải theo kiểu nhô ra hoặc kiểu ghép. Theo một phương án, các khối khác nhau về lượng hoặc loại comonome được kết hợp trong đó, tỷ trọng, lượng kết tinh, loại kết tinh (ví dụ, polyetylen so với polypropylen), kích thước của mầm kết tinh liên quan đến polyme của chế phẩm này, kiểu hoặc mức độ sắp xếp (dạng isotactic hoặc syndiotactic), tính đồng đều vùng hoặc tính không đồng đều vùng, lượng phân nhánh, bao gồm cả sự phân nhánh mạch dài

hoặc siêu phân nhánh, tính đồng nhất, hoặc tính chất hóa học hoặc tính chất lý học khác bất kỳ. Các copolyme khối được đặc trưng bởi sự phân bố độ nhất của cả tính đa phân tán của polyme (PDI hoặc M_w/M_n) và sự phân bố theo chiều dài khối, do tác dụng của (các) chất chuyển mạch kết hợp với (các) chất xúc tác được sử dụng trong quá trình điều chế chúng.

Thuật ngữ "chế phẩm" để chỉ hỗn hợp của các vật liệu chứa chế phẩm, cũng như các sản phẩm phản ứng và sản phẩm phân hủy được tạo ra từ vật liệu chứa chế phẩm này.

Các thuật ngữ "chứa", "bao gồm", "có" và các thuật ngữ phái sinh của chúng không được dự định loại trừ sự có mặt của thành phần, bước hoặc quy trình bổ sung bất kỳ, dù thành phần, bước hoặc quy trình này có được bộc lộ cụ thể hay không. Để tránh nghi ngờ bất kỳ, tất cả các chế phẩm được yêu cầu bảo hộ sử dụng thuật ngữ "chứa" có thể bao gồm chất phụ gia, chất phụ trợ hoặc hợp chất bổ sung bất kỳ, dù là polyme hoặc chất khác, nếu không được chỉ rõ theo cách khác. Ngược lại, thuật ngữ "chủ yếu bao gồm" không bao gồm việc kể ra tiếp theo bất kỳ về thành phần, bước hoặc quy trình bất kỳ khác, trừ thành phần, bước hoặc quy trình không cần thiết đối với khả năng hoạt động. Thuật ngữ "bao gồm" không bao gồm thành phần, bước, hoặc quy trình bất kỳ không được nêu hoặc liệt kê cụ thể. Thuật ngữ "hoặc", nếu không được chỉ rõ theo cách khác, để chỉ các thành phần được liệt kê riêng lẻ cũng như ở dạng kết hợp bất kỳ. Việc sử dụng dạng số ít bao gồm cả việc sử dụng dạng số nhiều và ngược lại.

Thuật ngữ "polyme trên cơ sở etylen" là polyme chứa monome etylen được polyme hóa với lượng lớn hơn 50 phần trăm trọng lượng (% trọng lượng) (so với tổng lượng monome có thể polyme hóa) và tùy ý, có thể chứa ít nhất một comonome. Polyme trên cơ sở etylen bao gồm homopolyme etylen, và copolyme etylen (có nghĩa là các đơn vị có nguồn gốc từ etylen và một hoặc nhiều comonome). Các thuật ngữ "polyme trên cơ sở etylen" và "polyetylen" có thể được sử dụng thay thế lẫn nhau. Các ví dụ không làm giới hạn về polyme trên cơ sở etylen (polyetylen) bao gồm polyetylen tỷ trọng thấp (LDPE) và polyetylen mạch thẳng. Các ví dụ không làm giới hạn về polyetylen mạch thẳng bao gồm polyetylen tỷ trọng thấp mạch thẳng (LLDPE), polyetylen tỷ trọng cực thấp

(ULDPE), polyetylen tỷ trọng rất thấp (VLDPE), copolyme trên cơ sở etylen nhiều thành phần (EPE), các copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin (còn được gọi là copolyme khối olefin (OBC)), polyetylen tỷ trọng thấp mạch thẳng được xúc tác ở một vị trí (m-LLDPE), thể dẻo/thể đàn hồi mạch thẳng hoặc gần như mạch thẳng, và polyetylen tỷ trọng cao (HDPE). Nói chung, polyetylen có thể được tạo ra trong bình phản ứng tầng sôi, pha khí, bình phản ứng xử lý huyền phù đặc pha lỏng, hoặc bình phản ứng xử lý dung dịch pha lỏng, bằng cách sử dụng hệ chất xúc tác không đồng nhất, như chất xúc tác Ziegler-Natta, hệ chất xúc tác đồng nhất, chứa các kim loại chuyển tiếp nhóm 4 và các cấu trúc phối tử như heteroaryl có tâm kim loại metaloxen, không phải metaloxen, aryloxyete có hóa trị khác, phosphinimin, và các chất khác. Dạng kết hợp của các chất xúc tác không đồng nhất và/hoặc đồng nhất cũng có thể được sử dụng trong cấu hình bình phản ứng đơn hoặc bình phản ứng kép.

Khi được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ "hạt xộp" để chỉ hạt polyme tạo xộp, được tạo ra bằng cách làm bão hòa hạt polyme (ví dụ, viên, các hạt dạng hạt, tốt hơn là viên), với sự có mặt của chất tạo bọt như khí trơ (ví dụ, CO₂ hoặc N₂), và ở nhiệt độ trong khoảng $\pm 30^{\circ}\text{C}$ của nhiệt độ nóng chảy cao nhất (T_m) của hạt polyme, và ở áp suất nằm trong khoảng từ 50 ba đến 200 ba (từ 5000 kPa đến 20000 kPa). Việc làm bão hòa thường diễn ra trong khoảng thời gian sao cho đường kính của hạt polyme tăng lên ít nhất 50%, hoặc ít nhất 60%, hoặc ít nhất 70%, hoặc ít nhất 80%, hoặc ít nhất 90%, hoặc ít nhất 100%, so với đường kính ban đầu của nó trước khi tạo xộp. Thông thường, thời gian làm bão hòa nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2,0 giờ.

Thuật ngữ "interpolyme" là polyme được điều chế bằng cách polyme hóa ít nhất hai loại monome khác nhau. Thuật ngữ chung này bao gồm các copolyme, thường được sử dụng để chỉ polyme được điều chế từ hai loại monome khác nhau, và polyme được điều chế từ nhiều hơn hai loại monome khác nhau, ví dụ, terpolyme, tetrapolyme, v.v..

Thuật ngữ "polyme trên cơ sở olefin" hoặc "polyolefin" là polyme chứa monome olefin được polyme hóa với lượng lớn hơn 50 phần trăm trọng lượng (so với tổng lượng monome có thể polyme hóa), và tùy ý, có thể chứa ít nhất một

comonome. Ví dụ không làm giới hạn về polyme trên cơ sở olefin là polyme trên cơ sở etylen.

"Polyme" là hợp chất được điều chế bằng cách polyme hóa các monome, dù thuộc loại giống nhau hoặc khác nhau hay không, ở dạng được polyme hóa tạo ra nhiều "đơn vị" và/hoặc "các đơn vị" lặp lại hoặc "các đơn vị mer" để tạo thành polyme. Do vậy, thuật ngữ chung polyme này bao gồm thuật ngữ homopolyme, thường được sử dụng để chỉ các polyme được điều chế từ chỉ một loại monome, và thuật ngữ copolyme, thường được sử dụng để chỉ các polyme được điều chế từ ít nhất hai loại monome. Thuật ngữ này cũng bao gồm tất cả các dạng copolyme, ví dụ, copolyme ngẫu nhiên, copolyme khối, v.v.. Các thuật ngữ "polyme etylen/ α -olefin" và "polyme propylen/ α -olefin" biểu thị copolyme như đã mô tả trên đây được điều chế bằng cách polyme hóa etylen hoặc propylen tương ứng và một hoặc nhiều monome α -olefin có thể polyme hóa bổ sung. Cần lưu ý rằng mặc dù polyme thường được đề cập dưới dạng được "tạo thành từ" một hoặc nhiều monome được chỉ rõ, "trên cơ sở" loại monome hoặc monome được chỉ rõ, "chứa" hàm lượng monome được chỉ rõ, hoặc dạng tương tự, trong ngữ cảnh này thuật ngữ "monome" được hiểu là để chỉ lượng còn lại được polyme hóa của monome được chỉ rõ và không dùng để chỉ các hợp chất không được polyme hóa. Nói chung, các polyme trong bản mô tả này được dùng để chỉ việc được dựa trên "các đơn vị" là dạng được polyme hóa của monome tương ứng.

"Polyme trên cơ sở propylen" là polyme chứa monome propylen được polyme hóa với lượng lớn hơn 50 phần trăm trọng lượng (so với tổng lượng monome có thể polyme hóa) và tùy ý, có thể chứa ít nhất một comonome. Polyme trên cơ sở propylen bao gồm homopolyme propylen, và copolyme propylen (có nghĩa là các đơn vị có nguồn gốc từ propylen và một hoặc nhiều comonome). Các thuật ngữ "polyme trên cơ sở propylen" và "polypropylen" có thể được sử dụng thay thế lẫn nhau.

"Nung kết" là quy trình nén chặt và tạo thành khối hạt xốp nấu chảy bằng nhiệt và/hoặc áp suất thành vật phẩm, mà không làm nóng chảy các hạt đến điểm hóa lỏng.

Thuật ngữ "cấu trúc xốp nung kết" để chỉ cấu trúc xốp được tạo ra bằng

cách nén các hạt xốp, như được mô tả ở đây, thường là trong chân không, với sự có mặt của nguồn gia nhiệt. Thông thường, nguồn gia nhiệt là hơi nước ở áp suất hơi bằng hoặc lớn hơn 0,5 ba (50 kPa). Việc nạp vào khuôn thường được thực hiện bằng cách sử dụng chân không, như ở áp suất nhỏ hơn 1 atm (101,3 kPa).

Các phương pháp thử nghiệm

Độ cứng Asker C của các cấu trúc xốp nung kết được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D2240 trên các tấm có kích thước 20cm (chiều dài) x 10cm (chiều rộng) x 1-2 cm (độ dày) (cấu trúc xốp nung kết ban đầu có hai lớp vỏ). Mỗi ví dụ được thử nghiệm một mẫu. Mỗi mẫu được xác định ít nhất ba lần (với thời gian chờ 5 giây giữa mỗi lần đo), qua bề mặt của mẫu (nghĩa là các vị trí khác nhau dọc theo mẫu). Giá trị trung bình được ghi lại.

Chỉ số nóng chảy (MI) (I2) tính theo g/10 phút được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D1238 (190°C/2,16kg). Kết quả được tính theo số gam mẫu nóng chảy trong 10 phút (g/10 phút).

Phép đo nhiệt lượng bằng tia quét vi phân (Differential Scanning Calorimetry: DSC)

Phép đo nhiệt lượng bằng tia quét vi phân (DSC) được sử dụng để xác định đặc tính nóng chảy, kết tinh, và chuyển hóa thủy tinh của polyme trong khoảng nhiệt độ rộng. Ví dụ, thiết bị TA Q2000 DSC, được trang bị RCS (hệ thống làm mát được làm lạnh) và bộ phận lấy mẫu tự động được sử dụng để thực hiện việc phân tích này. Trong quá trình thử nghiệm, dòng khí nitơ được thổi ở tốc độ 50 ml/phút được sử dụng. Mỗi mẫu được ép nóng chảy thành màng mỏng ở nhiệt độ 190°C; sau đó, mẫu nóng chảy này được để nguội trong không khí đến nhiệt độ trong phòng (25°C). Mẫu thử có khối lượng 3–10mg, đường kính 6mm được cắt từ màng polyme đã nguội, cân mẫu, cho vào chén nhôm nhẹ (50mg), và hàn gấp mép. Sau đó, thực hiện việc phân tích để xác định đặc tính nhiệt của nó.

Đặc tính nhiệt của mẫu được xác định bằng cách tăng và giảm dần nhiệt độ của mẫu để tạo ra profin dòng nhiệt theo nhiệt độ. Trước tiên, mẫu được gia nhiệt ở tốc độ 10,00°C/phút đến 200,0°C và duy trì đẳng nhiệt trong 5 phút để loại bỏ

lịch sử nhiệt của nó. Tiếp theo, mẫu được làm lạnh tới nhiệt độ -80°C với tốc độ làm nguội 10°C/phút và duy trì đẳng nhiệt ở nhiệt độ -80°C trong 5 phút. Sau đó, mẫu được gia nhiệt tới 200°C (giai đoạn này được gọi là “gia nhiệt lần hai”) với tốc độ gia nhiệt 10°C/phút . Các đường cong gia nhiệt lần hai và làm lạnh được ghi lại. Các giá trị được xác định là điểm bắt đầu nóng chảy ngoại suy T_m , và điểm bắt đầu kết tinh ngoại suy T_c . Nhiệt nóng chảy (H_f) (tính theo J/g), và độ kết tinh theo tỷ lệ % đối với các mẫu polyetylen được tính toán bằng cách sử dụng công thức sau:

$$\text{độ kết tinh (\%)} = ((H_f)/292 \text{ J/g}) \times 100.$$

Nhiệt nóng chảy (H_f) (còn được gọi là entalpy nóng chảy) và nhiệt độ nóng chảy cực đại được ghi lại từ đường cong gia nhiệt lần hai.

Điểm nóng chảy T_m được xác định từ đường cong gia nhiệt DSC bằng cách trước tiên, vẽ đường cơ sở giữa điểm bắt đầu và điểm kết thúc của sự chuyển tiếp nóng chảy. Tiếp đó, đường tiếp tuyến được vẽ theo dữ liệu trên phía nhiệt độ thấp của đỉnh nóng chảy. Vị trí mà đường này cắt đường cơ sở là điểm bắt đầu nóng chảy ngoại suy (T_m). Điều này được mô tả trong tài liệu của Bernhard Wunderlich, *The Basis of Thermal Analysis, in Thermal Characterization of Polymeric Materials* 92, 277–278 (Edith A. Turi ed., tái bản lần thứ hai. 1997).

Tỷ trọng xốp được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D792-00 bao gồm việc cân xốp polyme trong nước bằng cách sử dụng phao chìm. Kết quả được ghi lại theo g/cc.

Tỷ trọng xốp của cấu trúc xốp nung kết được xác định bằng cách cân tấm có kích thước 20cm (chiều dài) x 10cm (chiều rộng) x 1-2cm (độ dày) (cấu trúc xốp nung kết ban đầu có hai lớp vỏ), tính theo gam, và xác định thể tích (tính theo centimet khối, cm^3) của tấm bằng cách sử dụng chiều dài, chiều rộng, và độ dày của tấm. Kết quả (trọng lượng/thể tích) được ghi lại theo g/cm^3 (g/cc).

Thu được hàm lượng gel theo cách sau. Mẫu thử của viên hoặc hạt được cho vào túi lưới kim loại có cỡ mắt lưới 120-mesh và đun sôi trong 600ml xylen trong 5 giờ. Tổng trọng lượng của các viên hoặc hạt trong 600ml xylen bằng khoảng 2g. Sau khi đun sôi trong 5 giờ, túi lưới được lấy ra và sấy khô trong tủ sấy chân không ở nhiệt độ 120°C trong 2 giờ, và sau đó được cân. Kết quả được

ghi lại theo tỷ lệ phần trăm (%), so với tổng trọng lượng của vật liệu. Tỷ lệ phần trăm của gel thường tăng lên cùng với sự tăng mức độ tạo liên kết ngang.

Thử nghiệm phân tích cơ động học (Dynamic Mechanical Analysis: DMA) để xác định tính chất của sự tổn hao năng lượng. Thiết bị: RSA-G2, sản phẩm của TA Instruments. Dạng hình học: đồ gá ép, đĩa 15mm. Phương pháp quét tần số, Tần số: 0,1~100rad/s, Nhiệt độ: 25°C, Độ biến dạng: 10%. Trong khi thử nghiệm DMA, giá trị Tan(delta) được ghi lại, là tỷ lệ của môđun tổn hao và môđun tích trữ, và do đó xác định tính chất của độ đàn hồi.

Thử nghiệm biến dạng dư khi nén động học (có các lớp vỏ ở trên): Thiết bị: MTS 810.

Các tấm xốp hạt đã nung kết được sử dụng cho thử nghiệm biến dạng dư khi nén động học với các điều kiện thử nghiệm sau: độ biến dạng khi nén: 50%, kích thước vùng nén: Ø50 mm, tần số nén 1Hz, Tải trọng ban đầu: 5N, số chu trình: 10.000 chu trình, nhiệt độ thử nghiệm: 23°C. Sau 10.000 chu trình, các tấm này được tách ra nhanh chóng khỏi đĩa MTS và được cắt dọc theo đường kính của vùng hình tròn nén. Sau 1 phút, độ dày của tấm đã nén được xác định bằng cách sử dụng thước cặp Vernier. Tỷ lệ của độ dày ở thời điểm 1 phút so với độ dày tấm ban đầu được định nghĩa là tỷ lệ phục hồi tức thì (do đó, độ biến dạng dư khi nén tức thì = $2 \times (1 - \text{tỷ lệ phục hồi tức thì})$). Thu được tỷ lệ phục hồi theo thời gian bằng cách xác định độ dày sau một khoảng thời gian nhất định.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề xuất quy trình tạo vật phẩm xốp nung kết. Quy trình này bao gồm các bước (i) tạo liên kết ngang của các hạt gồm copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin được ghép silan (Si-g-OBC) đến hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80% để tạo ra các viên Si-g-OBC đã được tạo liên kết ngang; và (ii) tạo xốp các viên Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang để tạo ra hạt xốp Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%.

(a) Copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản

Quy trình theo sáng chế bao gồm bước tạo liên kết ngang của các viên gồm copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin được ghép silan. Polyme cơ bản là copolyme

nhiều khối etylen/ α -olefin.

Thuật ngữ “copolymer nhiều khối etylen/ α -olefin” để chỉ copolymer nhiều khối etylen/ C_4 – C_8 α -olefin gồm etylen và một comonomer C_4 – C_8 α -olefin có thể copolymer hóa ở dạng được polymer hóa, polymer này được đặc trưng bởi nhiều khối hoặc đoạn của hai đơn vị monomer được polymer hóa khác biệt về các tính chất hóa học hoặc lý học, các khối được nối (hoặc được liên kết cộng hóa trị) theo kiểu tuyến tính, nghĩa là polymer chứa các đơn vị khác biệt về mặt hóa học được nối giữa hai đầu đối với nhóm chức etylen được polymer hóa. Copolymer nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản bao gồm copolymer khối có hai khối (khối kép) và nhiều hơn hai khối (nhiều khối). C_4 – C_8 α -olefin được chọn từ buten, hexen, và octen. Copolymer nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản không có, hoặc theo cách khác loại trừ, styren (nghĩa là không có styren), và/hoặc monomer vinyl thơm, và/hoặc dien liên hợp. Khi đề cập đến lượng “etylen” hoặc “comonomer” trong copolymer, cần hiểu rằng điều này để chỉ các đơn vị được polymer hóa của chúng. Theo một số phương án, copolymer nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản có thể được thể hiện bằng công thức sau: $(AB)_n$; trong đó n bằng ít nhất là 1, tốt hơn nếu là số nguyên lớn hơn 1, như 2, 3, 4, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, hoặc cao hơn, “A” là khối hoặc đoạn mạch cứng, và “B” là khối hoặc đoạn mạch mềm. Các khối A và B được liên kết, hoặc được liên kết cộng hóa trị, theo kiểu gần như mạch thẳng, hoặc theo kiểu mạch thẳng, trái ngược với kiểu gần như mạch nhánh hoặc gần như có dạng hình ngôi sao. Theo các phương án khác, các khối A và khối B được phân bố ngẫu nhiên dọc theo mạch polymer. Nói theo cách khác, các copolymer khối thường không có cấu trúc như sau: AAA-AA-BBB-BB. Theo một phương án, copolymer nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản không có loại khối thứ ba, khối này chứa (các) comonomer khác nhau. Theo phương án khác, mỗi khối A và khối B có các monomer hoặc comonomer được phân bố gần như ngẫu nhiên trong khối. Nói theo cách khác, cả khối A và khối B đều không chứa hai hoặc nhiều đoạn mạch phụ (hoặc khối phụ) của chế phẩm khác, như đoạn mạch ở đầu mà có thành phần gần như khác biệt với thành phần còn lại của khối.

Tốt hơn nếu etylen chứa phần mol chủ yếu của toàn bộ copolymer nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản, nghĩa là etylen chứa ít nhất 50% trọng lượng của toàn

bộ copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản. Tốt hơn nữa nếu etylen chứa ít nhất 60% trọng lượng, ít nhất 70% trọng lượng, hoặc ít nhất 80% trọng lượng, với phần còn lại chủ yếu của toàn bộ copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản chứa comonome C_4 – C_8 α -olefin. Theo một phương án, copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản chứa etylen với lượng nằm trong khoảng từ 50% trọng lượng, hoặc 60% trọng lượng, hoặc 65% trọng lượng đến 80% trọng lượng, hoặc 85% trọng lượng, hoặc 90% trọng lượng. Đối với nhiều copolyme nhiều khối etylen/octen cơ bản, chế phẩm chứa hàm lượng etylen lớn hơn 80% trọng lượng của toàn bộ copolyme nhiều khối etylen/octen cơ bản và hàm lượng octen nằm trong khoảng từ 10% trọng lượng đến 15% trọng lượng, hoặc từ 15% trọng lượng đến 20% trọng lượng của toàn bộ copolyme nhiều khối etylen/octen cơ bản.

Copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản bao gồm các lượng khác nhau của đoạn mạch “cứng” và đoạn mạch “mềm”. Các đoạn mạch “cứng” là khối của các đơn vị được polyme hóa trong đó etylen có mặt với lượng lớn hơn 90% trọng lượng, hoặc 95% trọng lượng, hoặc lớn hơn 95% trọng lượng, hoặc lớn hơn 98% trọng lượng, tính theo trọng lượng của polyme, tối đa là 100% trọng lượng. Nói theo cách khác, hàm lượng comonome (hàm lượng của các monome không phải etylen) trong các đoạn mạch cứng là nhỏ hơn 10% trọng lượng, hoặc 5% trọng lượng, hoặc nhỏ hơn 5% trọng lượng, hoặc nhỏ hơn 2% trọng lượng, tính theo trọng lượng của polyme, và có thể thấp tới mức bằng 0. Theo một số phương án, các đoạn mạch cứng bao gồm tất cả, hoặc gần như tất cả các đơn vị có nguồn gốc từ etylen. Các đoạn mạch “mềm” là khối của các đơn vị được polyme hóa trong đó hàm lượng comonome (hàm lượng của các monome không phải etylen) lớn hơn 5% trọng lượng, hoặc lớn hơn 8% trọng lượng, hoặc lớn hơn 10% trọng lượng, hoặc lớn hơn 15% trọng lượng, tính theo trọng lượng của polyme. Theo một phương án, hàm lượng comonome trong các đoạn mạch mềm lớn hơn 20% trọng lượng, hoặc lớn hơn 25% trọng lượng, hoặc lớn hơn 30% trọng lượng, hoặc lớn hơn 35% trọng lượng, hoặc lớn hơn 40% trọng lượng, hoặc lớn hơn 45% trọng lượng, hoặc lớn hơn 50% trọng lượng, hoặc lớn hơn 60% trọng lượng và có thể lên đến 100% trọng lượng.

Các đoạn mạch mềm có thể có mặt trong copolyme nhiều khối etylen/ α -

olefin cơ bản với lượng nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng, hoặc 5% trọng lượng, hoặc 10% trọng lượng, hoặc 15% trọng lượng, hoặc 20% trọng lượng, hoặc 25% trọng lượng, hoặc 30% trọng lượng, hoặc 35% trọng lượng, hoặc 40% trọng lượng, hoặc 45% trọng lượng đến 55% trọng lượng, hoặc 60% trọng lượng, hoặc 65% trọng lượng, hoặc 70% trọng lượng, hoặc 75% trọng lượng, hoặc 80% trọng lượng, hoặc 85% trọng lượng, hoặc 90% trọng lượng, hoặc 95% trọng lượng, hoặc 99% trọng lượng của tổng trọng lượng của copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản. Ngược lại, các đoạn mạch cứng có thể có mặt với lượng nằm trong các khoảng tương tự. Tỷ lệ phần trăm trọng lượng của đoạn mạch mềm và tỷ lệ phần trăm trọng lượng của đoạn mạch cứng có thể được tính toán dựa trên dữ liệu thu được từ phương pháp DSC hoặc NMR. Các phương pháp và phép tính này được bộc lộ trong, ví dụ, Bằng độc quyền sáng chế Mỹ số US 7.608.668, phần mô tả của tài liệu này được kết hợp vào đây để tham khảo toàn bộ nội dung của nó. Cụ thể, tỷ lệ phần trăm trọng lượng của đoạn mạch cứng và mềm và hàm lượng monome có thể được xác định như được mô tả từ cột 57 đến cột 63 của Bằng độc quyền sáng chế Mỹ số US 7.608.668.

Copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản chứa hai hoặc nhiều vùng hoặc đoạn khác biệt về mặt hóa học (được gọi là “khối”) được nối (hoặc được liên kết cộng hóa trị) theo kiểu mạch thẳng, nghĩa là nó chứa các đơn vị khác biệt về mặt hóa học được nối giữa hai đầu đối với nhóm chức etylen được polyme hóa, chứ không phải theo kiểu nhô ra hoặc kiểu ghép. Theo một phương án, các khối khác nhau về lượng hoặc loại comonome được kết hợp, tỷ trọng, lượng kết tinh, kích thước của mầm kết tinh liên quan đến polyme của chế phẩm này, kiểu hoặc mức độ sắp xếp (dạng isotactic hoặc syndiotactic), tính đồng đều vùng hoặc tính không đồng đều vùng, lượng phân nhánh, bao gồm cả sự phân nhánh mạch dài hoặc siêu phân nhánh), tính đồng nhất, hoặc tính chất hóa học hoặc tính chất lý học khác bất kỳ. So với các interpolyme khối của giải pháp kỹ thuật đã biết, bao gồm cả các interpolyme được tạo ra bằng cách bổ sung monome lần lượt, các chất xúc tác chảy lỏng, hoặc các kỹ thuật polyme hóa anion, copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản này được đặc trưng bởi sự phân bố độ nhất của cả tính đa phân tán polyme (PDI hoặc M_w/M_n hoặc MWD), sự phân bố theo chiều dài khối

đa phân tán, và/hoặc sự phân bố số khối đa phân tán, do theo một phương án, tác dụng của (các) chất chuyển mạch kết hợp với nhiều chất xúc tác được sử dụng trong quá trình điều chế của chúng.

Theo một phương án, copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản được tạo ra trong quy trình liên tục và có chỉ số tính đa phân tán (M_w/M_n) nằm trong khoảng từ 1,7 đến 3,5, hoặc từ 1,8 đến 3, hoặc từ 1,8 đến 2,5, hoặc từ 1,8 đến 2,2. Khi được tạo ra trong quy trình gián đoạn hoặc nửa gián đoạn, copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản có giá trị M_w/M_n nằm trong khoảng từ 1,0 đến 3,5, hoặc từ 1,3 đến 3, hoặc từ 1,4 đến 2,5, hoặc từ 1,4 đến 2.

Ngoài ra, copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản có PDI (hoặc M_w/M_n) khớp với sự phân bố Schultz-Flory chứ không phải sự phân bố Poisson. Copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản này có cả sự phân bố khối đa phân tán cũng như sự phân bố đa phân tán của kích thước khối. Điều này dẫn đến việc tạo ra các sản phẩm polyme có các tính chất lý học được cải thiện và có thể phân biệt. Các lợi ích theo lý thuyết của sự phân bố khối đa phân tán đã được lập mô hình trước đây và được bàn luận trong tài liệu: Potemkin, Physical Review E (1998) 57 (6), trang 6902–6912, và Dobrynin, J. Chem. Phys. (1997) 107 (21), trang 9234–9238.

Theo một phương án, copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản theo sáng chế có sự phân bố chiều dài khối có khả năng xảy ra nhất.

Các ví dụ không làm giới hạn về copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản thích hợp được bộc lộ trong Bằng độc quyền sáng chế Mỹ số US 7.608.668, toàn bộ nội dung của tài liệu này được kết hợp ở đây để tham khảo.

Theo một phương án, copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản có các đoạn mạch cứng và đoạn mạch mềm, không chứa styren, chỉ gồm (i) etylen và (ii) C_4 – C_8 α -olefin (và các chất phụ gia tùy ý), và được xác định là có giá trị M_w/M_n nằm trong khoảng từ 1,7 đến 3,5, ít nhất một điểm nóng chảy T_m tính theo $^{\circ}C$, và tỷ trọng d tính theo g/cm^3 , trong đó các giá trị bằng số của T_m và d tương ứng với hệ thức:

$T_m > -2002,9 + 4538,5(d) - 2422,2(d)^2$, trong đó tỷ trọng d nằm trong khoảng từ 0,850 g/cc, hoặc 0,860 g/cc, hoặc 0,870 g/cc đến 0,875 g/cc, hoặc 0,877 g/cc,

hoặc 0,880 g/cc, hoặc 0,890 g/cc; và điểm nóng chảy T_m nằm trong khoảng từ 110°C, hoặc 115°C, hoặc 120°C đến 122°C, hoặc 125°C, hoặc 130°C, hoặc 135°C.

Theo một phương án, copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,850 g/cc, hoặc 0,860 g/cc, hoặc 0,865 g/cc, hoặc 0,870 g/cc đến 0,877 g/cc, hoặc 0,880 g/cc, hoặc 0,900 g/cc. Theo phương án khác, copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,850 g/cc đến 0,900 g/cc, hoặc từ 0,865 g/cc đến 0,900 g/cc, hoặc từ 0,865 g/cc đến 0,890 g/cc.

Theo một phương án, copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản có điểm nóng chảy T_m nằm trong khoảng từ 110°C, hoặc 115°C, hoặc từ 120°C đến 122°C, hoặc 125°C, hoặc 130°C, hoặc 135°C. Theo phương án khác, copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản có điểm nóng chảy T_m nằm trong khoảng từ 110°C đến 135°C, hoặc từ 115°C đến 130°C, hoặc từ 120°C đến 130°C.

Theo một phương án, copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản có chỉ số nóng chảy (I2) nằm trong khoảng từ 0,1 g/10 phút, hoặc 0,5 g/10 phút đến 1,0 g/10 phút, hoặc 2,0 g/10 phút, hoặc 5 g/10 phút, hoặc 10 g/10 phút, hoặc 50 g/10 phút. Theo phương án khác, copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản có chỉ số nóng chảy (I2) nằm trong khoảng từ 0,1 g/10 phút đến 50 g/10 phút, hoặc từ 0,5 g/10 phút đến 10 g/10 phút, hoặc từ 0,5 g/10 phút đến 5 g/10 phút.

Theo một phương án, copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản là copolyme nhiều khối etylen/1-octen cơ bản (chỉ gồm comonome etylen và octen) và có một, một số, hoặc tất cả các tính chất sau: (i) M_w/M_n nằm trong khoảng từ 1,7, hoặc 1,8 đến 2,2, hoặc 2,5, hoặc 3,5; và/hoặc (ii) tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,850 g/cc, hoặc 0,860 g/cc, hoặc 0,865 g/cc, hoặc 0,870 g/cc đến 0,877 g/cc, hoặc 0,880 g/cc, hoặc 0,900 g/cc; và/hoặc (iii) điểm nóng chảy T_m nằm trong khoảng từ 115°C, hoặc 118°C, hoặc 119°C, hoặc 120°C đến 121°C, hoặc 122°C, hoặc 125°C; và/hoặc (iv) chỉ số nóng chảy (I2) nằm trong khoảng từ 0,1 g/10 phút, hoặc 0,5 g/10 phút đến 1,0 g/10 phút, hoặc 2,0 g/10 phút, hoặc 5 g/10 phút, hoặc 10 g/10 phút, hoặc 50 g/10 phút; và/hoặc (v) đoạn mạch mềm với lượng nằm trong khoảng từ 50 đến 85% trọng lượng và đoạn mạch cứng với lượng nằm trong

khoảng từ 50 đến 15% trọng lượng, hoặc từ 40 đến 15% trọng lượng; và/hoặc (vi) C_4 – C_{12} α -olefin trong đoạn mạch mềm với lượng nằm trong khoảng từ 10% mol, hoặc 13% mol, hoặc 14% mol, hoặc 15% mol đến 16% mol, hoặc 17% mol, hoặc 18% mol, hoặc 19% mol, hoặc 20% mol; và/hoặc (vii) octen trong đoạn mạch cứng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5% mol, hoặc 1,0% mol, hoặc 2,0% mol, hoặc 3,0% mol đến 4,0% mol, hoặc 5% mol, hoặc 6% mol, hoặc 7% mol, hoặc 9% mol; và/hoặc (viii) mức độ phục hồi đàn hồi (Re) nằm trong khoảng từ 50%, hoặc 60% đến 70%, hoặc 80%, hoặc 90%, với tỷ lệ biến dạng 300% phút⁻¹ ở nhiệt độ 21°C khi được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D1708; và/hoặc (ix) sự phân bố khối đa phân tán và sự phân bố kích thước khối đa phân tán; và/hoặc (x) độ cứng Shore A từ 50, hoặc 60, hoặc 65, hoặc 70, hoặc 75 đến 80, hoặc 85, hoặc 90. Theo một phương án khác, copolyme nhiều khối etylen/1-octen cơ bản có tất cả các tính chất từ (i) đến (x) trên đây.

Theo một phương án, copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản là copolyme nhiều khối etylen/octen cơ bản. Copolyme nhiều khối etylen/octen cơ bản được bán với tên thương mại là INFUSE™, sản phẩm của the Dow Chemical Company, Midland, Michigan, Mỹ.

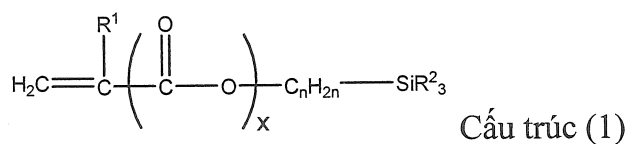
Copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản có thể bao gồm hai hoặc nhiều phương án được bàn luận ở đây.

(b) Monome silan có thể thủy phân

Quy trình theo sáng chế bao gồm bước tạo ra copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin được ghép silan. Nói theo cách khác, silan được ghép vào copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản.

Theo một phương án, silan là monome silan có thể thủy phân. Cụm từ “monome silan có thể thủy phân” là monome chứa silan mà sẽ được ghép với copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản để tạo thành copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin được ghép silan.

Monome silan có thể thủy phân có cấu trúc (1) sau đây:



trong đó R^1 là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl; x bằng 0 hoặc 1; n là số nguyên từ 0, hoặc 1 đến 4, hoặc 6, hoặc 8, hoặc 10, hoặc 12; và mỗi nhóm R^2 độc lập là nhóm hữu cơ có thể thủy phân như nhóm alkoxy có từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon (ví dụ, metoxy, etoxy, butoxy), nhóm aryloxy (ví dụ, phenoxy), nhóm araloxy (ví dụ, benzyloxy), nhóm axyloxy béo có từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon (ví dụ, formyloxy, axetyloxy, propanoyloxy), nhóm amino hoặc amino được thế (ví dụ, alkylamino, arylamino), hoặc nhóm alkyl thấp có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon, với điều kiện là có không nhiều hơn một trong số ba nhóm R^2 là alkyl.

Monome silan có thể thủy phân có thể được ghép với copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản bằng cách sử dụng lượng peroxit hữu cơ thích hợp, như 2,5-dimetyl-2,5,-di-(*tert*-butylperoxy)hexan, để tạo thành copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin được ghép silan.

Các ví dụ không làm giới hạn về monome silan có thể thủy phân thích hợp bao gồm các monome silan chứa nhóm hydrocarbyl không no loại etylen, như nhóm vinyl, alyl, isopropenyl, butenyl, xyclohexenyl hoặc gama (met)acryloxy alyl, và nhóm có thể thủy phân, ví dụ như nhóm hydrocarbyloxy, hydrocarbonyloxy, hoặc hydrocarbylamino. Các ví dụ không làm giới hạn về nhóm có thể thủy phân thích hợp bao gồm nhóm metoxy, etoxy, formyloxy, axetoxo, propionyloxy, và alkyl hoặc arylamino. Theo một phương án, monome silan có thể thủy phân là alkoxy silan không no, có thể được ghép vào copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản. Các monome silan có thể thủy phân này và phương pháp điều chế của chúng được mô tả đầy đủ hơn trong Bằng độc quyền sáng chế Mỹ số US 5.266.627, tài liệu này được kết hợp vào đây để tham khảo. Các ví dụ không làm giới hạn về monome silan có thể thủy phân thích hợp bao gồm vinyltrimetoxysilan (VTMS), vinyltriethoxysilan (VTES), vinyltriaxetoxysilan, và gama-(met)acryloxy propyl trimetoxo silan.

Các ví dụ không làm giới hạn về peroxit hữu cơ thích hợp bao gồm bis(*t*-butylperoxy)diisopropylbenzen (BIBP), dialkyl peroxit, và các dạng kết hợp của

chúng. Các ví dụ không làm giới hạn về peroxit dialkyl thích hợp bao gồm dicumyl peroxit; di-t-butyl peroxit; t-butyl cumyl peroxit; 2,5-dimetyl-2,5-di(tert-butylperoxy)-hexan; 2,5-dimetyl-2,5-di(tert-amylperoxy)-hexan; 2,5-dimetyl-2,5-di(tertbutylperoxy)hexyn-3,2,5-dimetyl-2,5-di(tert-amylperoxy)hexyn-3; a,a-di[(tert-butylperoxy)-isopropyl]-benzen; di-t-amyl peroxit (DTAP); 1,3,5-tri-[(tert-butylperoxy)-isopropyl]benzen; 1,3-dimetyl-3-(tert-butylperoxy)butanol; 1,3-dimetyl-3-(tert-amylperoxy) butanol; và các dạng kết hợp của chúng.

Theo một phương án, peroxit là 2,5-dimetyl-2,5-di(tert-butylperoxy)-hexan.

Theo một phương án, monome silan có thể thủy phân là VTMS và copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin là copolyme nhiều khối etylen/octen.

Copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin được ghép silan (Si-g-OBC)

Chế phẩm theo sáng chế bao gồm copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin được ghép silan (Si-g-OBC). "Copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin được ghép silan" là copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin có monome silan có thể thủy phân được liên kết cộng hóa trị với nó. Monome silan có thể thủy phân có thể được liên kết nhóm biên với mạch polyme, hoặc được liên kết trong mạch polyme. Theo một phương án, Si-g-OBC được tạo ra bằng quy trình như quy trình Sioplas, trong đó monome silan có thể thủy phân (như monome vinyl silan) được ghép vào khung chính của interpolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản bằng quy trình như ép đùn, trước khi kết hợp interpolyme vào hạt xộp của sáng chế, như được mô tả, ví dụ, trong các Bằng độc quyền sáng chế Mỹ số US 3.225.018 và 4.574.133, mỗi tài liệu này được kết hợp vào đây để tham khảo.

Theo một phương án, Si-g-OBC chứa silan với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% trọng lượng, hoặc 0,5% trọng lượng, đến 1,0% trọng lượng, hoặc 1,05% trọng lượng, hoặc 1,1% trọng lượng, hoặc 1,2% trọng lượng đến 1,5% trọng lượng, hoặc 2,0% trọng lượng, hoặc 3,0% trọng lượng, hoặc 4,0% trọng lượng, hoặc 5,0% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của Si-g-OBC. Theo phương án khác, Si-g-OBC chứa silan với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% trọng lượng đến 5,0% trọng lượng, hoặc từ 0,5% trọng lượng đến 3,0% trọng lượng, hoặc từ 0,5%

trọng lượng đến 2,0% trọng lượng, hoặc từ 0,5% trọng lượng đến 1,2% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của Si-g-OBC.

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước tạo viên Si-g-OBC. Viên này có thể có đường kính nằm trong khoảng từ 2,0mm, hoặc 2,3mm đến 3,0 mm, hoặc 3,5mm và chiều dài từ 2,0mm, hoặc 2,3mm đến 3,0mm, hoặc 3,5mm. Theo một phương án, Si-g-OBC ở dạng viên, mỗi viên có đường kính nằm trong khoảng từ 2,3mm đến 3,0mm và chiều dài từ 2,3mm đến 3,0mm.

i. Tạo liên kết ngang của các viên gồm Si-g-OBC đến hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%

Quy trình bao gồm bước tạo liên kết ngang của các viên Si-g-OBC đến hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%. Si-g-OBC được tạo liên kết ngang bằng chất tạo liên kết ngang.

"Chất tạo liên kết ngang" là chất có khả năng tạo ra sự liên kết Si-O-Si giữa các mạch polyme của Si-g-OBC, nhờ đó tạo liên kết ngang của polyme. Ví dụ không làm giới hạn của các chất tạo liên kết ngang thích hợp bao gồm nước (ví dụ, hơi nước, dạng lỏng). Quy trình tạo liên kết ngang có thể được hỗ trợ bởi chất xúc tác. Ví dụ không làm giới hạn của chất xúc tác thích hợp để tạo liên kết ngang bao gồm dibutyltin dilaurat trong dung môi.

Theo một phương án, sự tạo liên kết ngang diễn ra trước khi tạo ra hạt xốp.

Theo một phương án, sự tạo liên kết ngang bao gồm sự tạo liên kết ngang có thủy phân của các viên Si-g-OBC bằng cách nhúng các viên Si-g-OBC trong nước. Theo một phương án, các viên Si-g-OBC được nhúng trong nước ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C, hoặc 60°C, hoặc 65°C, hoặc 70°C đến 80°C, hoặc 95°C. Theo phương án khác, các viên Si-g-OBC được nhúng trong nước ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 95°C, hoặc từ 65°C đến 85°C, hoặc từ 70°C đến 80°C. Theo một phương án, các viên Si-g-OBC được nhúng trong nước ở nhiệt độ 70°C. Hàm lượng gel được điều chỉnh bằng cách điều chỉnh thời gian nhúng các viên Si-g-OBC trong nước.

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước nhúng các viên Si-g-OBC trong nước ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 95°C, hoặc từ 60°C đến

90°C, hoặc từ 70°C đến 85°C trong khoảng thời gian từ 1 ngày đến 7 ngày, hoặc từ 2 ngày đến 7 ngày, hoặc từ 3 ngày đến 7 ngày và tạo liên kết ngang của các viên Si-g-OBC đến hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%, hoặc từ 20% đến 75%, hoặc từ 30% đến 70%, hoặc từ 35% đến 65%.

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước tạo liên kết ngang có xúc tác của các viên Si-g-OBC bằng cách ngâm các viên Si-g-OBC với dung dịch dibutyl thiếc để thu được các viên Si-g-OBC đã ngâm (tạo liên kết ngang có xúc tác).

Theo một phương án, các viên Si-g-OBC được ngâm với dung dịch dibutyl thiếc với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% trọng lượng, hoặc 0,2% trọng lượng, hoặc 0,3% trọng lượng, hoặc 0,4% trọng lượng, hoặc 0,5% trọng lượng đến 0,6% trọng lượng, hoặc 0,65% trọng lượng, hoặc 0,7% trọng lượng, hoặc 0,8% trọng lượng, hoặc 0,9% trọng lượng, hoặc 1,0% trọng lượng, so với trọng lượng của các viên Si-g-OBC. Theo phương án khác, các viên Si-g-OBC được ngâm với dung dịch dibutyl thiếc với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% trọng lượng đến 1,0% trọng lượng, hoặc từ 0,3% đến 0,8% trọng lượng, hoặc từ 0,5% trọng lượng đến 0,7% trọng lượng, so với trọng lượng của các viên Si-g-OBC. Theo một phương án, các viên Si-g-OBC đã ngâm được cho tiếp xúc sau đó với không khí trong thời gian từ 5 ngày, hoặc 6 ngày đến 7 ngày, hoặc 8 ngày.

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước ngâm các viên Si-g-OBC trong dung dịch dibutyl thiếc với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% trọng lượng, hoặc 0,2% trọng lượng, hoặc 0,3% trọng lượng, hoặc 0,4% trọng lượng, hoặc 0,5% trọng lượng đến 0,6% trọng lượng, hoặc 0,65% trọng lượng, hoặc 0,7% trọng lượng, hoặc 0,8% trọng lượng, hoặc 0,9% trọng lượng, hoặc 1,0% trọng lượng, so với trọng lượng của các viên Si-g-OBC trong khoảng thời gian từ 1 phút, hoặc 2 phút, hoặc 3 phút đến 4 phút, hoặc 5 phút, sau đó cho các viên đã ngâm này tiếp xúc với không khí trong khoảng thời gian từ 5, hoặc 6 đến 7, hoặc 8 ngày và tạo liên kết ngang của các viên Si-g-OBC đến hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%, hoặc từ 20% đến 75%, hoặc từ 30% đến 70%, hoặc từ 35% đến 65%.

Theo một phương án, Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%. Theo phương án khác, Si-g-OBC đã tạo liên

kết ngang có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 20% đến 75%, hoặc từ 30% đến 70%, hoặc từ 35% đến 65%, hoặc từ 35% đến 70%.

Thu được hàm lượng gel của Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang nằm trong khoảng từ 10% đến 80% trước bước tạo xốp. Theo một phương án, thu được hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80% của Si-g-OBC ở thời điểm từ ít nhất 1 phút, hoặc ít nhất 2 phút, hoặc ít nhất 3 phút, hoặc ít nhất 4 phút, hoặc ít nhất 5 phút trước khi bước tạo xốp được thực hiện.

Theo một phương án, Si-g-OBC chứa

silan với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% trọng lượng, hoặc 0,5% trọng lượng, đến 1,0% trọng lượng, hoặc 1,05% trọng lượng, hoặc 1,1% trọng lượng, hoặc từ 1,2% trọng lượng đến 1,5% trọng lượng, hoặc 2,0% trọng lượng, hoặc 3,0% trọng lượng, hoặc 4,0% trọng lượng, hoặc 5,0% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của Si-g-OBC; và/hoặc

hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%, hoặc từ 20% đến 75%, hoặc từ 30% đến 70%, hoặc từ 35% đến 65%, hoặc từ 35% đến 70%, và Si-g-OBC có một, một số, hoặc tất cả các tính chất sau:

(a) điểm nóng chảy T_m nằm trong khoảng từ 110°C, hoặc 115°C, hoặc 117°C, hoặc 118°C, đến 119°C, hoặc 120°C, hoặc 121°C, hoặc 122°C, hoặc 123°C, hoặc 124°C, hoặc 125°C; và/hoặc

(b) chỉ số nóng chảy (I2) nằm trong khoảng từ 0,05 g/10 phút, hoặc 0,10 g/10 phút, hoặc 0,50 g/10 phút đến 1,0 g/10 phút, hoặc 2,0 g/10 phút, hoặc 2,5 g/10 phút, hoặc 3,0 g/10 phút, hoặc 4,0 g/10 phút, hoặc 5,0 g/10 phút; và/hoặc

(c) nhiệt nóng chảy H_f nằm trong khoảng từ 40 J/g, hoặc 50 J/g, hoặc 60 J/g, đến 64 J/g, hoặc 65 J/g, hoặc 66 J/g, hoặc 67 J/g, hoặc 70 J/g, hoặc 75 J/g, hoặc 80 J/g.

Si-g-OBC có thể bao gồm hai hoặc nhiều phương án được bộc lộ trong bản mô tả này.

Chủ đơn sáng chế đã phát hiện được rằng Si-g-OBC có hàm lượng gel cao hơn 80% không thể được xử lý nóng chảy để tạo ra cấu trúc do Si-g-OBC không thể nóng chảy cùng nhau và nung chảy để tạo thành một cấu trúc đồng nhất.

ii. Tạo xốp các viên Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang để tạo thành hạt xốp Si-g-OBC có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%

Quy trình bao gồm bước tạo xốp Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang bằng chất tạo bọt để tạo ra hạt xốp có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%. Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có thể là Si-g-OBC bất kỳ được bộc lộ trong bản mô tả này.

"Chất tạo bọt" là chất có khả năng tạo ra cấu trúc dạng tổ ong trong chế phẩm bằng quy trình tạo xốp. Ví dụ không làm giới hạn về chất tạo bọt thích hợp là chất tạo bọt vật lý. Các ví dụ không làm giới hạn về chất tạo bọt vật lý thích hợp bao gồm khí trơ như nitơ (N_2), khí cacbon (ví dụ, CO, CO_2 , v.v.), heli, và argon; hydrocacbon như metan, propan, và butan (ví dụ, isobutan), pentan; và các hydrocacbon được halogen hóa như diclodiflometan, diclomonoflometan, monoclodiflometan, triclomonoflometan, monoclopentafloetan, và triclotrifloetan.

Theo một phương án, chất tạo bọt vật lý là cacbon dioxit (CO_2). Ví dụ không làm giới hạn về cacbon dioxit thích hợp là cacbon dioxit siêu tới hạn. Cacbon dioxit siêu tới hạn là trạng thái lỏng của cacbon dioxit được duy trì ở nhiệt độ bằng hoặc cao hơn nhiệt độ tới hạn ($31,10^\circ C$) và áp suất tới hạn (7,39 MPa) của nó.

Theo một phương án, chất tạo bọt là chất tạo bọt vật lý để loại trừ các chất tạo bọt hóa học.

Các ví dụ không làm giới hạn về phương pháp cho các viên Si-g-OBC tiếp xúc với chất tạo bọt để tạo thành hạt xốp bao gồm các bước (a) cho chế phẩm tiếp xúc với chất tạo bọt, và làm giảm áp suất đột ngột (sự giảm áp suất) hoặc tăng nhiệt độ của chế phẩm đã tiếp xúc trong nồi hấp để tạo thành các hạt xốp, và (b) ép đùn xốp cùng với sự tạo viên trong nước.

"Chế phẩm xốp" là chế phẩm polyme có cấu trúc dạng tổ ong. Nói theo cách khác, ở trạng thái tự nhiên của nó và trước khi tiếp xúc với chất tạo bọt, chế phẩm polyme không có cấu trúc dạng tổ ong, và sau khi tiếp xúc với chất tạo bọt và sự giảm áp suất, chế phẩm polyme là chế phẩm xốp có cấu trúc dạng tổ ong. Các lỗ có thể là lỗ hở, lỗ kín, hoặc các dạng kết hợp của chúng. Theo một phương án, các lỗ có kích thước lỗ đồng đều, hoặc gần như đồng đều.

"Hạt xốp" là cấu trúc được tạo xốp chứa Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang, hạt xốp này có đường kính nằm trong khoảng từ 4mm, hoặc 5mm đến 6mm, hoặc 7mm; và chiều dài nằm trong khoảng từ 4mm, hoặc 5mm đến 6mm, hoặc 7mm.

Theo một phương án, chất tạo bọt có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,001 phần trọng lượng, hoặc 0,005 phần trọng lượng, đến 0,05 phần trọng lượng, hoặc 0,10 phần trọng lượng của chế phẩm cần được tạo xốp. Theo phương án khác, chất tạo bọt có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 phần trọng lượng, hoặc 0,5 phần trọng lượng, hoặc 1,0 phần trọng lượng đến 2,0 phần trọng lượng, hoặc 5,0 phần trọng lượng, hoặc 8,0 phần trọng lượng, hoặc 10,0 phần trọng lượng, so với trọng lượng kết hợp của chế phẩm và chất tạo bọt.

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước cho các viên Si-g-OBC có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80% tiếp xúc với chất tạo bọt vật lý ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C, hoặc 110°C, hoặc 115°C, hoặc 120°C đến 125°C, hoặc 130°C, hoặc 135°C.

Theo một phương án, các viên Si-g-OBC được tạo liên kết ngang đến hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80% được cho tiếp xúc với chất tạo bọt vật lý (ví dụ, cacbon dioxit siêu tới hạn) bằng cách ngâm các viên Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang trong chất tạo bọt vật lý.

Theo một phương án, các viên Si-g-OBC được tạo liên kết ngang đến hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80% được cho tiếp xúc với chất tạo bọt vật lý (ví dụ, cacbon dioxit siêu tới hạn) bằng cách tắm các viên này bằng chất tạo bọt trong nồi hấp. Việc tắm diễn ra ở nhiệt độ trong khoảng $\pm 0^\circ\text{C}$ đến $\pm 10^\circ\text{C}$, hoặc $\pm 30^\circ\text{C}$ của điểm nóng chảy của copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin. Theo một phương án khác, việc tắm diễn ra ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 95°C, hoặc 100°C, hoặc 105°C, hoặc 115°C, hoặc 120°C đến 125°C, hoặc 130°C, hoặc 135°C. Theo một phương án, việc tắm diễn ra với chất tạo bọt vật lý ở áp suất nằm trong khoảng từ 5MPa, hoặc 8MPa, hoặc 10MPa, hoặc 11MPa đến 12MPa, hoặc 13MPa, hoặc 15MPa, hoặc 20MPa, hoặc 25MPa, hoặc 30MPa và thời gian bão hòa nằm trong khoảng từ 0,5 giờ, hoặc 1,0 giờ đến 1,5 giờ, hoặc 2,0 giờ, hoặc 3,0 giờ. Sau thời gian bão hòa, nồi hấp được làm giảm nhiệt độ và áp suất đến

25°C và 0,1MPa. Trong quá trình làm giảm, các viên chế phẩm đã tằm giãn nở để tạo thành các hạt xốp chứa Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang.

Theo một phương án, các viên Si-g-OBC được tạo liên kết ngang đến hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80% trước khi bước tạo xốp bắt đầu.

Theo một phương án, hạt xốp gồm Si-g-OBC có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80% có tỷ trọng nhỏ hơn 0,200g/cc. Theo phương án khác, hạt xốp có tỷ trọng xốp nằm trong khoảng từ 0,120g/cc, hoặc 0,125g/cc, đến 0,130g/cc, hoặc 0,135g/cc, hoặc 0,140g/cc, hoặc 0,150g/cc, hoặc 0,180g/cc, hoặc 0,185g/cc, hoặc 0,188g/cc, hoặc 190g/cc, hoặc 0,195g/cc, hoặc 0,199g/cc. Tất cả các đặc điểm khác là như nhau, tỷ trọng xốp thấp hơn thể hiện chế phẩm có khả năng tạo xốp được cải thiện.

Theo một phương án, hạt xốp được tạo ra từ các viên Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%, hoặc từ 20% đến 75%, hoặc từ 30% đến 70%, hoặc từ 35% đến 65%.

Theo một phương án, hạt xốp gồm Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang với hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80% có chỉ số nóng chảy nằm trong khoảng từ 0 g/10 phút, hoặc 0,01 g/10 phút, hoặc 0,20 g/10 phút đến 0,30 g/10 phút, hoặc 0,5 g/10 phút, hoặc 1 g/10 phút, hoặc 1,05 g/10 phút, hoặc 1,10 g/10 phút, hoặc 1,20 g/10 phút, hoặc 1,3 g/10 phút, hoặc 1,4 g/10 phút.

Theo một phương án, hạt xốp có ít nhất một điểm nóng chảy T_m nằm trong khoảng từ 110°C, hoặc 115°C, đến 120°C, hoặc 125°C, hoặc 130°C, hoặc 135°C.

Theo một phương án, hạt xốp gồm Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang với hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80% có nhiệt nóng chảy H_f nằm trong khoảng từ 40 J/g, hoặc 50 J/g, hoặc 60 J/g, đến 64 J/g, hoặc 65 J/g, hoặc 66 J/g, hoặc 67 J/g, hoặc 70 J/g, hoặc 75 J/g, hoặc 80 J/g. Theo phương án khác, hạt xốp có nhiệt nóng chảy H_f nằm trong khoảng từ 40 J/g đến 80 J/g, hoặc từ 50 J/g đến 75 J/g, hoặc từ 55 J/g đến 70 J/g.

Theo một phương án, hạt xốp chứa, chủ yếu gồm, hoặc chỉ gồm, Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang, và tùy ý, chất phụ gia, và Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang này có một, một số, hoặc tất cả các tính chất sau:

(a) hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%, hoặc từ 20% đến

75%, hoặc từ 30% đến 70%, hoặc từ 35% đến 65%; và
hạt xốp này có một, một số, hoặc tất cả các tính chất sau:

- (i) tỷ trọng nhỏ hơn 0,200 g/cc hoặc nằm trong khoảng từ 0,120 g/cc đến 0,140 g/cc, hoặc từ 0,125 g/cc đến 0,135 g/cc; và/hoặc
- (ii) nhiệt độ nóng chảy nằm trong khoảng từ 117°C đến 121,5°C; và/hoặc
- (iii) nhiệt nóng chảy H_f , tính theo J/g, nằm trong khoảng từ 63 đến 65.

Theo một phương án, hạt xốp chứa, chủ yếu gồm, hoặc chỉ gồm, Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang, và tùy ý, chất phụ gia, và hạt xốp này có một, một số, hoặc tất cả các tính chất sau:

- (a) hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%, hoặc từ 20% đến 75%, hoặc từ 30% đến 70%, hoặc từ 35% đến 65%, hoặc từ 35% đến 70%; và
- (i) tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,120g/cc, hoặc 0,125g/cc, đến 0,130g/cc, hoặc 0,135g/cc, hoặc 0,140g/cc, hoặc 0,150g/cc, hoặc 0,180g/cc, hoặc 0,185g/cc, hoặc 0,188g/cc, hoặc 190g/cc, hoặc 0,195g/cc, hoặc 0,199g/cc; và/hoặc
- (ii) nhiệt độ nóng chảy nằm trong khoảng từ 110°C, hoặc 115°C, đến 120°C, hoặc 125°C, hoặc 130°C, hoặc 135°C; và/hoặc
- (iii) nhiệt nóng chảy, H_f tính theo J/g, nằm trong khoảng từ 40 J/g, hoặc 50 J/g, hoặc 60 J/g, đến 64 J/g, hoặc 65 J/g, hoặc 66 J/g, hoặc 67 J/g, hoặc 70 J/g, hoặc 75 J/g, hoặc 80 J/g.

Sáng chế cũng đề xuất hạt xốp được tạo ra từ quy trình theo sáng chế. Hạt xốp này có thể là hạt xốp bất kỳ được bộc lộ trong bản mô tả này. Theo một phương án, hạt xốp gồm Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%; và hạt xốp này có tỷ trọng xốp nhỏ hơn 0,200 g/cc.

Bước cho các viên Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang tiếp xúc với chất tạo bọt để tạo thành chế phẩm xốp có thể bao gồm hai hoặc nhiều phương án được bàn luận trong bản mô tả này.

Bước tạo ra các hạt xốp chứa chế phẩm xốp có thể bao gồm hai hoặc nhiều phương án được bàn luận trong bản mô tả này.

Nung kết các hạt xốp Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang để tạo thành vật phẩm xốp nung kết

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước nung kết các hạt xốp Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang và tạo ra vật phẩm xốp nung kết.

Vật phẩm xốp nung kết được tạo ra bằng cách nung kết các hạt xốp Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang. Phương pháp nung kết không làm giới hạn bao gồm phương pháp đúc bằng thùng tạo hơi. Việc đúc bằng thùng tạo hơi diễn ra ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80°C, hoặc 90°C đến 100°C, hoặc 110°C và/hoặc áp suất nằm trong khoảng từ 0,1MPa, hoặc 0,2MPa đến 1,0MPa, hoặc 1,2MPa. Không bị ràng buộc bởi lý thuyết cụ thể, chắc chắn là nhiệt độ nóng chảy cao (từ 110°C đến 125°C) của Si-g-OBC và/hoặc nhiệt độ nóng chảy cao (từ 110°C đến 125°C) của copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin cơ bản cho phép các hạt xốp chịu được nhiệt độ cao của phương pháp đúc bằng thùng tạo hơi mà không bị co ngót (nghĩa là không có sự tăng tỷ trọng xốp). Ngược lại, các hạt xốp được tạo ra từ polyme có điểm nóng chảy thấp hơn, như copolyme etylen vinyl axetat (ví dụ, TAISOX™ 7360M có điểm nóng chảy bằng 80°C, sản phẩm của Formosa Plastics Corporation) và các thể đàn hồi polyolefin (ví dụ, ENGAGE™ 8003 có điểm nóng chảy bằng 77°C, sản phẩm của the Dow Chemical Company), đã được biết là có sự co ngót (nghĩa là sự tăng tỷ trọng xốp) do phương pháp đúc bằng thùng tạo hơi.

Theo một phương án, vật phẩm xốp nung kết được tạo ra các hạt xốp gồm Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%. Theo một phương án, vật phẩm xốp nung kết được tạo ra từ các hạt xốp gồm Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 20% đến 75%, hoặc từ 30% đến 70%, hoặc từ 35% đến 65%.

Theo một phương án, vật phẩm xốp nung kết chứa các hạt xốp gồm Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có tỷ trọng nhỏ hơn 0,250g/cc. Theo phương án khác, vật phẩm xốp nung kết có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,120g/cc, hoặc 0,140g/cc, hoặc 0,150g/cc, hoặc 0,170g/cc, hoặc 0,180g/cc, đến 0,185g/cc, hoặc 190g/cc, hoặc 0,195g/cc, hoặc 0,200g/cc, hoặc 0,210g/cc, hoặc 0,220g/cc, hoặc 0,230g/cc hoặc 0,240g/cc, hoặc 0,245g/cc, hoặc 0,249g/cc.

Theo một phương án, vật phẩm xốp nung kết chứa các hạt xốp gồm Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có tỷ lệ phục hồi động học nằm trong khoảng từ 50%, hoặc 55%, hoặc 60%, hoặc 61% đến 62%, hoặc 70%, hoặc 80%, hoặc 90%, hoặc 100%. Theo phương án khác, vật phẩm xốp nung kết có tỷ lệ phục hồi động học nằm trong khoảng từ 50% đến 100%, hoặc từ 60% đến 100%, hoặc từ 70% đến 100%, hoặc từ 80% đến 100%, hoặc từ 85% đến 95%.

Theo một phương án, vật phẩm xốp nung kết chứa các hạt xốp gồm Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có độ cứng, được xác định theo độ cứng Asker C, nằm trong khoảng từ 35,0, hoặc 36,0, hoặc 39,0, đến 40,0, hoặc 40,5, hoặc 41,0, hoặc 42,0, hoặc 43,0, hoặc 45,0, hoặc 49,0, hoặc 50,0, hoặc 51,0, hoặc 55,0. Theo phương án khác, vật phẩm xốp nung kết có độ cứng, được xác định theo độ cứng Asker C, nằm trong khoảng từ 35,0 đến 55,0, hoặc từ 39,0 đến 51,0, hoặc từ 40,0 đến 41,0.

Theo một phương án, vật phẩm xốp nung kết chứa các hạt xốp gồm Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang và hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80% có một, một số, hoặc tất cả các tính chất sau:

- (i) độ cứng nằm trong khoảng từ 40,0 đến 41,0 được xác định theo độ cứng Asker C; và/hoặc
- (ii) tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,190 g/cc đến 0,210 g/cc; và/hoặc
- (iii) tỷ lệ phục hồi động học, được xác định ở thời điểm 1 phút, nằm trong khoảng từ 87,0% đến 100%.

Theo một phương án, vật phẩm nung kết chứa, chủ yếu gồm, hoặc chỉ gồm, các hạt xốp Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang, và tùy ý, chất phụ gia, và các hạt xốp Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có một, một số, hoặc tất cả các tính chất sau:

- (a) hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80%, hoặc từ 20% đến 75%, hoặc từ 30% đến 70%, hoặc từ 35% đến 65%, hoặc từ 35% đến 70%;
- và

vật phẩm xốp nung kết chứa các hạt xốp Si-g-OBC có một hoặc nhiều tính chất sau:

- (i) độ cứng, được xác định theo độ cứng Asker C, nằm trong khoảng từ 35,0, hoặc 36,0, hoặc 39,0, đến 40,0, hoặc 40,5, hoặc 41,0, hoặc 42,0, hoặc 43,0,

hoặc 45,0, hoặc 49,0, hoặc 50,0, hoặc 51,0, hoặc 55,0; và/hoặc

(ii) tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,120g/cc, hoặc 0,140g/cc, hoặc 0,150g/cc, hoặc 0,170g/cc, hoặc 0,180g/cc đến 0,185g/cc, hoặc 190g/cc, hoặc 0,195g/cc, hoặc 0,200g/cc, hoặc 0,210g/cc, hoặc 0,220g/cc, hoặc 0,230g/cc hoặc 0,240g/cc, hoặc 0,245g/cc, hoặc 0,249g/cc; và/hoặc

(iii) tỷ lệ phục hồi động học nằm trong khoảng từ 50%, hoặc 55%, hoặc 60%, hoặc 61% đến 62%, hoặc 70%, hoặc 80%, hoặc 90%, hoặc 100%.

Theo một phương án, vật phẩm xốp nung kết được tạo ra từ các hạt xốp gồm Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 35% đến 65%, và vật phẩm xốp nung kết có tỷ lệ phục hồi động học nằm trong khoảng từ 92% đến 98%.

Theo một phương án, vật phẩm xốp nung kết được tạo ra từ các hạt xốp gồm Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 45% đến 55% và vật phẩm xốp nung kết có tỷ lệ phục hồi động học nằm trong khoảng từ 94% đến 96%.

Các ví dụ không làm giới hạn về vật phẩm thích hợp được tạo ra từ vật phẩm xốp nung kết theo sáng chế bao gồm giày dép (ví dụ, đế giữa của giày dép), bao bì, đồ thể thao, vật liệu xây dựng, và vật liệu cách ly.

Bước tạo ra vật phẩm nung kết từ các hạt xốp có thể bao gồm hai hoặc nhiều phương án được bàn luận trong bản mô tả này.

Quy trình theo sáng chế có thể bao gồm hai hoặc nhiều phương án được bàn luận trong bản mô tả này.

Bằng cách ví dụ và không làm giới hạn, một số phương án của sáng chế sẽ được mô tả chi tiết trong các ví dụ sau đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

1. Vật liệu

Các vật liệu được sử dụng trong các ví dụ được thể hiện trong Bảng 1 dưới đây.

Bảng 1

Vật liệu/Mô tả	Các tính chất	Nguồn
INFUSE™ D9130.05: copolyme nhiều khối etylen/octen	Tỷ trọng = 0,886 g/cc, I2= 1,5 g/10 phút, Shore A = 80	Dow Inc.
Luperox 101 (2,5 dimetyl 2,5-di-t-butylperoxy Hexan), 90%	Tỷ trọng = 0,877 g/cc.	Arkema
XIAMETER OFS-6300 (vinyltrimetoxysilan (VTMS))	Tỷ trọng = 0,97 g/cc.	Dow Corning
DBTDL (dibutyl thiếc dilaurat)	Tỷ trọng = 1,066 g/cc.	Sinopharm Chemical Reagent Co., Ltd
n-Octyltriethoxysilan	Tỷ trọng = 0,875 g/cc.	Sinopharm Chemical Reagent Co., Ltd
AC6000HG (Azodicarbonamit)	Điểm nóng chảy = 225°C.	Hangzhou Hi-tech Fine Chemical Co., Ltd
TiO ₂ (Ti-Pure R-103)	Tỷ trọng = 4,23 g/cc, Điểm nóng chảy = 1,843°C.	The Chemours Company
Bột talc (loại SK6500P)		Haicheng talk minerals Co. Ltd
Kẽm stearat (ZnO và axit stearic)		Sinopharm Chemical Reagent Co., Ltd
Perkadox 14S-FL (peroxit)	Di(tert-butylperoxyisopropyl) benzen	AkzoNobel

2. Copolyme nhiều khối etylen/a được ghép silan (Si-g-OBC)

Việc tạo liên kết ngang của các viên gồm Si-g-OBC yêu cầu trước tiên là tạo ra Si-g-OBC. Quy trình tạo ra INFUSE™ D9130.05 được ghép silan (Si-g-OBC) được thực hiện trên thiết bị ép đùn hai trục vít có đường kính 40mm, 48 L/D 12-thùng ZSK-40 Coperion. Dây chuyền được trang bị motor 135 kW và có tốc độ tối đa 1200 vòng/phút (RPM). Các viên INFUSE D9130.05 được nạp vào thiết bị ép đùn hai trục vít bằng bộ phận nạp liệu theo sự hao hụt trọng lượng. Để ngăn ngừa sự oxy hóa polyme, nitơ được nạp ở thùng thứ hai trong quá trình trộn lẫn để đẩy oxy ra khỏi hệ thống. Nhiệt độ xả vật liệu nóng chảy được xác định

bằng cách sử dụng cặp nhiệt độ cầm tay được bố trí ngay trong dòng vật liệu nóng chảy (nhiệt độ cụm thùng, từ phễu đến khuôn, là 23/60/60/60/190/230/230/230/230/190/190/180°C). Hỗn hợp của silan (XIAMETER OFS-6300) và peroxit (LUPEROX 101) được tạo ra và được phun bằng bơm chất lỏng vào thiết bị ép đùn ở thùng 6.

Để làm giảm đến mức tối thiểu nồng độ của các thành phần dễ bay hơi và silan còn lại trong vật liệu nóng chảy, hệ thống chân không được sử dụng để loại bỏ các thành phần dễ bay hơi còn lại ra khỏi vật liệu nóng chảy ở thùng 11 trong quy trình. Môi trường chân không ở áp suất nằm trong khoảng từ 0,065 đến 0,070 MPa được sử dụng.

Thiết bị tạo viên dưới nước với khuôn có 16 lỗ được sử dụng để tạo ra các viên Si-g-OBC. 12 trong số 16 lỗ được bít lại để ngăn sự tạo ra “các chuỗi” viên trong quá trình tạo viên. Ống nổi tạo viên có 6 cánh được sử dụng.

Si-g-OBC thu được có tỷ lệ silan được ghép khác nhau (từ 0,56 đến 1,08%), so với tổng trọng lượng của copolyme nhiều khối etylen/octen được ghép silan, sau đây được gọi là Si-g-OBC. Tỷ lệ ghép silan được xác định bằng cách sử dụng phổ hồng ngoại chuyển dạng Fourier (Fourier transform infrared spectroscopy: FTIR) theo tài liệu của Chuanmei Jiao và các đồng tác giả, Silane Grafting and Crosslinking of Ethylene-Octene Copolymer, 41 European Polymer J. 1204 (2005), toàn bộ nội dung của tài liệu này được kết hợp vào đây để tham khảo. Chỉ số nóng chảy của Si-g-OBC thu được được xác định. Bảng 2 liệt kê tỷ lệ ghép silan và chỉ số nóng chảy của Si-g-OBC thu được.

Bảng 2. Tỷ lệ ghép silan và chỉ số nóng chảy của INFUSE D9130.05 được ghép silan

Mô tả	Tỷ lệ ghép silan (%)*	Chỉ số nóng chảy (g/10 phút)	Đối với ví dụ
Infuse D9130.05 (không được ghép)	0	1,5	CS1
Si-g-OBC	0,56	1,10	IE7
Si-g-OBC	0,68	0,23	IE6

Si-g-OBC	1,08	0,26	CS2, CS3 và CS4
----------	------	------	-----------------

CS: mẫu so sánh. IE: ví dụ theo sáng chế. *tỷ lệ ghép silan là lượng silan so với tổng trọng lượng của copolyme nhiều khối etylen/octen được ghép silan (được ghi lại theo tỷ lệ %).

3. Tạo liên kết ngang của các viên Si-g-OBC

Việc nhúng các viên Si-g-OBC được tiến hành bằng hai quy trình, (I) và (II).

Quy trình (I). Các viên gồm Si-g-OBC được nhúng vào nước ở nhiệt độ 70°C trong thời gian từ 1 ngày đến 7 ngày để tạo liên kết ngang có thủy phân. Hàm lượng gel được điều chỉnh bằng cách điều chỉnh thời gian nhúng. Sự tạo liên kết ngang khi nhúng được ngừng lại sau khi đạt đến hàm lượng gel mong muốn.

Quy trình (II). Các viên gồm Si-g-OBC được ngâm với dung dịch chất xúc tác chứa DBTDL trong dung môi n-octyltriethoxysilan (DBTDL/n-octyltriethoxysilan theo tỷ lệ 3/10) ở nhiệt độ trong phòng. Cho dung dịch chất xúc tác này với lượng 0,65% trọng lượng (tính theo trọng lượng của các viên) vào chai nhựa flo có thể bịt kín, sau đó cho thêm các viên Si-g-OBC đã cân. Để đảm bảo sự phân bố đồng nhất và ngâm hoàn toàn các chất phụ gia vào viên Si-g-OBC, trước tiên, chai được xử lý trong trống quay trong 1 phút và sau đó được đặt lên trục lăn dẫn (Model số 88881004, Thermo Scientific) để làm đồng nhất thêm. Sau khi ngâm, các viên đã ngâm được cho tiếp xúc với không khí để tạo liên kết ngang trong môi trường ẩm trong 7 ngày.

Bảng 3 thể hiện các tính chất của viên polyme được sử dụng để tạo ra xốp hạt của các mẫu so sánh (CS) và các ví dụ của sáng chế (IE) khác nhau. Đối với các viên Si-g-OBC, Bảng 3 xác định phương pháp, quy trình (I) hoặc quy trình (II) mà trong đó thu được sự tạo liên kết ngang. Hàm lượng gel của các viên được thể hiện trong Bảng 3. Hàm lượng gel 1,3% của mẫu CS3 là lượng vi lượng và được cho là khoảng dải sai số. Hàm lượng gel 1,3% này không được cho là hàm lượng gel đã tạo liên kết ngang. Hàm lượng gel vi lượng trong kết quả của mẫu CS3 sau khi ghép silan, vi lượng là khi lượng rất nhỏ silan phản ứng với phân tử silan khác khi không có mặt chất xúc tác và ở nhiệt độ thấp. Các kết quả DSC cho thấy rằng nhiệt nóng chảy giảm một chút sau khi tạo liên kết ngang. Đối với viên

CS4, đạt được mức độ tạo liên kết ngang tương đối cao, do đó, T_m và nhiệt nóng chảy bị giảm nhiều hơn đáng kể.

Bảng 3. Thông tin về các viên được sử dụng để tạo ra xốp hạt của CS và IE khác nhau

	Mô tả	Tỷ lệ ghép silan (%)	Hàm lượng gel (%)	T_m , °C	Nhiệt nóng chảy, J/g
Viên CS1	OBC (không được ghép) Không tạo liên kết ngang	0	0	121,1	66,5
Viên CS2	Si-g-OBC Không tạo liên kết ngang	1,08	1,3	121,0	64,8
Viên CS3	Si-g-OBC Không tạo liên kết ngang	1,08	1,3	121,0	64,8
Viên CS4	Si-g-OBC Quy trình (II) XL bằng dung dịch chất xúc tác	1,08	95,5	118,0	64,7
Viên IE6	Si-g-OBC Quy trình (I) XL bằng nước nóng	0,68	38,6	121,0	66,1
Viên IE7	Si-g-OBC Quy trình (II) XL bằng dung dịch chất xúc tác	0,56	69,6	121,0	64,2

Thu được đặc tính nóng chảy của các viên bằng đường cong nhiệt thứ nhất theo DSC.

4. Tạo ra các hạt xốp Si-g-OBC bằng cách tạo xốp theo mẻ bằng nồi hấp

Các viên của mẫu CS1-4 và IE-6-7 được nạp vào nồi hấp được trang bị bộ phận gia nhiệt và van phun khí. Nồi hấp được gia nhiệt đến nhiệt độ nóng chảy của polyme. Đồng thời, chất tạo bọt (CO_2 ở áp suất cao trong trường hợp này) được phun vào nồi hấp để làm bão hòa (trong thời gian 0,5~2 giờ). Áp suất nồi hấp sẽ thay đổi phụ thuộc vào loại polyme. Áp suất điển hình nằm trong khoảng từ 50 đến 200 ba (từ 5000 đến 20000 kPa). Sau khi polyme được bão hòa bằng CO_2 , sự giảm áp suất nhanh diễn ra và các hạt xốp được tạo ra. Các hạt xốp tạo

thành được xử lý ở nhiệt độ trong phòng trong vài ngày để cho phép trao đổi khí giữa bên trong và bên ngoài hạt xốp. Các tính chất của hạt xốp Si-g-OBC được thể hiện trong Bảng 4 dưới đây.

Bảng 4. Nhiệt độ tạo xốp và các tính chất của hạt xốp Si-g-OBC

	Nhiệt độ tạo xốp, °C	Tỷ trọng của hạt (g/cc)	T _m , °C	Nhiệt nóng chảy, J/g	Hàm lượng gel, %
Hạt CS1	100	0,188	121,0	67,2	0
Hạt CS2	99	0,140	120,1	66,6	1,4
Hạt CS3	99	0,140	120,1	66,6	1,4
Hạt CS4	117	0,130	116,3	55,4	95,5
Hạt IE6	104	0,130	120,4	64,9	44,5
Hạt IE7	108	0,125	120,8	63,9	69,6

Bảng 4 thể hiện các tính chất của hạt xốp gồm Si-g-OBC. Nhiệt độ tạo xốp có liên quan đến nhiệt độ T_m của polyme và cũng có liên quan đến trọng lượng phân tử của polyme. Nếu nhiệt độ quá thấp, độ nhớt của polyme sẽ quá cao và do đó tỷ lệ giãn nở sẽ quá thấp hoặc thậm chí hoàn toàn không giãn nở. Nếu nhiệt độ quá cao, các viên bị dính vào nhau do sự nóng chảy pha tinh thể của polyme và do đó không tạo thành các hạt chảy tự do. Vấn đề khác liên quan đến việc thực hiện bước tạo xốp ở nhiệt độ quá cao, đó là độ nhớt của polyme sẽ quá thấp để duy trì cấu trúc dạng tổ ong và sẽ quan sát được sự co ngót của xốp hoặc sự xẹp các lỗ. Như có thể quan sát được từ Bảng 4, để đạt được tỷ trọng hạt tương tự, nhiệt độ tạo xốp của các viên có hàm lượng gel cao cần phải tương đối cao (được thể hiện trong Bảng 4). Điều này có thể được giải thích bởi độ nhớt cao hơn do sự tạo liên kết ngang một phần gây ra. Đối với viên chỉ gồm copolyme nhiều khối etylen/octen (và không ghép silan), khó đạt được tỷ trọng của hạt thấp hơn 0,18 g/cc. Trong trường hợp này, sự ghép silan (chỉ số nóng chảy giảm do sự liên kết mạch, như được thể hiện trong Bảng 2) và sự tạo liên kết ngang cải thiện khả năng tạo xốp của các viên.

Đặc tính nóng chảy của hạt xốp gồm Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang và Si-g-OBC không được tạo liên kết ngang cũng được tóm tắt trong Bảng 4. Các kết

quả DSC cho thấy rằng sau khi tạo liên kết ngang, nhiệt nóng chảy giảm đi. Mỗi hạt xốp của mẫu CS1-CS4 và IE6-IE7 đều có kích thước lỗ đồng đều nhỏ hơn 100 micron.

5. Đặc tính nung kết

Đã bắt ngờ phát hiện được rằng đặc tính nung kết của các hạt được cải thiện khi tăng hàm lượng gel của các hạt xốp, như được thể hiện trên Fig.1 và Fig.2. Trên Fig.2, IE7 gần như không có các lỗ rỗng khi quan sát trên mặt cắt ngang của tấm xốp đã nung kết và mặt phân cách giữa các hạt (ba hạt) được nấu chảy tốt hơn nhiều. Không bị ràng buộc bởi lý thuyết cụ thể, chắc chắn là hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80% tạo ra khả năng chống lại sự co ngót tốt hơn, nhờ đó ngăn ngừa sự co ngót của hạt và dẫn đến có ít lỗ rỗng hơn trong tấm đã nung kết. Tuy nhiên, nếu hàm lượng gel cao hơn 80%, các hạt sẽ trở nên không thể nung kết do độ linh động của các chuỗi polyme bị giảm đi quá nhiều. Điều này giải thích tại sao hạt CS4 (hàm lượng gel 95,5%) không thể được nung kết thành tấm.

6. Nung kết các hạt xốp Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang và tạo ra vật phẩm xốp nung kết

Để tạo thành vật phẩm xốp nung kết, các hạt xốp theo Bảng 4 được nung kết bằng cách sử dụng quy trình đúc bằng thùng tạo hơi. Quy trình đúc bằng thùng tạo hơi bắt đầu bằng bước hút chân không các hạt xốp vào khuôn đúc bằng thùng tạo hơi. Sau đó, hơi nước có áp suất cao được phun vào khuôn để gia nhiệt/làm nóng chảy bề mặt của hạt. Đồng thời, khuôn được đóng lại để đạt được sự nung kết giữa các hạt. Áp suất hơi nước phụ thuộc vào loại polyme được sử dụng trong các hạt. Bước cuối cùng của quy trình là quá trình làm nguội bằng nước và quá trình tạo chân không để loại bỏ nước. Toàn bộ thời gian của chu trình nằm trong khoảng từ 2 đến 5 phút.

Các mẫu của vật phẩm xốp nung kết được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp đã mô tả trên đây và các tính chất của chúng được phân tích. Bảng 5 tóm tắt các mẫu được sử dụng trong quá trình tạo ra vật phẩm xốp nung kết được

sử dụng trong các thử nghiệm dưới đây.

Bảng 5. Các hạt xốp dùng để nung kết

	CS1	CS2	CS3	CS 4	IE6	IE7
Tỷ lệ ghép silan (% trọng lượng)	0	1,08	1,08	1,08	0,68	0,56
Tạo liên kết ngang (XL)	Không XL	Không XL (được ghép Si)	Quy trình (II) XL bằng dung dịch chất xúc tác	Quy trình (II) XL bằng dung dịch chất xúc tác	Quy trình (I) XL bằng nước nóng	Quy trình (II) XL bằng dung dịch chất xúc tác
Chất tạo bọt	CO ₂	CO ₂	CO ₂	CO ₂	CO ₂	CO ₂

Bảng 6 liệt kê các tính chất của vật phẩm xốp nung kết gồm Si-g-OBC được tạo ra bằng thùng tạo hơi.

Bảng 6. Đặc tính của các vật phẩm xốp nung kết gồm Si-g-OBC

Tính chất của tấm	CS1	CS2	CS3-1	CS4	IE6	IE7
	Không XL	Không XL (được ghép Si)	Quy trình (II) XL bằng dung dịch chất xúc tác	Quy trình (II) XL bằng dung dịch chất xúc tác	Quy trình (I) XL bằng nước nóng	Quy trình (II) XL bằng dung dịch chất xúc tác
Hàm lượng gel	0	2,3	84,5	Các hạt xốp không thể nung kết được	49,2	69,6
Độ cứng Asker C	42,6	36,4	41,0		40,2	40,0
Tỷ trọng, lớp vỏ	0,240	0,216	0,208		0,205	0,193

Đối với mẫu so sánh CS3-1 trong Bảng 6, hạt xốp của CS3 (theo Bảng 4) được ngâm trong dung dịch dibutyl thiếc để tạo liên kết ngang của hạt xốp CS3 đến hàm lượng gel bằng 84,5%, và tạo ra hạt xốp CS3-1. Hạt xốp CS3-1, có hàm lượng gel 84,5% được nung kết sau đó để tạo thành vật phẩm xốp nung kết CS3-1

trong Bảng 6.

Fig.3 thể hiện kết quả phục hồi động học của các vật phẩm xốp nung kết được thể hiện trong Bảng 6. Ở đây, giá trị của độ biến dạng dư khi nén động học tức thì thu được từ tỷ lệ phục hồi ở thời điểm 1 phút (độ biến dạng dư khi nén động học tức thì = $2 \cdot (1 - \text{tỷ lệ phục hồi @1 phút})$). Trên Fig.3, tỷ lệ phục hồi ở thời điểm phục hồi 1 phút là dấu hiệu chỉ báo đặc tính chính. CS1 (được tạo ra từ OBC không được tạo liên kết ngang, không được nung kết) có độ biến dạng dư khi nén động lực tức thì kém nhất với tỷ lệ phục hồi 82% ở thời điểm 1 phút. Mẫu CS2 được ghép silan nhưng không được tạo liên kết ngang (hàm lượng gel 2,3%) và có tỷ lệ phục hồi 87% ở thời điểm 1 phút. Mẫu CS3 tạo ra tỷ lệ phục hồi 89% ở thời điểm 1 phút. Các tác giả sáng chế đã bất ngờ phát hiện được rằng các mẫu IE6 và IE7, được tạo liên kết ngang đến hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10 đến 80% trước bước tạo xốp, có độ biến dạng dư khi nén động học tức thì tốt nhất, với tỷ lệ phục hồi ở thời điểm 1 phút tương ứng là 93% và 98%. Theo kết quả thời gian phục hồi kéo dài (lâu hơn 1 phút), các mẫu IE6 và IE7 phục hồi gần như 100% trong thời gian ngắn hơn so với các mẫu khác không được tạo liên kết ngang hoặc được tạo liên kết ngang sau quy trình tạo hạt xốp. Điều này cho thấy rằng sự tạo liên kết ngang polyme Si-g-OBC đến hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 80% trước bước tạo xốp, tạo ra các vật phẩm xốp nung kết có đặc tính cao.

Cụ thể, dự định rằng sáng chế không bị giới hạn ở các phương án và phần minh họa được thể hiện ở đây, mà bao gồm các dạng cải biến của các phương án này bao gồm cả các phần của các phương án và dạng kết hợp của các chi tiết của các phương án khác nhau như xuất hiện trong phạm vi của phần yêu cầu bảo hộ sau đây.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình tạo vật phẩm xốp nung kết bao gồm các bước:

(i) tạo liên kết ngang của các viên gồm copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin được ghép silan Si-g-OBC đến hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 30% đến 75% để tạo ra các viên Si-g-OBC đã được tạo liên kết ngang, Si-g-OBC này có chỉ số nóng chảy nằm trong khoảng từ 0,05 g/10phút đến 3,0 g/10phút;

(ii) tạo xốp các viên Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang để tạo ra hạt xốp Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 30% đến 75%;

(iii) nung kết các hạt xốp Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang; và

(iv) tạo ra vật phẩm xốp nung kết có:

độ cứng được xác định theo độ cứng Asker C nằm trong khoảng từ 40,0 đến 41,0;

tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,190 g/cc đến 0,210 g/cc; và

tỷ lệ phục hồi động học, được xác định ở thời điểm 1 phút, nằm trong khoảng từ 87,0% đến 100%.

2. Quy trình theo điểm 1 bao gồm bước nhúng các viên Si-g-OBC trong nước; và tạo liên kết ngang có thủy phân của các viên Si-g-OBC đến hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 30% đến 75%.

3. Quy trình theo điểm 1 bao gồm bước ngâm các viên Si-g-OBC với dung dịch dibutyl thiếc; và

tạo liên kết ngang có xúc tác của các viên Si-g-OBC đến hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 30% đến 75%.

4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3 bao gồm bước tạo liên kết ngang của các viên Si-g-OBC đến hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 30% đến 75% trước khi tạo xốp.

5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó bước tạo xốp bao gồm việc cho các viên Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang tiếp xúc với chất tạo

bột trong điều kiện tạo xốp; và
tạo ra các hạt xốp Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang.

6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3 bao gồm bước tạo ra các hạt xốp Si-g-OBC đã tạo liên kết ngang có:

- (i) tỷ trọng nhỏ hơn 0,200 g/cc;
- (ii) nhiệt độ nóng chảy nằm trong khoảng từ 117°C đến 121,5°C; và
- (iii) nhiệt nóng chảy, ΔH tính theo J/g, nằm trong khoảng từ 63 đến 65.

7. Vật phẩm xốp nung kết chứa:

các hạt xốp gồm copolyme nhiều khối etylen/ α -olefin được ghép silan đã tạo liên kết ngang Si-g-OBC có hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 30% đến 75%, Si-g-OBC này có chỉ số nóng chảy nằm trong khoảng từ 0,05 g/10phút đến 3,0 g/10phút;

độ cứng được xác định theo độ cứng Asker C nằm trong khoảng từ 40,0 đến 41,0;

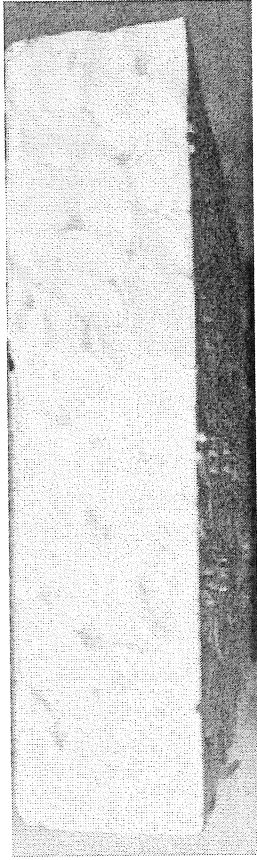
tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,190 g/cc đến 0,210 g/cc; và

tỷ lệ phục hồi động học, được xác định ở thời điểm 1 phút, nằm trong khoảng từ 87,0% đến 100%.

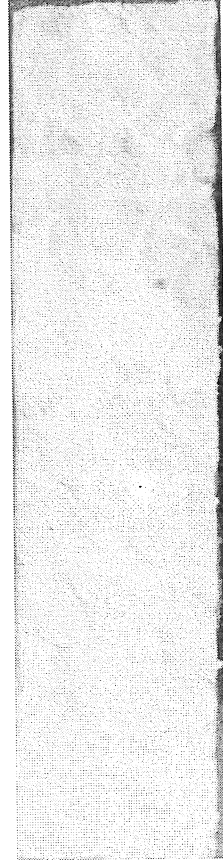
8. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó Si-g-OBC có tỷ lệ ghép silan từ 0,56% tới dưới 1,08%.

9. Vật phẩm xốp nung kết theo điểm 7, trong đó Si-g-OBC có tỷ lệ ghép silan từ 0,56% tới dưới 1,08%.

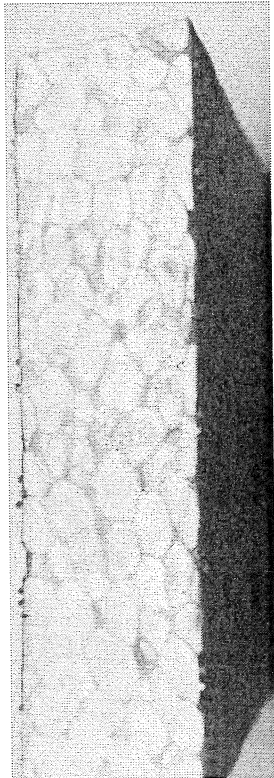
1/3



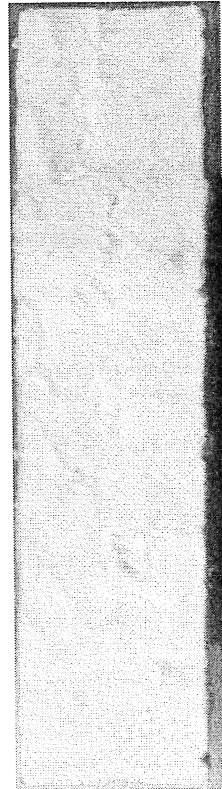
CS2 (không XL (được ghép Si), hàm lượng gel 2,3%)



IE7 (hàm lượng gel 69,6%)



CS1 (không liên kết ngang (XL), hàm lượng gel 0%)



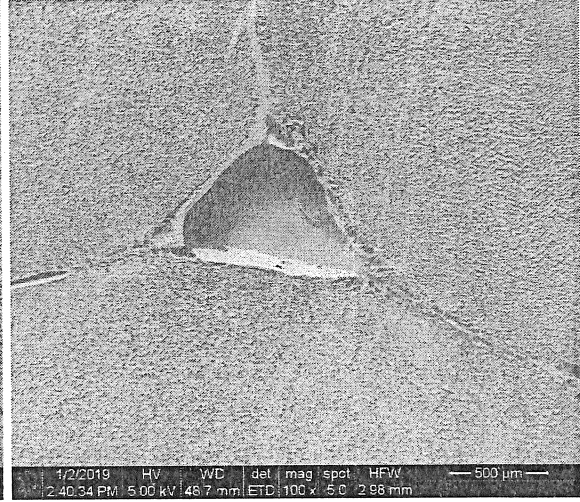
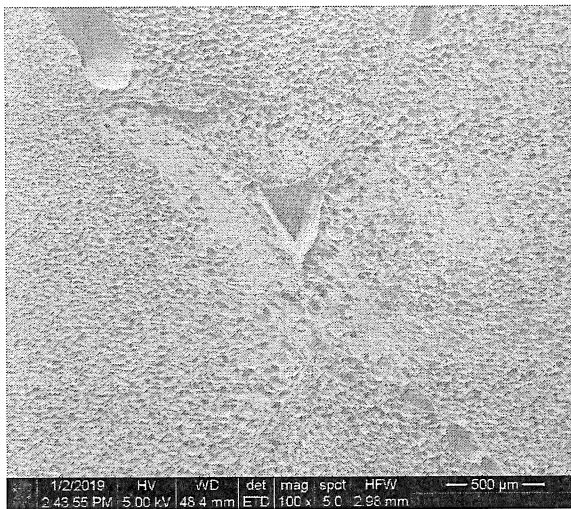
IE6 (hàm lượng gel 49,2%)

Fig.1

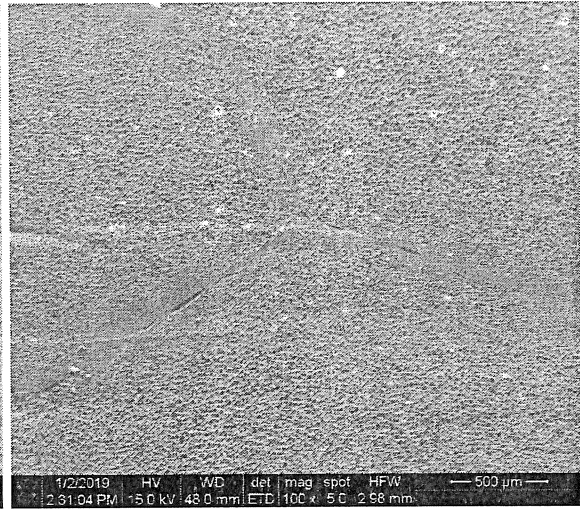
2/3



CE1 (không XL, hàm lượng gel 0%)

CE2 (không XL (được ghép Si),
hàm lượng gel 2,3%)

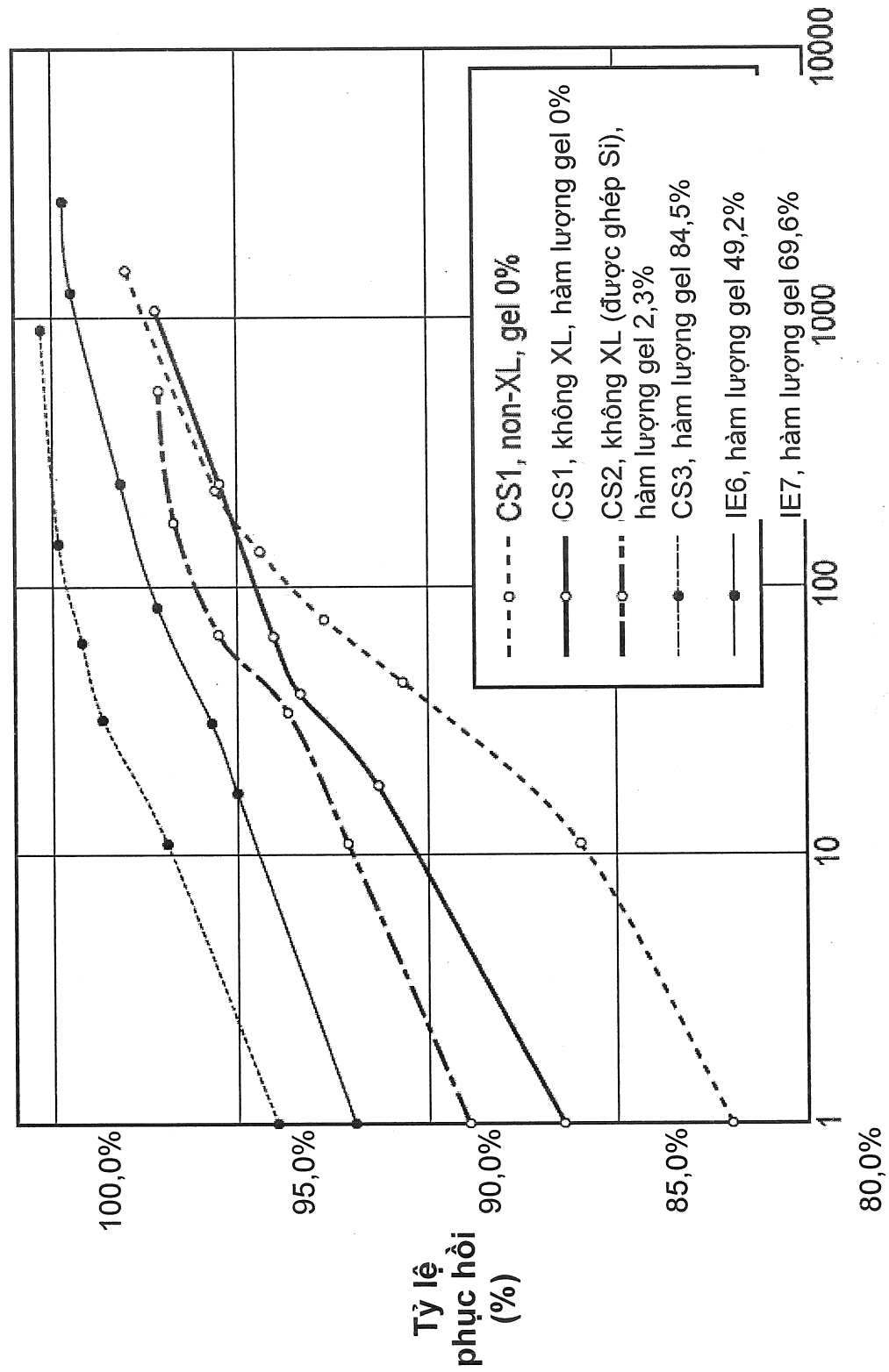
IE6 (hàm lượng gel 49,2%)



IE7 (hàm lượng gel 69,6%)

Fig.2

3/3



Thời gian phục hồi (phút)

Fig.3