



Ausschlusspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

0152 324

Int.Cl.³

3(51) C 01 B 17/12

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

21) AP C.01 B/ 222 947
31) 62447

(22) 29.07.80
(32) 30.07.79

(44) 25.11.81
(33) US

71) STAUFFER CHEMICAL COMPANY WESTPORT;US;
72) YOUNG, RANDALL ALAN;US;
73) STAUFFER CHEMICAL COMPANY, WESTPORT, US
74) INTERNATIONALES PATENTBUERO BERLIN, 1020 BERLIN WALLSTR.23/24

54) VERFAHREN ZUR BEHANDLUNG VON UNLOESLICHEM SCHWEFEL MIT OEL

57) Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Unterbindung der Beschleunigung der Umwandlungsgeschwindigkeit von unloeslichem Schwefel in loeslichen Schwefel durch Oel mit, welchem besagter Schwefel behandelt wurde. Gemaess der vorliegenden Erfindung besteht das Verfahren aus einer Behandlung des Oeles mit Jod bevor dieses Oel mit dem Schwefel vermischt wird. Da das Verfahren der Erfindung eine Beschleunigung der Umwandlungsgeschwindigkeit von unloeslichem Schwefel in loeslichen Schwefel durch die Behandlung von Oel unterbindet, koennen auch in der Vergangenheit nicht einsetzungsfaehige Oele Verwendung finden, wodurch wesentliche wirtschaftliche Vorteile erzielt werden.

222947 - 1 -

VERFAHREN ZUR BEHANDLUNG VON UNLÖSLICHEM SCHWEFEL MIT ÖL

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Behandlung von unlöslichem Schwefel mit Öl. Insbesondere bezieht sich die Erfindung auf ein Verfahren zur Behandlung von unlöslichem Schwefel mit Öl wobei die Stabilität des unlöslichen Schwefels durch die Ölbehandlung nicht nachteilig beeinflusst werden soll. Die vorliegende Erfindung beschreibt auch ein Verfahren zur Unterbindung des entstabilisierenden Effektes eines Öles auf unlöslichem Schwefel.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Gemäss Definition wird als unlöslicher Schwefel ein solcher Schwefel angesehen welcher in Kohlenstoffdisulfid unlöslich ist. Unlöslicher Schwefel liegt im allgemeinen in polymerer Form vor, wobei die Polymerkette bis zu einigen tausend Schwefelatome umfasst. Im Gegensatz hierzu liegt löslicher Schwefel in kristalliner Form vor.

Aus praktischen Gründen enthalten die im Handel erhältlichen unlöslichen Schwefelsorten sowohl löslichen als unlöslichen Schwefel. Im Handel sind unlösliche Schwefelprodukte mit verschiedenen Gehalten an unlöslichem Schwefel anzutreffen.

Am meisten wird unlöslicher Schwefel als Vulkanisierungsmittel in der Gummiindustrie eingesetzt. In der Gummiindustrie wird Schwefel als Vernetzungs(vulkanisierungsmittel) in Gummiverbindungen eingesetzt.

Obschon auch löslicher Schwefel die vernetzenden Eigenschaften für Gummiverbindungen aufweist führt doch die Verwendung von löslichem Schwefel in Gummiverbindungen zu Verfahrensschwierigkeiten welche die Eigenschaften der hergestellten Zusammensetzungen nachteilig beeinflussen. Die häufigsten dieser Probleme sind das sogenannte Ausblühen (Blooming), und Versengung im Behälter (Bin scorch).

Schwefelausblühungen sind eine Kristallisation von Schwefel an der Oberfläche der Gummiartikel. Dies wird durch eine Rückwanderung von Schwefel aus dem Innern der Gummizusammensetzung auf die Oberfläche hervorgerufen. Dieses Phänomen wird dadurch hervorgerufen, dass Schwefel in Gummi bei dem Misch(Knet)temperaturen löslich sind, dass jedoch bei der Abkühlung nach der Mischung die Löslichkeitswerte erniedrigt und so übersättigte Festlösungen erhalten werden. Bei der Abkühlung werden die Löslichkeitsgrenzen vorrangig und Schwefel tritt aus der Festlösung aus. Bei diesem Ausblühen

des Schwefels aus der Lösung wandert der Schwefel an die Oberfläche der Gummiartikel wo er dann kristallisiert.

Dieses Ausblühen ist ein sehr ernsthaftes Problem da hierbei die natürliche Klebrigkeit des Gummis an dem betroffenen Ort verloren geht. Wenn einige Gummischichten miteinander bei der Herstellung von Reifen, Bändern, Schläuchen und ähnlichen verbunden werden verhindert die Schwefelausblühen die natürliche Kohäsion zwischen diesen Schichten und Fehler, wie z.B. Luftblasen, treten auf.

Falls jedoch unlöslicher Schwefel eingesetzt wird, wird ein Schwefelausblühen verhindert. Unlöslicher Schwefel wird gleichmässig durch die Gummizusammensetzung während der Mischung(Knet)stufe verteilt löst sich jedoch nicht in der Gummizusammensetzung. Die Verteilung des unlöslichen Schwefels in der Gummizusammensetzung bleibt konstant, so dass kein Konzentrationsgradient ausgebildet wird und keine Rückwanderung auftritt.

Erst bei der Vulkanisierung geht der unlösliche Schwefel in die lösliche Form und somit in die Lösung über. Da jedoch gleichzeitig eine Vulkanisierung stattfindet wird der in Lösung gegangene Schwefel fasst augenblicklich ein Bestandteil eines hochpolymeren Produktes. Der Schwefel ist nach dieser Vulkanisierungsstufe chemisch gebunden und kann nach Abkühlung der Gummimasse nicht mehr an die Oberfläche zurückwandern.

Ein weiteres ernsthaftes Problem welches durch die Verwendung von löslichem Schwefel in Gummizusammensetzungen auftritt ist jenes der Versengung im Behälter (Bin Scorch). Dieses Problem tritt auf wenn eine nichtvernetzte Gummizusammensetzung nach einer vollständigen Vermischung aufbewahrt wird. Die unvernetzte Gummizusammensetzung ist tem-

peraturempfindlich und eine Aushärtung (i.e. Vernetzung) kann vorzeitig auftreten wenn die Aufbewahrungstemperatur nicht sorgfältig kontrolliert wird. Dies ist bekannt als Versengung im Behälter oder "bin scorch".

Falls unlöslicher Schwefel eingesetzt wird, wird das Risiko einer Versengung so abgeschwächt dass es kein Problem mehr darstellt. Da unlöslicher Schwefel erst bei den Vernetzungs- (vulkanisierungs)temperaturen zur Reaktion freigesetzt wird kann bei niedrigeren Temperaturen keine nennenswerte Reaktion auftreten. Bei diesen niedrigen Temperaturen liegt der unlösliche Schwefel nur als ein mit Gummiumgebene Feststoffsuspension bis zur Vulkanisierung vor.

Da unlöslicher Schwefel somit mit Bezug auf löslichen Schwefel verschiedene technische Vorteile aufweist wurden grosse Anstrengungen unternommen um bevorzugt unlöslichen Schwefel herzustellen. Diese Anstrengungen waren von Erfolg gekrönt und heutzutage sind eine Anzahl Verfahren bekannt mit Hilfe welcher Schwefelprodukte mit ungefähr 90 % oder mehr unlöslichem Schwefel hergestellt werden können.

Unglücklicherweise ist jedoch die unlösliche Form des Schwefels metastabil und neigt, über eine gewisse Zeitspanne, zu einer Umkehr in die lösliche Form. So erleidet, z.B., ein unstabillisiertes Schwefelprodukt mit etwa 90 % unlöslichem Schwefel zu einer Umkehr in ein Produkt mit etwa 70 bis 75 % unlöslichem Schwefel über eine Zeitspanne von 20 Stunden bei einer Aufbewahrungstemperatur von etwa 60°C.

Eine Anzahl Stabilisatoren wurden entwickelt um eine Umkehr des unlöslichen Schwefels in die lösliche Form zu verlangsamen. Diese Stabilisatoren sind im allgemeinen fähig die Umkehrgeschwindigkeit um etwa 80 % herabzusetzen.

Zusätzlich zur Behandlung mit einem Stabilisator um eine

Umkehr zu verlangsamen wird nicht löslicher Schwefel auch im allgemeinen mit einem Öl behandelt um die Neigung des Schwefels, welcher oft in feinpartikularer Form vorliegt, zur Staubausbildung zu kontrollieren und um die Dispersion des Schwefels in organischen Zusammensetzungen mit welchen er vermischt werden soll zu erleichtern. Mit Öl behandelte unlösliche Schwefelprodukte können zwischen 1 bis etwa 30 Gewichtsprozent Öl und etwa 99 bis etwa 70 Gewichtsprozent Schwefel aufweisen. Bei diesen Verhältnissen bleibt das Produkt handtrocken und kann als Trockenpulver verarbeitet und gehandhabt werden.

Unglücklicherweise neigen jedoch einige Öle zu einer Erhöhung der Umkehrgeschwindigkeit von unlöslichem Schwefel trotz Behandlung ^{mit} einem Stabilisators. Der Mechanismus welcher die Erhöhung der Umkehrgeschwindigkeit ^{des} durch die Ölbehandlung stabilisierten unlöslichen Schwefels bedingt ist wird nicht vollständig verstanden. Desweiteren ist es schwierig voraus zu sagen ob ein gegebenes Öl den stabilisierten unlöslichen Schwefel in dieser Art und Weise beeinflussen wird. So mussten in der Praxis Versuche durchgeführt werden bei denen geringe Mengen stabilisierten unlöslichen Schwefels mit Öl behandelt wurden und die Umkehrgeschwindigkeit gemessen wurde.

Zusätzlich zu der Schwierigkeit, dass der Einfluss des Öles auf unlöslichen Schwefel vor dem Einsatz des Öles untersucht werden muss besteht das Problem dass Öl welches die Stabilität unlöslichen Schwefels nicht nachteilig beeinflusst nicht immer leicht im Handel erhältlich ist. Zu einer Zeit da die Verfügbarkeit von Erdölprodukten abnimmt kann man sich vorstellen, dass diese Probleme in einem grösseren Ausmass auftreten werden.

Es war somit wünschenswert ein Verfahren zu entwickeln welches die Neigung der Behandlungsöle zur Beschleunigung der

Umkehrgeschwindigkeit von unlöslichen Schwefel unterbinden würde. Mit Hilfe eines solchen Verfahrens könnte eine grössere Anzahl von Ölen zur Ölbehandlung von unlöslichem Schwefel eingesetzt werden und die Beschaffung von Öl wäre nicht so schwierig da eine grössere Anzahl an möglichen Öllieferungsquellen zur Verfügung stände .

Ziel der Erfindung

Es war somit ein Ziel der vorliegenden Erfindung ein Verfahren zur Unterbindung des beschleunigenden Einflusses eines Behandlungsöles auf die Umkehrgeschwindigkeit von unlöslichem Schwefel, in welchem einiger löslicher Schwefel vorliegt, zu beschreiben.

Durch dieses Verfahren sind die Hersteller von unlöslichem Schwefel nichtmehr auf eine beschränkte Zahl von Behandlungsölen angewiesen wodurch natürlicherweise auch wirtschaftliche Vorteile auftreten.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Gemäss der vorliegenden Erfindung wird die Beschleunigung der Umkehrgeschwindigkeit von unlöslichem Schwefel nach Behandlung mit einem Öl durch Zusatz einer genügenden Menge Iod zu dem Öl unterbunden.

Die vorliegende Erfindung unterscheidet sich dabei wesentlich von dem in der US Patentschrift 2 061 185 beschriebenen Verfahren gemäss welchem Iod mit Schwefel vermischt ist wodurch ein freifliessendes Produkt, selbst noch nach Lagerung in feuchter Atmosphäre, erhalten wird. Auch unterscheidet sich das vorliegende Verfahren wesentlich von dem in der US Patentschrift 2 460 365 beschriebenen Verfahren gemäss welchem Schwefel mit Hallogen stabilisiert wird.

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf die Verhinderung der Beschleunigung der Umkehrgeschwindigkeit von unlöslichem

Schwefel zu löslichem Schwefel durch die Ölbehandlung des Schwefels oder wenigstens auf eine Erniedrigung des Beschleunigungsvorganges. Die vorliegende Erfindung bezieht sich somit nicht auf eine Erhöhung der Stabilität von unlöslichem Schwefel sondern auf eine Erhaltung der Stabilität des unlöslichen Schwefels nach der Ölbehandlung.

Zur Durchführung des Verfahrens der Erfindung wird eine geringe Iodmenge mit dem Öl, welches zur Behandlung des unlöslichen Schwefels eingesetzt wird, vermischt. Die Iodmenge bewegt sich dabei im allgemeinen um etwa 1 bis etwa 200 mg pro Liter Öl, bevorzugt von etwa 5 bis etwa 100 mg pro Liter.

Die eingesetzte Iodmenge hängt dabei von verschiedenen Faktoren ab. Die Hauptbedingung ist natürlich, dass eine genügende Iodmenge eingesetzt wird um eine wirkungsvolle Behandlung des Öles zu erzielen. Die dazu notwendige Iodmenge hängt natürlich von der Ölart ab und die minimal wirkungsvolle Menge für ein gegebenes Öl kann durch Versuche ermittelt werden. Falls zuviel Iod eingesetzt wird kann eine Entfärbung des Öles auftreten wodurch das Öl für verschiedene Anwendungsgebiete keine Verwendung finden kann. Falls, z.B., ein Gummiprodukt farblos sein soll muss darauf geachtet werden, dass die verschiedenen Zusätze welche in das Gummi verarbeitet werden das Endprodukt nicht entfärben. Falls zuviel Iod dem Öl zugesetzt wird könnte eine Entfärbung der Gummizusammensetzung, in welcher der mit Öl behandelte Schwefel eingearbeitet wird, auftreten. Es wird dem Fachmann ein leichtes sein die spezifische Iodmenge in den obigen Bereichen zur Erreichung der gewünschten Wirkung festzusetzen. Das Iod kann mit dem Öl gemäss bekannten Verfahren zum Zusatz und zur Vermischung von geringen Mengen eines Materials in grossen Mengen eines anderen Materials vermischt werden. So kann die erwünschte Iodmenge dem Öl direkt zugesetzt und das Öl genügend durchmischt werden um eine gleichmässige

Verteilung des Iodes in dem Öl zu erzielen. Auch kann das Iod zuerst in einer geringen Menge eines geeigneten Lösungsmittel gelöst und alsdann dem Öl als Lösung zugesetzt werden. Falls Iod dem Öl direkt zugesetzt wird kann der Zusatz und die Vermischung bei Raumtemperatur durchgeführt werden da Iod leicht in dem Öl löslich ist.

Obschon Iod dem Öl, welches in grossen Mengen vorliegt, direkt zugesetzt werden kann ist es jedoch leichter und genauer das Iod in Form einer Lösung in einem geeigneten Lösungsmittel zuzusetzen. Lösungsmittel welche hierbei zum Einsatz kommen können sind, z.B. Chloroform, Benzol oder das Öl selbst. Diese Lösungen können zu einer Konzentration von etwa 1 g Iod pro Liter Lösung bis etwa 100 g Iod pro Liter Lösung, bevorzugt etwa 10 bis etwa 20 g Iod pro Liter Lösung eingestellt werden. Diese Lösungen können dem Öl alsdann volumetrisch zugesetzt werden. Diese Art des Zusatzes ist insbesondere empfehlenswert für ein kontinuierliches Verfahren bei welchem Iodlösung kontinuierlich in einen zu behandelten Ölstrom eingespritzt werden kann. Für einen solchen Zusatz ist es natürlich vorteilhaft einen turbulenten Ölstrom vorzusehen um eine gleichmässige Vermischung des Iodes in dem Öl zu gewährleisten.

Bei der Behandlung des Öles mit dem Iod gemäss dem Verfahren der Erfindung wird die Wirkung des Iodes auf das Öl im wesentlichen augenblicklich nach dem Kontakt des Iodes mit dem Öl erhalten. Deshalb erübrigt sich die Angabe einer Verweilzeit. Die Behandlung ist komplett und das Öl kann ohne weiteres zur Behandlung von Schwefel nach der Ausbildung einer gleichmässigen Lösung des Iodes in dem Öl eingesetzt werden.

Öle welche gemäss dem Verfahren der Erfindung eingesetzt werden können sind jene welche zur Behandlung von Schwefel Verwendung finden können. Diese Öle werden im allgemeinen

als Behandlungsöle oder Gummibehandlungsöle bezeichnet und umfassen helle naphthenische Öle mit Viskositäten von etwa 50 bis ungefähr 250 ssu bei 38°C; bevorzugt etwa 100 ssu.

Es wird darauf hingewiesen, dass nicht alle Behandlungsöle zur Behandlung von Schwefel eine Beschleunigung der Umkehrgeschwindigkeit von unlöslichem Schwefel in löslichen Schwefel bewirken. Einige Öle können ohne Behandlung eingesetzt werden ohne dass dabei die Stabilität des behandelten Schwefels beeinflusst wird. Falls solche Öle eingesetzt werden ist es natürlich nicht notwendig sie gemäss der Erfindung zu behandeln.

Unglücklicherweise gibt es kein bekanntes Verfahren mit welchem ohne Versuche festgestellt werden könnte ob ein gegebenes Öl eine Beschleunigung der Umkehrgeschwindigkeit bewirkt oder nicht. Somit sind Versuche zur Feststellung ob ein Öl behandelt werden muss notwendig.

Nach der Behandlung des Öles mit Iod gemäss der vorliegenden Erfindung kann das Öl gemäss bekannten Verfahren mit dem unlöslichen Schwefel vermischt werden.

Das Vermischen von Schwefel und Öl gemäss der vorliegenden Erfindung unterscheidet sich nicht von der Behandlung des Schwefels mit Öl welches nicht mit Iod behandelt wurde. Die Iodbehandlung des Öles hat keine Auswirkungen auf nachfolgende Stufen mit der Ausnahme dass eine Beschleunigung der Umkehrgeschwindigkeit von unlöslichem Schwefel zu löslichem Schwefel unterbunden wird.

Der mit Öl behandelte Schwefel ist unlöslicher Schwefel welcher im allgemeinen 90 Gewichtsprozent oder mehr polymeren (unlöslichen) Schwefel aufweist wobei der Rest aus kristallinem (löslichem) Schwefel besteht. Obschon auch andere Formen vorliegen können liegt der Schwefel normalerweise in Form

eines sehr feinen Pulvers mit einer durchschnittlichen Partikelgrösse von etwa 3 Mikrometer vor. In Abwesenheit von Ölbehandlung ist die Handhabung dieses Schwefels sehr schwer da er einen feinen Staub bilden kann welcher für Arbeiter welche die Handhabung vornehmen eine Plage ist. Durch Ölbehandlung wird die Ernsthaftigkeit dieses Problemes im allgemeinen erniedrigt. Schwefel und Öl werden sorgfältig in Anlagen zur Vermischung von Pulvern und Flüssigkeit vermischt. Die Vermischung kann entweder topfweise oder kontinuierlich mit Hilfe gutbekannter Verfahren unter normalen Bedingungen durchgeführt werden.

Die Mengen an Schwefel und Öl welche vermischt werden werden normalerweise so ausgewählt dass im ölbehandelten Produkt ungefähr 1-30 Gewichtsprozent Öl vorliegen.

Ausführungsbeispiel

Zum besseren Verständnis der Erfindung wird nachfolgend Bezug genommen auf die Beispiele. In diesen Beispielen sind alle Teile und Prozentangaben Gewichtsangaben falls nicht anderes vermerkt.

Beispiel 1

Ein Muster eines im Handel erhältlichen stabilisierten Schwefelproduktes wies einen unlöslichen Schwefelgehalt von 92,8 Gewichtsprozent auf. Ein Teil dieses Schwefels wurde als Kontrolle zurückbehalten, ein zweiter Teil wurde mit einem im Handel erhältlichen Behandlungsöl und ein dritter Teil mit dem gleichen Behandlungsöl und einem Zusatz von 15 mg/l Chlor behandelt.

Zur Behandlung mit Öl wurden 5 g Schwefel in einen Behälter gegeben und 20 ml Öl zugesetzt.

Das Kontrollmuster wurde auch in einen Behälter gegeben, jedoch wurde hier kein Öl zugesetzt.

Ein jedes Gefäß wurde alsdann in einer 113 g Flasche versiegelt und bei konstanter Temperatur in einen Ofen während 4 Stunden bei 60°C gestellt. Die Muster wurden aus dem Ofen entnommen, mit Kohlenstoffdisulfid gewaschen um löslichen Schwefel zu entfernen und die Menge an unlöslichem Schwefel welche in einem jedem Muster verblieb bestimmt.

Die Resultate sind in der folgenden Tabelle zusammengefasst:

Muster	Gewichtsprozent unlöslicher Schwefel (am Beginn)	Gewichtsprozent unlöslicher Schwefel (nach 4 St. bei 60°C)
Kontrolle:	92,8	92,4
Mit Ölbehandlung		91,2
Mit Ölbehandlung mit Chlorzusatz		91,0

Aus diesen Resultaten geht hervor, dass die Ölbehandlung eine entstabilisierende Wirkung auf den Schwefel hatte und dass Chlor diese entstabilisierende Wirkung des Öles nicht unterbindet.

Beispiel 2

Das in Beispiel 1 beschriebene Verfahren wurde wiederholt wobei jedoch dem Öl vor der Behandlung des Schwefels Brom beziehungsweise Iod zugesetzt wurde. Die Resultate sind in der folgenden Tabelle zusammengefasst:

Muster	Gewichtsprozent unlöslicher Schwefel (am Beginn)	Gewichtsprozent unlöslicher Schwefel (nach 4 St. bei 60°C)
Kontrolle	93,41	92,68
Kontrolle	93,41	92,67
Mit Ölbehandlung	-	91,87
Mit Ölbehandlung	-	91,84
Mit Ölbehandlung	-	91,78
Mit Ölbehandlung	-	91,85
Mit Ölbehandlung mit Bromzusatz		91,98
Mit Ölbehandlung mit Bromzusatz		92,02
Mit Ölbehandlung mit Iodzusatz		92,64
Mit Ölbehandlung mit Iodzusatz		92,70

Der mit Öl ohne Brom oder Iodzusatz behandelte Schwefel wies eine geringere Stabilität auf als der Schwefel welcher nicht mit Öl behandelt worden war. Der Zusatz von Brom zu dem Öl vor der Behandlung des Schwefels hatte keine nennenswerte Wirkung auf die Endstabilisierung des Schwefels durch das Öl.

Der mit Öl unter Iodzusatz behandelte Schwefel wies jedoch im wesentlichen die gleiche Stabilität auf als die Kontrollmuster welche nicht mit Öl behandelt worden waren. Die entstabilisierende Wirkung des Öles wurde durch den Iodzusatz im wesentlichen neutralisiert.

Dies beweist dass Iod die Beschleunigung der Umwandlungsgeschwindigkeit von unlöslichem Schwefel zu löslichem Schwefel wirkungsvoll unterbindet.

Beispiel 3

Das in den Beispielen 1 und 2 beschriebene Verfahren wurde wiederholt um die Wirkung des Iodzusatzes zu dem Öl auf die

entstabilisierende Wirkung des Öles mit Bezug auf Schwefel festzustellen. Die Resultate sind in der folgenden Tabelle zusammengefasst:

Muster	Gewichtsprozent unlöslicher Schwefel (am Beginn)	Gewichtsprozent unlöslicher Schwefel (nach 4 St. bei 60°C)
Kontrolle	87,8	85,91
Mit Ölbehandlung		71,48
Mit Ölbehandlung mit Iodzusatz		77,01

Diese Resultate zeigen, dass die Ölbehandlung eine Beschleunigung der Umwandlungsgeschwindigkeit des unlöslichen Schwefels in löslichen Schwefel bewirkte, dass jedoch durch Iodzusatz zum Öl diese beschleunigende Wirkung auf die Umwandlungsgeschwindigkeit unterbunden wurde.

Die Wirkung des Öles und des Öles mit Iodzusatz waren in diesem Beispiel wesentlich ausgeprägter als in den vorhergehenden Beispielen da nicht stabilisierter Schwefel eingesetzt wurde wohingegen in den vorherigen Beispielen stabilisierter Schwefel eingesetzt wurde.

Beispiel 4

Das in den vorhergehenden Beispielen beschriebene Verfahren wurde eingesetzt um die Wirkung des Öles, welches mit verschiedenen Mengen an Iod behandelt worden war, auf die Stabilität von stabilisiertem Schwefel festzustellen. Die Resultate sind in der folgenden Tabelle zusammengefasst:

Menge Iod(mg Iod/ Liter Öl)	Gewichtsprozent un- löslicher Schwefel (am Beginn)	Gewichtsprozent un- löslicher Schwefel (nach 4 St. bei 60°C)
0 (Kontrolle)	94,5	87,3
10		91,9
30		91,8
70		92,4
0 (Kontrolle)	94,5	85,2
100		92,1
250		92,2
200		92,1
0 (Kontrolle)	94,5	90,6
5		92,2
10		92,9
15		92,7
20		93,0
25		92,0
0 (Kontrolle)	94,7	82,9
5		86,2
10		85,7
15		84,5
20		87,4
25		89,8

Aus diesen Resultaten geht hervor dass eine geringe Menge von nur 5 mg Iod/l die Neigung des Öles, die Umwandlungsgeschwindigkeit von unlöslichem Schwefel zu beschleunigen wesentlich beeinflusst.

Aus diesen Beispielen geht hervor, dass das Verfahren der vorliegenden Erfindung die Beschleunigung der Umwandlungsgeschwindigkeit von unlöslichem Schwefel in löslichen Schwefel nach der Behandlung mit Öl wirkungsvoll unterbindet.

Patentanspruch

1. Verfahren zur Unterbindung der beschleunigenden Wirkung eines Gummibehandlungsöles auf die Umwandlungsgeschwindigkeit von unlöslichen Schwefel in löslichen Schwefel gekennzeichnet durch Zusatz von Iod zu besagtem Öl in einer genügenden Menge so dass die beschleunigende Wirkung des Öles auf die Umwandlungsgeschwindigkeit des unlöslichen Schwefels unterbunden wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Iod elementares Iod eingesetzt wird.
3. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, dass als unlöslicher Schwefel stabilisierter unlöslicher Schwefel eingesetzt wird.
4. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, dass zur Behandlung des Schwefels eine solche Menge Öl eingesetzt wird dass im Endprodukt zwischen 1 und etwa 30 Gewichtsprozent Öl vorliegen.
5. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Iod dem Öl in einer Menge von etwa 1 bis etwa 200 mg/l in Abhängigkeit des zu behandelten Öles und der zu erzielenden Wirkung zugesetzt wird.