



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 10.X.1963 (P 102 720)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 15.XI.1965

Kl 12 q, 18/02

MKP C 07 c

149/34

UKD

Współtwórcy wynalazku: Eugeniusz Hałasa, Teresa Glijer, Kazimierz Bany, Roman Góralski

Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne „Sarżyna”, Sarżyna (Polska)

Sposób wytwarzania soli cynkowej pięciochlorotiofenolu
o wysokiej aktywności uplastyczniania kauczuku

1

Destrukcja wysokomolekularnych polimerów typu kauczuku może być wybitnie przyspieszona za pomocą niektórych środków chemicznych. Ma to ogromne znaczenie praktyczne przy uplastycznianiu kauczuku naturalnego i sztucznego oraz regenerowaniu gumy z wulkanizowanych odpadów.

Jednym z najbardziej efektywnych środków chemicznych przyspieszających uplastycznienie kauczuku jest sól cynkowa pięciochlorotiofenolu.

Opisane w literaturze sposoby wytwarzania tego związku polegają na traktowaniu wodnego roztworu oczyszczonej lub nieoczyszczonej soli sodowej pięciochlorotiofenolu, amoniakalnym wodnym roztworem chlorku cynku.

Wytrącony osad soli cynkowej pięciochlorotiofenolu filtruje się suszy i rozdrabnia znanymi sposobami. Wytworzony w ten sposób preparat mimo, że zawiera 96—97% głównego składnika (w przeliczeniu na pięciochlorotiofenol) posiada ograniczoną aktywność uplastyczniania kauczuku.

Stwierdzono, że można otrzymać sól cynkową pięciochlorotiofenolu o dużej aktywności uplastyczniania kauczuku, większej o około 20—25% w stosunku do znanych preparatów tego typu (Renacit IV), jeżeli do procesu wytwarzania tej soli stosuje się pięciochlorotiofenol oczyszczony za pomocą siarczynu sodowego a następnie wytworzoną z niego w znany sposób sól cynkową podda się termicznej stabilizacji.

2

Według wynalazku surowy pięciochlorotiofenol otrzymany znanymi sposobami ogrzewa się z roztworem siarczynu sodu przy wartości pH = 5—6. W warunkach tych chlorotiofenole o ilości atomów chloru mniejszej od 5-ciu jako szczególnie niepożądane produkty uboczne, przechodzą w formę nierozpuszczalną w alkaliach. Z oczyszczonego w ten sposób pięciochlorotiofenolu wytwarza się w znany sposób sól cynkową pięciochlorotiofenolu, suszy i poddaje stabilizacji przez ogrzewanie w temperaturze 110—140°C w czasie 5—50 godzin.

Podczas stabilizacji soli cynkowej pięciochlorotiofenolu w tym zakresie temperatur wykształca się wybitnie aktywna forma preparatu jako peptyzatora, przy czym wydziela się gazowy amoniak, który nie daje się usunąć przez przemycanie peptyzatora zimną lub gorącą wodą.

Przykład. Do reaktora ładuje się 1000g surowego zanieczyszczonego pięciochlorotiofenolu w przeliczeniu na suchy lub odpowiednią ilość mokrego, 4000 ml wody oraz 400 g bezwodnego siarczynu sodu. Całość zakwasza się kwasem siarkowym do pH = 5—6 i przy tej wartości pH miesza się w temperaturze 75—80°C przez 2 godziny. Następnie osad filtruje się i przemywa ciepłą wodą do zaniku jonów SO₃²⁻. W ten sposób oczyszczony pięciochlorotiofenol w ilości 970 g ładuje się do roztworu ługu sodowego, składającego się z 136 g NaOH i 9000 ml wody. Masę miesza się w temperaturze 68—75°C przez 20 minut. Powstały roztwór

soli sodowej pięciochlorotiofenolu koloru jasno-brązowego filtruje się w celu oddzielenia nierozpuszczonych zanieczyszczeń. Ilość nierozpuszczonych substancji w ługu wynosi 50 g. Pięciochlorotiofenol wytrącony przez zakwaszenie z oczyszczonej soli sodowej posiada temperaturę topnienia 216—220°C. Do klarownego roztworu soli sodowej pięciochlorotiofenolu w ilości 9000 ml wkrapla się w temperaturze 18—20°C przy mieszaniu 3750 ml amoniakalnego wodnego roztworu chlorku cynku w czasie 2 godzin.

Amoniakalny roztwór chlorku cynku składa się z 2600 ml wody, 273 g krystalicznego 94% chlorku cynku i 1100 ml 24% amoniaku. Wytrącony osad soli cynkowej pięciochlorotiofenolu miesza się dodatkowo jeszcze 4 godziny. Następnie osad filtruje się i przemywa 5%-wym roztworem amoniaku oraz wodą do zaniku zapachu amoniaku, po czym suszy się do zawartości wilgoci 5% oraz rozdrabnia.

W ten sposób otrzymany i wysuszony preparat ogrzewa się w temperaturze 125°C przez 20 godzin. W czasie ogrzewania bada się zwilżonym w wodzie papierkiem wskaźnikowym przebieg wydzielania gazowego amoniaku. Otrzymuje się 950 g peptyzatora o punkcie topnienia 343—346°C z rozkładem.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania soli cynkowej pięciochlorotiofenolu o wysokiej aktywności uplastyczniania kauczuku, na drodze reakcji pięciochlorotiofenolu sodu z amoniakalnym roztworem chlorku cynku, **znamienny tym**, że pięciochlorotiofenol oczyszcza się przez ogrzewanie z wodnym roztworem siarczynu sodu przy wartości pH 5—6 i przeprowadza go w znany sposób w sól sodową a następnie w sól cynkową, którą poddaje się termicznej stabilizacji w temperaturze 110—140°C w ciągu 5—50 godzin.