

2

**POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA**



**URZĄD  
PATENTOWY  
PRL**

# **O P I S   P A T E N T O W Y P A T E N T U   T Y M C Z A S O W E G O**

**71618**

Patent tymczasowy dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

**Kl. 39b<sup>3</sup>, 17/28**

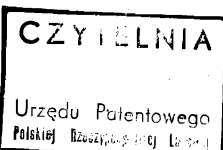
Zgłoszono: 06.08.1971 (P. 149 868)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

**MKP C08c 17/28**

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 26.10.1974



Twórcy wynalazku: Edward Janczak, Jerzy Czyżewicz

Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Przemysłu Gumowego „Stomil”,  
Warszawa (Polska)

## **Sposób przyspieszenia wulkanizacji kauczuku**

Przedmiotem wynalazku jest sposób przyspieszenia wulkanizacji kauczuku naturalnego i syntetycznego, przy zastosowaniu którego ulepsza się równocześnie niektóre własności wulkanizatu np. zwiększa się jego odporność na starzenie. Jak wiadomo podstawowym środkiem wulkanizującym jest siarka, którą dodaje się do mieszanek kauczukowych.

Znanym jest, że dla wywarcia korzystnego wpływu na czas i przebieg wulkanizacji i dla uzyskania lepszych własności produktu końcowego, dodaje się do mieszanki substancje zwane przyspieszaczami lub aktywatorami, które są przeważnie związkami organicznymi zawierającymi azot i siarkę.

Dotychczas stosowane związki nie zwiększały odporności na starzenie wulkanizatów z kauczuku naturalnego lub kauczuków syntetycznych dienowych w takim stopniu, aby ich wulkanizaty zachowywały własności elastyczne w temperaturze powyżej 120°C.

Celem niniejszego wynalazku jest przyspieszenie procesu wulkanizacji przy równoczesnym ulepszeniu własności wulkanizatów w sposób jak najprostszy i jak najbardziej ekonomiczny. Cel ten osiągnięto stwierdzając nieoczekiwanie, że zadanie to spełnia, wprowadzenie do mieszanki gumowej, obok innych powszechnie stosowanych składników, nie stosowanego dotychczas w tym celu, chlorowcopodstawionego alkeny czterochloroetenu.

Sposób przyspieszenia wulkanizacji według wynalazku polega na dodaniu do mieszanki gumowej od 1 do 200 części wagowych najkorzystniej 2 do 100 części wagowych czterochloroetenu, następnie zaś ogrzewaniu mieszanki w sposób powszechnie stosowany podczas wulkanizacji, względnie pozostawieniu jej w temperaturze pokojowej po ewentualnym nadaniu pożądanego kształtu.

Zaletą sposobu przyspieszenia wulkanizacji według wynalazku jest ulepszenie niektórych własności wulkanizatów jak np. odporności na starzenie, odporności na działanie olejów i rozpuszczalników, ulepszenie własności mechanicznych np. zwiększenie modułu itp. Ilustrują to poniżej podane przykłady:

### **P r z y k ł a d I**

Mieszanka A — skład przed zastosowaniem wynalazku

Mieszanka B — skład po zastosowaniu wynalazku.

| Skład mieszanki (w częściach wagowych) | A   | B   |
|----------------------------------------|-----|-----|
| Kauczuk butadienowo-styrenowy Ker 1500 | 100 | 100 |
| Tlenek cynku (ZnO)                     | 5   | 5   |
| Stearyna                               | 1   | 1   |
| Krzemionka uwodniona                   | 60  | 60  |
| Glikol dwuetylenowy                    | 3   | 3   |
| Chloroparafina                         | 50  | —   |
| Czterochloroeten                       | —   | 50  |
| Tlenek tytanu (TiO <sub>2</sub> )      | 10  | 10  |
| Zieleń rezaminowa                      | 2   | 2   |
| Siarka                                 | 0,4 | 0,4 |
| Dwusiarczek czterometylotioramu        | 2,5 | 2,5 |

Własności wymienionych mieszanek według reometru Monsanto 150°C

|                                     |     |     |
|-------------------------------------|-----|-----|
| Czas podwulkanizacji — minut —      | 3,5 | 2,5 |
| Optymalny czas wulkanizacji — minut | 12  | 9   |

Własności wulkanizatów po starzeniu w 130°C w ciągu 24 godzin

|                                                                      |     |     |
|----------------------------------------------------------------------|-----|-----|
| Wydłużenie względne zachowane po starzeniu w % początkowego          | —51 | 106 |
| Wytrzymałość na rozciąganie zachowanie po starzeniu w % początkowego | —44 | 72  |
| Zmiana twardości po starzeniu w °Sh — +                              | +21 | —8  |

#### Przykład II

Mieszanka C — skład przed zastosowaniem wynalazku

Mieszanka D — skład po zastosowaniu wynalazku

| Skład mieszanki (w częściach wagowych) | C   | D   |
|----------------------------------------|-----|-----|
| Kauczuk naturalny RSS 2                | 100 | 100 |
| Tlenek cynku (ZnO)                     | 5   | 5   |
| Stearyna                               | 1   | 1   |
| Sadza HAF                              | 50  | 50  |
| Chloroparafina                         | 50  | —   |
| Czterochloroeten                       | —   | 50  |
| Siarka                                 | 0,4 | 0,4 |
| Dwusiarczek czterometylotioramu        | 2,5 | 2,5 |

Własności mieszanek według reometru Monsanto, 150°C

|                                     |       |     |
|-------------------------------------|-------|-----|
| Czas podwulkanizacji — minut        | —3,5  | 2,3 |
| Optymalny czas wulkanizacji — minut | —10,5 | 6,5 |

Własności wulkanizatów

|                                                |     |     |
|------------------------------------------------|-----|-----|
| Twardość Shore'a A                             | 42  | 68  |
| Wydłużenie względne %                          | 620 | 410 |
| Wytrzymałość na rozciąganie kG/cm <sup>2</sup> | 198 | 183 |
| Wydłużenie trwałe %                            | 16  | 8   |

po starzeniu w ciągu 24 godzin w 130°

|                                                |    |     |
|------------------------------------------------|----|-----|
| Twardość Shore'a A                             | 90 | 70  |
| Wydłużenie względne %                          | 0  | 150 |
| Wytrzymałość na rozciąganie kG/cm <sup>2</sup> | 38 | 64  |

#### Przykład III

Mieszanka E — skład przed zastosowaniem wynalazku

Mieszanka F — skład po zastosowaniu wynalazku

Skład mieszanki (w częściach wagowych)

|                         | E   | F   |
|-------------------------|-----|-----|
| Kauczuk nitylowy SKN 26 | 100 | 100 |
| Tlenek cynku (ZnO)      | 5   | 5   |
| Stearyna                | 1   | 1   |

|                                                     |      |       |
|-----------------------------------------------------|------|-------|
| Sadza HAF                                           | 50   | 50    |
| Chloroparafina                                      | 50   | —     |
| Czterochloroeten                                    | —    | 50    |
| Siarka                                              | 0,4  | 0,4   |
| Dwusiarczek czterometyloituramu                     | 3    | 3     |
| Dwutiodwumorfolina                                  | 2    | 2     |
| Własności mieszanek według reometru Monsanto, 150°C |      |       |
| Czas podwulkanizacji — minut                        | —3,5 | 3,5   |
| Optymalny czas wulkanizacji — minut                 | 9,5  | 15,0  |
| Własności wulkanizatów:                             |      |       |
| Twardość °Shore'a A                                 | 58   | 72    |
| Wydłużenie względne %                               | 230  | 200   |
| Wytrzymałość na rozciąganie kG/cm <sup>2</sup>      | 108  | 152   |
| Wydłużenie trwałe                                   | 4    | 0     |
| Temperatura kruchości °C                            | —38  | —43,5 |
| Po 24 godzinach w 130°C w termostacie:              |      |       |
| Twardość °Shore'a A                                 | 90   | 79    |
| Wydłużenie względne                                 | 50   | 170   |
| Wytrzymałość na rozciąganie kG/cm <sup>2</sup>      | 162  | 160   |

## Przykład IV

Mieszanka G — przed zastosowaniem wynalazku

Mieszanka H — po zastosowaniu wynalazku

Skład mieszanki (w częściach wagowych)

|                                                      | G    | H   |
|------------------------------------------------------|------|-----|
| Kauczuku naturalnego RSS 2                           | 100  | 100 |
| Tlenku cynku (ZnO)-                                  | 5    | 5   |
| Stearyna                                             | 1    | 1   |
| Tlenek magnezu — MgO                                 | 3    | 3   |
| Sadza — SAC                                          | 40   | 40  |
| Czterochloroeten                                     | —    | 25  |
| Plastyfikator B                                      | 15   | —   |
| Siarka                                               | 3    | 3   |
| Dwufenyloguanidyna                                   | 1,5  | 1,5 |
| Własności mieszanki według reometru Monsanto — 150°C |      |     |
| Czas podwulkanizacji w minutach                      | 3,3  | 2,8 |
| Optymalny czas wulkanizacji w minutach               | 10,5 | 12  |
| Własności wulkanizatów:                              |      |     |
| Twardość w °Shore'a A                                | 53   | 63  |
| Wydłużenie względne %                                | 710  | 660 |
| Wytrzymałość na rozciąganie                          | 230  | 299 |
| Moduł przy wydłużeniu 300%                           | 56   | 107 |
| Wydłużenie trwałe                                    | 46   | 42  |

## Zastrzeżenie patentowe

Sposób przyspieszenia wulkanizacji kauczuku naturalnego lub syntetycznego, znamienny tym, że do mieszanki gumowej dodaje się chlorowcopodstawiony alken, najkorzystniej czterochloroeten, w ilości od 1 do 200 części wagowych na 100 części kauczuku, najkorzystniej od 2 do 100 części wagowych.