



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 177 609** ⁽¹³⁾ **C2**
(51) МПК⁷ **G 01 N 5/04, C 01 B 17/12**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 2000103597/12, 14.02.2000

(24) Дата начала действия патента: 14.02.2000

(46) Дата публикации: 27.12.2001

(56) Ссылки: МЕНКОВСКИЙ М.А., ЯВОРСКИЙ В.Т.
Технология серы. - М.: Химия, 1985,
с.282-285. SU 146595 A, 26.03.1962. SU
1450053 A, 28.02.1962. SU 939381 A,
03.07.1982. RU 2056349 C1, 20.03.1996. RU
2076843 C1, 10.04.1997. RU 2107657 C1,
27.03.1998. RU 2142406 C1, 10.12.1999. DE
2247371 B2, 05.07.1979.

(98) Адрес для переписки:
400057, г.Волгоград, Промысловая, 23, ОАО
"Химпром", БРИЗ, Е.В.Богач

(71) Заявитель:
Волгоградское открытое акционерное
общество "Химпром"

(72) Изобретатель: Кузнецов А.А.,
Куликова О.А., Попов А.Н.

(73) Патентообладатель:
Волгоградское открытое акционерное
общество "Химпром"

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОЛИМЕРНОЙ СЕРЫ

(57)
Изобретение относится к области
обеспечения аналитического контроля
процесса получения полимерной серы. Способ
определения полимерной серы, получаемой
взаимодействием расплава серы с бромом
или гексахлорпарахлором с последующей

закалкой полимерной серы, включает
прессование с получением тонкой пленки
толщиной 0,05-0,1 мм с последующим
затвердеванием ее в течение 4-5 ч,
измельчением и экстракцией. Изобретение
позволяет ускорить процесс определения
серы.

RU 2 177 609 C2

RU 2 177 609 C2



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 177 609** ⁽¹³⁾ **C2**
(51) Int. Cl.⁷ **G 01 N 5/04, C 01 B 17/12**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 2000103597/12, 14.02.2000
(24) Effective date for property rights: 14.02.2000
(46) Date of publication: 27.12.2001
(98) Mail address:
400057, g.Volgograd, Promyslovaja, 23, OAO
"Khimprom", BRIZ, E.V.Bogach

(71) Applicant:
Volgogradskoe otkrytoe aktsionernoe
obshchestvo "Khimprom"
(72) Inventor: Kuznetsov A.A.,
Kulikova O.A., Popov A.N.
(73) Proprietor:
Volgogradskoe otkrytoe aktsionernoe
obshchestvo "Khimprom"

(54) **METHOD OF DETERMINING POLYMER SULFUR**

(57) Abstract:
FIELD: analytical methods. SUBSTANCE:
method of determining polymer sulfur
prepared by interaction of sulfur melt with
bromine or hexachloro-p-xylene followed by
rapid cooling of polymer sulfur includes

pressing resulting in formation of film with
thickness 0.05-0.1 mm, subsequent hardening
thereof during 4-5 h, crushing, and
extraction. EFFECT: provided accelerated
analytical control. 2 ex

RU 2 177 609 C2

RU 2 177 609 C2

Изобретение относится к области технологии получения высокомолекулярных соединений, в частности к области обеспечения аналитического контроля процесса получения полимерной серы, образующейся сразу после закалки и предназначенной для вулканизации каучука в шинной и резино-технической промышленности.

Известен способ определения полимерной серы, включающий введение в расплав серы брома или гексахлорпарахлоридола, нагрев ее, закалку, размол и экстракцию циклооктасеры органическим растворителем (М. А. Менковский, В.Т. Яворский. Технология серы. М.: Химия, 1985, с.282-285).

Недостатком данного метода определения полимерной серы является его ограниченная применимость, т. к. в общем виде охватывает лишь получение данных, необходимых для оценки термостабильности продукта, и не содержит сведений, раскрывающих методику проведения анализа.

Наиболее близким по технической сущности является способ определения полимерной серы, полученной сплавлением со стабилизатором (гексахлорпарахлоридолом) и дальнейшей полимеризацией, при котором подготовка пробы к анализу заключается в резком охлаждении тонкой струей расплава серы до 20°C водой и выдерживанием на воздухе в течение 10 суток до полного затвердевания перед измельчением для последующей экстракции органическим растворителем (А.с. СССР N 939381, С 01 В 17/12, 1982).

Недостатком данного метода определения полимерной серы является высокая продолжительность подготовки пробы к анализу, что делает его непригодным для обеспечения аналитического контроля процесса получения полимерной серы и исключает ее использование в метастабильном состоянии в процессах вулканизации.

При создании изобретения ставилась задача сократить общую продолжительность анализа полимерной серы за счет сокращения времени затвердевания пробы перед измельчением.

Поставленная задача достигается тем, что полимерную серу после закалки подвергают прессованию с получением тонкой пленки толщиной 0,05 - 0,1 мм. В результате прессования происходит ориентация макромолекул, что способствует более быстрому затвердеванию и дает возможность проводить измельчение перед экстракцией через более короткий промежуток времени.

Приготовление пленки толщиной менее 0,05 мм сложно и технически нецелесообразно, а применение в анализе пленки толщиной более 0,1 мм приводит к увеличению его продолжительности. Пленки толщиной 0,05 - 0,1 мм затвердевают при комнатной температуре в течение 4-5 часов, что делает возможным проводить их измельчение и направлять на экстракцию по истечении этого времени.

Изобретение поясняется следующими примерами.

Пример 1.

Смесь 200 г серы и 2 г брома нагревают при 220-240°C в течение двух часов. После

этого содержимое реактора давлением инертного газа перегружают в 2000 г энергично перемешиваемой закалочной среды, представляющей собой 0,5%-ный водный раствор поливинилового спирта при температуре 2-6°C. Закалку проводят в течение 1 часа. Затем полученные гранулы отделяют фильтрацией. 3 г этих гранул прессуют в тонкие эластичные пленки толщиной 0,05 мм, которые затвердевают через 4 часа. Далее после размола частицы размером до 0,074 мм анализируют на содержание полимерной серы. Для этого 2,5 - 3,0 г полученного образца взвешивают с точностью до 0,0002 г и помещают во взвешенный с такой же точностью фильтрующий тигель или воронку.

В трехгорлую колбу вместимостью 500 мл заливают 250-300 мл толуола и нагревают в термостатирующем устройстве до $80 \pm 1^\circ\text{C}$. Нагретый толуол подается в фильтрующий тигель или воронку, соединенные с колбой Бунзена. При постоянном перемешивании осуществляется экстракция (циклооктасеры) толуолом. Скорость подачи толуола устанавливается таким образом, чтобы экстракция продолжалась 15 минут. После этого тигель или воронку с осадком сушат в сушильном шкафу при температуре $60 \pm 5^\circ\text{C}$ до постоянного веса, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Массовую долю полимерной серы (X), в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{A - B}{m} \cdot 100,$$

где А - масса тигеля или воронки с осадком после высушивания, г;

В - масса пустого тигеля или воронки, г;

m - масса навески образца, г.

За результат определения принимают среднее арифметическое двух параллельных измерений.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5%.

Пример 2.

В расплав 200 г серы при температуре 140-150°C вводят 3 г гексахлорпарахлоридола и нагревают реакционную массу до 220 - 240°C в течение двух часов. После этого проводят закалку и выделение в условиях примера 1. Полученные гранулы прессуют в тонкие пленки толщиной 0,1 мм, затвердевающие на воздухе через 5 часов.

Дальнейший анализ на содержание полимерной серы проводят, как описано в примере 1.

Таким образом, предлагаемый способ определения полимерной серы более чем в 45 раз уменьшает время затвердевания образцов.

Формула изобретения:

Способ определения полимерной серы, получаемой взаимодействием расплава серы с бромом или гексахлорпарахлоридолом с последующей закалкой полимерной серы, включающей измельчение и экстракцию циклооктасеры органическим растворителем, отличающийся тем, что полимерную серу после закалки подвергают прессованию с получением тонкой пленки толщиной 0,05-0,1 мм с последующим затвердеванием ее в течение 4-5 ч.