

Kurzzusammenfassung

Ziel dieser Arbeit war die Synthese reversionsarmer Vernetzer für Dienkautschuke, die in Vulkanisaten Oligothio-1,4-phenylen-Brücken erzeugen. Zunächst wurde eine Synthese für 1,4-Dimercaptobenzol aus 1,4-Dichlorbenzol und Natriumisopropylthiolat optimiert. 1,4-Dimercaptobenzol wurde als Edukt für die effizienten Vernetzer Poly(tetrathio-1,4-phenylen) und Zink(II)benzol-1,4-dithiolat eingesetzt. Aufgrund einiger Nachteile dieser Reaktion wurde 1,4-Bis(chlordisulfanyl)benzol als alternative Ausgangsverbindung gewählt. Es wurde eine neuartige Synthese für 1,4-Bis(chlordisulfanyl)benzol durch aromatische Substitution von Benzol mit Dichlordisulfan entwickelt, in der als Katalysatoren Montmorillonit KSF und eine neue Verbindung aus Kieselsäure und Aluminiumtrichlorid benutzt wurden. Unter leicht abgeänderten Bedingungen liefert die Reaktion auch direkt Poly(dithio-1,4-phenylen). Mit der Reduktion von 1,4-Bis(chlordisulfanyl)benzol mit Lithiumaluminiumhydrid wurde eine bequeme Synthese für hochreines 1,4-Dimercaptobenzol mit guten Ausbeuten eingeführt. Die Reduktion mit Lithiumaluminiumhydrid wurde ebenfalls zur Charakterisierung von Poly(oligothio-1,4-phenylen)en und aromatischen Chlorsulfanen eingesetzt. Poly(dithio-1,4-phenylen) wurde beim Erhitzen von 1,4-Bis(chlordisulfanyl)benzol im Vakuum erhalten. Jedoch zeigten durch verschiedene Reaktionen erhaltene Poly(dithio-1,4-phenylen)e keine guten Vernetzungseigenschaften.

Desweiteren wurde eine neue Klasse von Vernetzern der allgemeinen Formel $X-S_2-C_6H_4-S_2-X$ eingeführt, wobei X für einen primären oder sekundären Aminrest steht. Die Produkte der Reaktion von 1,4-Bis(chlordisulfanyl)benzol mit Dibenzylamin zeigten nur schlechte Vernetzungsleistungen. Die Oligomere, die bei der Reaktion von 1,4-Bis(chlordisulfanyl)benzol mit Dibenzylamin mit den primären Aminen Benzylamin und Cyclohexylamin entstehen, waren hingegen exzellente Vernetzer. Alle Vernetzer wurden in technischen Rheometer-Tests und Modellvulkanisationen mit 2,3-dimethyl-but-2-en als Modellolefin untersucht. Die Vulkanisate wurden mittels GPC, RP-HPLC und NMR-Spektroskopie untersucht. Durch eine kombinierte GPC und RP-HPLC Trennung konnte das Vorliegen von Oligothio-1,4-phenylen-Brücken in Modellvulkanisaten nachgewiesen werden.