

Inhaltsverzeichnis*

1 Einleitung	1
2 Proben-Vorbereitung	4
3 Extraktionen	5
3.1 Übersicht	5
3.2 Wahl des Extraktionsmittels	5
3.3 Die Extraktion	6
3.4 Bestimmung chloroformlöslicher Bestandteile in Elastomeren	6
3.5 Erfassung von Faktis in Elastomeren durch die Bestimmung der in 1 N ethanolischer Kalilauge löslichen Bestandteile	7
3.5.1 Durchführung	7
4 Untersuchung der extrahierten Bestandteile	8
4.1 Weichmacher	8
4.1.1 Weichmachertypen	8
4.1.2 Anwendung der Weichmacher in verschiedenen Kautschuktypen	11
4.1.3 Weichmachereextraktion aus Kautschuk	13
4.1.4 Identifizierung der Weichmacher	14
4.2 Unverseifbare Anteile	26
4.2.1 Bestimmung der unverseifbaren Anteile	26
4.2.2 Bestimmung von festen Paraffinen	26
4.2.3 Bestimmung flüssiger Paraffine, herrührend aus Mineralöl	26
4.2.4 Nachweis von freien Fett- und Harzsäuren	27
4.3 Identifizierung und quantitative Bestimmung von Stabilisatoren und Alterungsschutzmitteln	27
4.3.1 Qualitativer Nachweis von Stabilisatoren und Alterungsschutz- mitteln	28

* Das Inhaltsverzeichnis umfaßt nur die Überschriften der ersten drei Gliederungsstufen. Die weitere Unterteilung wurde nicht berücksichtigt.

4.3.2 Quantitative Bestimmung von Stabilisatoren und Alterungsschutzmitteln	31
4.4 Identifizierung und quantitative Bestimmung von Vulkanisationsbeschleunigern	40
4.4.1 Qualitative Analyse	40
4.4.2 Quantitative Analyse	55
4.5 Quantitative Bestimmung von Vulkanisationsverzögerern in Elastomeren	66
5 Schwefelbestimmung in Natur- und Synthesekautschukvulkanisaten	67
5.1 Bestimmung des freien Schwefels	67
5.1.1 Allgemeines	67
5.1.2 Bestimmung des freien Schwefels im Acetonextrakt	68
5.1.3 Polarographische Bestimmung des freien Schwefels in Vulkanisaten	70
5.1.4 Bestimmung des freien Schwefels mit wässriger Natriumsulfid-Lösung	70
5.1.5 Bestimmung des freien Schwefels mit wässriger Natriumsulfit-Lösung	71
5.2 Bestimmung des Gesamtschwefels	73
5.2.1 Nasser Aufschluß mit Brom-Salpetersäure	73
5.2.2 Verbrennen in Sauerstoff	74
5.2.3 Aufschluß mit Natriumperoxid in der Bombe	77
5.3 Gebundener Schwefel	78
5.4 Bestimmung der Art der Schwefelbindung durch moderne Analyseverfahren	79
5.4.1 Anwendung von Methyljodid	79
5.4.2 Anwendung von Lithiumaluminiumhydrid	83
5.4.3 Anwendung neuerer Reagenzien	85
6 Analyse von mineralischen Bestandteilen und Ruß	87
6.1 Aufschluß mit heißem Paraffinöl oder anderen inerten Lösungsmitteln	87
6.1.1 Prinzip der Methode	88
6.1.2 Durchführung der Methode	88
6.1.3 Bestimmung säurelöslicher und säureunlöslicher Füllstoffe	89
6.1.4 Cellulosebestimmung	89
6.2 Nasser Aufschluß durch heiße Salpetersäure oder durch p-Dichlorbenzol unter oxydativer Einwirkung von tert.-Butylhydroperoxid und Osmiumtetroxid	90
6.2.1 Aufschluß mit heißer Salpetersäure	90
6.2.2 Aufschluß mit p-Dichlorbenzol in Gegenwart von tert.-Butylhydroperoxid und Osmiumtetroxid als Katalysator	91

Inhaltsverzeichnis	IX
6.3 Pyrolyse	91
6.3.1 Pyrolyse und Abdestillation flüchtiger Anteile im inerten Gasstrom	91
6.4 Bestimmung von mineralischen Füllstoffen durch trockene Veraschung	94
6.4.1 Prinzip der Methode	94
6.4.2 Durchführung der trockenen Veraschung nach deutscher Normvorschrift	94
6.4.3 Durchführung der trockenen Veraschung nach amerikanischer Normvorschrift	95
7 Identifizierung und Bestimmung der Kautschukart	98
7.1 Qualitative Analyse von Polymerarten	98
7.1.1 Apparatur	98
7.1.2 Reagenzlösung	98
7.1.3 Vorbereitung der Probe	98
7.1.4 Ausführung	99
7.2 Spezifische Reaktionen für Kautschukarten	99
7.2.1 Nachweis von Naturkautschuk und synthetischem Polyisopren	99
7.2.2 Nachweis von Butadien-Styrol-Kautschuk	100
7.2.3 Nachweis von Butadien-Acrylnitril-Kautschuk	101
7.2.4 Nachweis von Chlorbutadien-Kautschuk	101
7.2.5 Nachweis von Butylkautschuk	102
7.2.6 Nachweis von Elastomeren auf Basis von Ethylen-Propylen-Mischpolymerisaten	102
7.2.7 Nachweis von Siliconkautschuk	102
7.2.8 Nachweis und Bestimmung von Faktis in Gummi	103
7.3 Untersuchung von Kautschuk und Elastomeren mit Hilfe der IR-Spektroskopie	103
7.3.1 Aufschluß von Elastomeren in siedendem 1,2-Dichlorbenzol	103
7.3.2 Unvollständige Zersetzung bei 200°C	104
7.3.3 Pyrolyse in Verbindung mit Infrarotspektroskopie	106
7.4 Untersuchung von Kautschuk und Elastomeren mit Hilfe der Gaschromatographie	108
7.4.1 Detektoren für die Gaschromatographie	113
7.4.2 Pyrolysen-gaschromatographische Analysenbedingungen	114
7.4.3 Durchführung der Analyse	114
7.4.4 Auswertung	114
7.4.5 Charakteristische Pyrolysespaltprodukte der wichtigsten Elastomeren	115
7.5 Quantitative Bestimmung des Kautschukanteils in Elastomeren	136
7.5.1 Indirekte Differenzmethode	136
7.5.2 Direkte Bestimmung des Kautschukanteils	137

7.6 Bestimmung von Schwermetallen 147

 7.6.1 Bestimmung des Zink-Gehaltes 147

 7.6.2 Bestimmung des Bleigehaltes 149

 7.6.3 Bestimmung von Kupfer und Mangan in Kautschuk und Elastomeren 150

8 Mikroanalytische Arbeitsmöglichkeiten mit Licht- und Elektronenmikroskopen 158

 8.1 Einleitung 158

 8.2 Lichtmikroskopie 159

 8.3 Elektronenmikroskopie und Röntgenspektralanalyse 165

Literaturverzeichnis 169

Sachverzeichnis 173