

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 Weichmacherextraktion 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 Alterungsschutzmitteln | 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 Schefelbestimmung 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 Natriumsulfidlösung | 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 Analysenverfahren | 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 |

| | |
|--|-----------|
| 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 |