

**METHODEN ZUR CHEMISCHEN ANALYSE
VON GUMMIMISCHUNGEN**

**METHODEN
ZUR CHEMISCHEN ANALYSE
VON GUMMIMISCHUNGEN**

VON

HORST E. FREY

ZWEITE NEUBEARBEITETE AUFLAGE

MIT EINEM BEITRAG VON

K. E. KRESS †

MIT 26 ABBILDUNGEN



SPRINGER-VERLAG BERLIN HEIDELBERG GMBH 1960

ISBN 978-3-662-12488-8 ISBN 978-3-662-12487-1 (eBook)
DOI 10.1007/978-3-662-12487-1

**Alle Rechte, insbesondere das der Übersetzung in fremde Sprachen, vorbehalten
Ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages ist es auch nicht gestattet,
dieses Buch oder Teile daraus auf photomechanischem Wege
(Photokopie, Mikrokopie) zu vervielfältigen**

© by Springer-Verlag Berlin Heidelberg 1960
Ursprünglich erschienen bei Springer-Verlag OHG., Berlin/Göttingen/Heidelberg 1960

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in diesem Buche berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften

Vorwort zur zweiten Auflage

Vor vier Jahren hat der Verlag mitgeteilt, daß eine zweite Auflage der „Methoden“ ausgearbeitet werden soll. Aus Zeitmangel war dies erst jetzt möglich. Das nun vorliegende Bändchen stellt eine ergänzte und etwas erweiterte Form der ersten Auflage dar; einige Kapitel wurden völlig neu verfaßt. Die ursprünglich gewählte konzentrierte Form hat sich als praktisch erwiesen und wurde beibehalten.

Das Büchlein erhebt keinen wissenschaftlichen Anspruch, sondern soll lediglich eine Hilfe sein für Laboratoriumspersonal, welches Gummianalysen durchführt.

Herr Dr. R. MIKSCHE (Metzeler Gummiwerke A. G., München) hat uns in großzügiger Weise zahlreiche wertvolle Anregungen gegeben, wofür wir ihm sehr zu Dank verpflichtet sind. Ebenso haben Herr Dr. KOLB und Mitarbeiter (Deutsche Dunlop Gummi Compagnie A. G., Hanau a. M.) sich die Mühe gemacht, das Büchlein durchzusehen und uns ihre Erfahrungen mit verschiedenen Methoden zur Verfügung gestellt, was uns gleichfalls zu großem Dank verpflichtet.

In Anbetracht der wachsenden Verbreitung von ultraviolett- und infrarot-spektrophotometrischen Verfahren erschien es notwendig, eine Einführung in dieses Arbeitsgebiet im Bereich der Analyse von Gummimischungen zu geben. Dies war möglich durch die freundliche Hilfe von Mr. K. E. KRESS, der durch seine Originalarbeiten auf diesem Gebiet bekannt ist, und durch die bereitwillige Mithilfe von Mrs. F. G. STEVENS-MEES im gleichen Laboratorium (The Firestone Tire & Rubber Company).

Chicago, Illinois (U.S.A.), im Frühjahr 1959

H. E. Frey

Jetzige Anschrift des Verfassers:
Standard Oil Company (Indiana), Research Laboratories, Whiting, Indiana

Inhaltsverzeichnis

	Seite
A. Allgemeines	1
a) Arbeitsbereich	1
b) Über die Methoden und ihre Anwendung	2
c) Nehmen und Zubereiten der Probe	4
B. Analyse von mineralischen Bestandteilen, Ruß und Schwefel	5
1. Gesamtfüllstoffe	5
Gesamtfüllstoffe; Paraffinöl	6
Gesamtfüllstoffe; p-Nitrotoluol und o-Dichlorbenzol	8
2. Veraschung und nasser Aufschluß	8
3. Identifizierung mineralischer Füllstoffe	11
Vorbemerkungen	11
Nachweise	12
4. Der säureunlösliche Rückstand	14
Vorbemerkungen	14
Bestimmung des säureunlöslichen Rückstandes	16
Kieselsäure	16
Sodalösliche Kieselsäure	16
Bestimmung von Barium	17
5. Mineralfarben und Eisenverunreinigungen	18
Vorbemerkungen	18
Identifizierung von Antimon und Blei	20
Identifizierung von Titandioxyd	20
Quantitative Bestimmung von Antimon in der Probe	20
Quantitative Bestimmung von Antimon im Glührückstand	21
Quantitative Bestimmung von Blei im Glührückstand	21
Entfernung von Eisenverunreinigungen mittels Cupferron	22
6. Aluminium	23
Übersicht	23
Aluminium — Fällung mittels Ammoniumbenzoat	24
Aluminium — Volumetrische Bestimmung des Niederschlags	25
7. Zink, Calcium, Magnesium	26
Übersicht	26
Zink — Fällung als Anthranilat	29
Zink — Abtrennung als Sulfid	30
Zink — Titration mit Kaliumhexacyanoferrat (II)	31
Calcium — Bestimmung als Oxalat	32
Magnesium — Colorimetrische Bestimmung mittels Thiazolgelb	33
Zink, Calcium, Magnesium — Komplextometrische Titration	35

	Seite
8. Schwefel	38
Übersicht	38
Gesamtschwefel — Nasser Aufschluß	45
Gesamtschwefel — Verbrennung	46
Entfernung von störenden Kationen	48
Sulfatbestimmung — Fällung als Benzidinsulfat	49
Sulfatbestimmung — Titration zur maximalen Trübung	49
Freier Schwefel — Acetonextrakt	51
Freier Schwefel — Sulfitverfahren	52
9. Ruß	54
Übersicht	54
Ruß — Salpetersäure-Verfahren	56
Ruß — Nitrobenzol, Salpetersäure, Xylol	57
Ruß — p-Dichlorbenzol, Butylhydroperoxyd	57
C. Analyse von organischen Bestandteilen	59
1. Identifizierung von Kautschuk in Mischungen	59
Übersicht	59
Identifizierung von Kautschuk in Mischungen — Pyrolyse-	
tests nach BURCHFIELD	66
Identifizierung von Kautschuk in Mischungen — Quellungs-	
tests nach PARKER	69
2. Quantitative Bestimmung von Kautschuk in vulkanisierten	
Mischungen	71
Übersicht	71
Natur- und Styrolkautschuk — indirekt	75
Naturkautschuk — direkt	76
Natur- und Styrolkautschuk — Jodzahl	80
Styrolkautschuk	82
Chloroprenkautschuk	84
Chloroprenkautschuk — Verbrennung nach PHILIPS	85
Polyisobutylen	86
Nitrilkautschuk — Stickstoff	87
3. Extraktionen	90
Übersicht	90
Acetonextrakt	92
Aceton-Chloroform-Extrakt (totaler Extrakt)	92
Chloroform-Extrakt	93
Alkoholischer KOH-Extrakt	93
4. Unverseifbare Anteile	94
Paraffine	94
Mineralöl	95
5. Stickstoff	96
Qualitative Bestimmung von Eiweiß (ASTM)	96
Quantitative Bestimmung von Stickstoff (ASTM)	96
6. Beschleuniger und Alterungsschutzmittel	97
Übersicht	97
Nachweis von Beschleunigern und Alterungsschutzmitteln	108
I. Extraktionen	109
II. Einige Nachweisreaktionen	109
A. Beschleuniger	109
B. Alterungsschutzmittel	110

	Seite
III. Papierchromatographische Trennung und Identifizierung	110
Trennung von basischen Beschleunigern	112
Trennung von Guanidinen	113
Trennung der Thiazolgruppe	113
Trennung sekundärer Amine	114
Trennung von Alterungsschutzmitteln	116
D. Verschiedenes	120
1. Identifizierung roher Kautschukproben	120
2. Ausblühungen	123
3. Identifizierung von „Stippen“ einiger mineralischer Füllstoffe	126
4. Kupfer und Mangan	127
Übersicht	127
Qualitative Nachweise	128
Quantitative Bestimmung von Kupfer	129
Quantitative Bestimmung von Mangan	130
5. Selen und Tellur	132
Quantitative Bestimmung von Selen und Tellur	132
E. Absorption Spectroscopy as an Analytical Method in Rubber Chemistry. By K. E. KRESS †	134
Introduction	134
Instrumentation	134
Technique	135
Calculations	146
Absorptiometric Analysis of Organic Materials in Rubber Products	152
Accelerators	153
Antioxidants	153
Softeners and Resins	155
Elastomers	156
Absorptiometric Analysis of NR/SBR Mixtures of Cured Rubber Products in the Near-Infrared	157
Monomers	158
Absorptiometric Analysis of Minerals, Sulfur and Carbon Black	159
Identification of Type Carbon Black in Rubber Products by Absorptiometric Measurements (after FIORENZA)	159
Analytical Application of the Rock-Salt Infrared Spectral Region to Rubber Products	161
Analysis of Elastomers	162
Analysis for Compounding Ingredients	164
Sachverzeichnis	168