

	Kautschuk Verstärkter Styrol-Butadien-Latex Bestimmung des gesamten gebundenen Styrolgehalts (ISO 4655:1985)	DIN ISO 4655
ICS 83.040.10	Entwurf Rubber — Reinforced styrene-butadiene latex — Determination of total bound styrene content (ISO 4655:1985) Caoutchouc — Latex de styrène-butadiène renforcé — Détermination de la teneur en styrène lié (ISO 4655:1985) Anwendungswarnvermerk Dieser Norm-Entwurf wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren. Stellungnahmen werden erbeten — vorzugsweise als Datei per E-Mail an nmp@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter http://www.din.de/stellungnahme abgerufen werden; — oder in Papierform an den Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin). Die Internationale Norm ISO 4655:1985, „Rubber — Reinforced styrene-butadiene latex — Determination of total bound styrene content“, ist unverändert in diesen deutschen Norm-Entwurf übernommen worden. Nationales Vorwort Der Arbeitsausschuss NMP 432 „Prüfung von Latex“ des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V. hat diese Übersetzung erstellt. Für die im Abschnitt 2 zitierte Internationale Norm wird im Folgenden auf die entsprechende Deutsche Norm hingewiesen: ISO 123 siehe DIN ISO 123 Fortsetzung Seite 2 bis 16 Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.	Einsprüche bis 2003-05-31

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 123, *Kautschuk-Latex — Probenahme (ISO 123:2001)*.

Deutsche Übersetzung

Kautschuk

Verstärkter Styrol-Butadien-Latex Bestimmung des gesamten gebundenen Styrolgehalts

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt zwei Verfahren zur Bestimmung des Gesamtgehalts von gebundenem Styrol in Styrol-Butadien-Kautschuk-Latices fest, welche mit Polystyrol oder einem Copolymer aus Styrol und Butadien verstärkt sind.¹⁾

Beide Verfahren, die Kohlenstoff/Wasserstoff-Verfahren und die Nitrierungs-Verfahren, erzielen vergleichbare Ergebnisse, obwohl sie sich prinzipiell unterscheiden. Beide Verfahren dürfen wahlweise angewendet werden.

ANMERKUNG In dem Untersuchungsmaterial enthaltene Additive können die Präzision des Verfahrens negativ beeinflussen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil der vorliegenden Internationalen Norm sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Internationalen Norm waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle Normen unterliegen der Überarbeitung. Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, werden gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, ob die jeweils neuesten Ausgaben der im Folgenden genannten Normen angewendet werden können. Die Mitglieder von IEC und ISO führen Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

ISO 123, *Rubber latex — Sampling*.

ISO 2453, *Rubber, raw styrene-butadiene, emulsion-polymerized — Determination of bound styrene content; refractive index method*

3 Kurzbeschreibung

Der Latex wird in beiden Verfahren mit 2-Propanol koaguliert. Das Koagulat wird gründlich gewaschen, zerkleinert und getrocknet.

Im Kohlenstoff/Wasserstoff-Verfahren wird das trockene Polymer einer kontrollierten Verbrennung unterzogen und das freigesetzte Kohlenstoffdioxid und das Wasser quantitativ absorbiert. Der Gesamtgehalt an gebundenem Styrol wird aus den Massen des absorbierten Kohlenstoffdioxids und des Wassers berechnet. Das Verfahren beruht darauf, dass sich der prozentuale Anteil von Kohlenstoff in Butadien (88,82 %) von dem in Styrol (92,26 %) unterscheidet.

Im Nitrierungsverfahren wird das trockene Polymer nitriert und oxidiert. Dabei wird der gesamte Gehalt an gebundenem Styrol in p-Nitrobenzoesäure umgewandelt, welche mittels Extraktion separiert und Messung der UV-Absorption bei 265, 274 und 285 nm quantitativ bestimmt wird.

1) Beide Verfahren sind ebenso anwendbar zur Bestimmung des Gehaltes an gebundenem Styrol in nicht verstärktem Styrol-Butadien-Latex.

4 Kohlenstoff/Wasserstoff-Verfahren

4.1 Reagenzien und Hilfsmittel

Alle anerkannten Vorschriften für den Schutz der Gesundheit und der Sicherheit müssen bei der Durchführung dieser Internationalen Norm berücksichtigt werden.

Sofern nicht anders angegeben, sind nur anerkanntermaßen analysenreine Reagenzien und destilliertes Wasser oder Wasser von geeignetem Reinheitsgrad zu verwenden.

4.1.1 Schwefelsäure, 96 % (m/m).

4.1.2 Soda-Asbest-Granulat, 710 bis 1 000 µm, welche bei der Absorption von Kohlenstoffdioxid ihre Farbe verändern.

4.1.3 Magnesium-Perchlorat-Granulat, 710 bis 1 000 µm.

WARNUNG — Dieses Reagens ist explosiv. Die Anweisungen des Herstellers sind zu beachten.

4.1.4 Kupfer(II)oxid, als Draht.

4.1.5 Kupfer(II)oxid/Kobaltoxid (CO₃O₄)-Katalysator.

Zur Herstellung des Katalysators werden 98 g Kupfer(II)oxid 1 h bei (700 ± 25) °C in einem Ofen erhitzt. Nach dem Abkühlen wird der Glührückstand intensiv mit einer Lösung von 8 g Kobalt(II)nitrat gelöst, in möglichst wenig Wasser vermischt und während einer Stunde bei 120 °C unter gelegentlichem Umrühren temperiert. Anschließend wird dieses Gemisch erneut bei (700 ± 25) °C 1 h im Ofen gegläut.

4.1.6 Platin-Asbest, mit einem Anteil von 5 % Platin.

4.1.7 Silberdraht-Gewebe, mit einer Siebweite von (250 ± 15) µm, 70 mm × 70 mm, zusammengerollt zu einem festen Zylinder von 13 mm Durchmesser.

Diese Rolle ist mit Diethylether zu entfetten und anschließend für wenige Sekunden in Salpetersäure c(HNO₃) = 3 mol/dm³ einzulegen, um alle Rückstände von Oxiden und Sulfiden zu entfernen. Nach ausgiebigem Spülen mit Wasser wird 1 h bei 105 °C getrocknet und anschließend 1 h bei (700 ± 25) °C im Ofen gegläut.

4.1.8 Silberdraht.

4.1.9 2-Propanol.

4.1.10 Benzoesäure.

4.1.11 Naphthalin.

4.1.12 Standard-SBR, mit genau bekanntem Styrolgehalt (etwa 23,5 %), bestimmt nach ISO 2453.

4.2 Geräte

Bild 1 zeigt die Anordnung einer geeigneten Verbrennungsapparatur. Vor dem Vermischen werden der Sauerstoff und die Luft nacheinander zur Entspannung jeweils durch eine Waschflasche mit Druckausgleich mit Schwefelsäure gefüllt (4.1.1), ein Absorptionsrohr (4.2.1) zur Entfernung von Kohlenstoffdioxid und Feuchtigkeit, ein Nadelventil und einen kalibrierten Schwebkörperdurchflussmesser zur Flusskontrolle (4.2.2) geleitet. Die Gasmischung fließt anschließend durch das Reinigungsrohr (4.2.3) und ein weiteres Absorptionsrohr (4.2.1) in das Verbrennungsrohr (4.2.4) Die Verbrennungsprodukte

werden durch zwei Absorptionsrohre (4.2.5) geleitet, in denen das gebildete Wasser und das Kohlenstoffdioxid absorbiert werden.

Der überwiegende Teil des Reinigungsrohres und etwa die Hälfte des Verbrennungsrohres befinden sich in dem Ofenraum (4.2.6).

Alle Rohrverbindungen müssen gasdicht ausgeführt sein, entweder mittels dickwandigem Silikonschlauch oder mittels Schliffglasverbindungen. Alle Verbindungen zwischen dem Reinigungsrohr und den Absorptionsrohren müssen auch bei $(700 \pm 25)^\circ\text{C}$ gasdicht sein.

4.2.1 Absorptionsrohr, mit einer Kapazität von etwa 35 cm^3 *) , zur Hälfte gefüllt mit Sodaasbest (4.1.2) am Gaseintritt und zur Hälfte gefüllt mit Magnesiumperchlorat (4.1.3) am Gasaustritt.

4.2.2 Durchflussmesser, Kalibriert im Messbereich zwischen $2\text{ cm}^3/\text{min}$ und $25\text{ cm}^3/\text{min}$, jeweils einer für Sauerstoff und einer für Luft.

4.2.3 Reinigungsrohr, gefüllt mit Kupfer(II)oxid-Draht (4.1.4) entsprechend den Maßen in Bild 2.

4.2.4 Verbrennungsrohr, transparentes Quarzglas, entsprechend den Maßen, Anschlüssen und Befüllungen in Bild 3.

Der Silberdraht im Rohrauslauf in Verbindung mit dem Silberdrahtgewebe (4.1.7) dient der Vermeidung von Kondenswasser. Der Kupfer(II)oxid/Kobaltoxid-Katalysator (4.1.5) ist so in das Rohr einzubringen, dass weder Luftkanäle noch Verstopfungen den Gasfluss beeinflussen.

Die Pyrolysezone des Rohres ist umgeben von 30 separaten Heizwendeln, eine jede mit einer Leistung von etwa 50 W. Jede Heizung besteht aus etwa 500 mm Chrom-Nickel-Draht (Durchmesser 0,5 mm) Diese sind in offener Bauweise so angeordnet, dass der Einblick in das Innere des Rohres gegeben ist. Dabei bedecken jeweils etwa 5 mm Drahtwendel einen Abschnitt von 8 mm Rohrlänge. Die Pyrolysezone wird von einem mit Scharnieren verbundenen Hitzeschild aus nichtrostendem Stahl so abgedeckt, dass ein Luftzug und Wärmeverluste vermieden werden.

Der Konus des Rohres wird mittels einer 19/26er Schliffkappe verschlossen und mit entsprechenden Schliffklemmen gesichert.

4.2.5 Absorptionsrohre aus Sodaglas, mit einer Wanddicke von 0,25 mm bis 0,50 mm, entsprechend den Maßen und Befüllungen nach Bild 4.

Das Leergewicht beider Rohre, a) für die Absorption von Wasser, und b) für die Absorption von Kohlenstoffdioxid, darf jeweils 7,5 g nicht überschreiten.

Jedes Rohr muss zur Vermeidung einer Absorption von Feuchtigkeit oder Kohlenstoffdioxid so schnell wie möglich gepackt werden. Dabei müssen ein zu dichtes Packen oder eine Tunnelbildung vermieden werden. Anschließend werden die Rohre verschlossen.

Das Rohr a) wird wie in Bild 1 mit dem Ausgang des Verbrennungsrohres verbunden. Das andere Ende des Rohres a) wird mit der Seite des Rohres b) verbunden, welches den Sodaasbest enthält.

4.2.6 Ofen, wie in Bild 5 dargestellt.

Der Chrom-Nickel-Draht erzeugt um das dünnere Quarzglasrohr gewickelt eine Leistung von etwa 80 W. Um das größere Quarzglasrohr gewickelt ergibt sich eine Leistung von etwa 135 W. Beide Rohre werden

*) Für die in dieser Norm beschriebenen Verfahren kann Glas mit einer Graduierung in ml oder cm^3 verwendet werden.