

KAUCZUKI	NORMA BRANŻOWA	BN-66
	Regenerat kauczuku Metody badań	6037-01
		Zamiast RN-60/MPCh-1664
		Grupa katalogowa 1069

## 1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań regeneratu kauczuku.

1.2. Zakres stosowania normy. Zasięgiem niniejszej normy objęto badania regeneratu gumy, opartego na kauczukach: naturalnych, poliizoprenowych, butadienowych nieregularnych i stereospecyficznych, butadienowo-styrenowych, butadienowo-akrylonitrylowych, butylowych, chloroprenowych.

Zakresem swym norma obejmuje ogólne metody badań wymienionych wyżej regeneratów, dobór zaś metod, które mają być stosowane do poszczególnych rodzajów regeneratu, ustalają odpowiednie normy przedmiotowe na regeneraty.

### 1.3. Rodzaje badań

#### 1.3.1. Oględziny zewnętrzne

#### 1.3.2. Badania fizyczne

- a) oznaczanie plastyczności,
- b) oznaczanie ziarnistości,
- c) oznaczanie wytrzymałości na rozciąganie i wydłużenia względnego przy zerwaniu,
- d) oznaczanie masy objętościowej (gęstości, masy właściwej),
- e) oznaczanie elastyczności przy odbiciu,
- f) oznaczanie twardości.

#### 1.3.3. Badania chemiczne

- a) oznaczanie zawartości wilgoci i ciał lotnych,
- b) oznaczanie popiołu,
- c) oznaczanie zawartości sadzy,
- d) oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w acetonie,
- e) oznaczanie substancji rozpuszczalnych w chloroformie,
- f) oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w benzynie,
- g) oznaczanie zawartości węglowodoru kauczuku,
- h) oznaczanie alkaliczności.

### 1.4. Normy związane

PN-82/C-04205 Guma. Oznaczanie właściwości wytrzymałościowych przy rozciąganiu

PN-83/C-04215 Guma. Pomiar gęstości

PN-74/C-04219 Guma. Oznaczanie zawartości ekstraktów

Zjednoczenie Przemysłu Gumowego

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Gumowego dnia 29 lipca 1966 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 kwietnia 1967 r.

(Mon. Pol. nr 67/1966 poz. 323)

PN-75/C-04231	Guma. Oznaczanie zawartości sadzy
PN-80/C-04238	Guma. Oznaczanie twardości wg metody Shore'a
PN-81/C-04240	Guma. Oznaczanie zawartości składników nieorganicznych metodą spie- lenia
PN-71/C-04255	Guma. Oznaczanie elastyczności metodą Schoba
PN-54/C-04266	Guma. Oznaczanie miękkości kauczuku i mieszanek kauczukowych za pomocą penetrometru Richardsona
PN-66/C-04287	Guma. Oznaczanie plastyczności i odprężenia elastycznego metodą ścis- kania do stałego odkształcenia za pomocą aparatu typu Continental

## 2. METODY BADAŃ

### 2.1. Pobieranie próbek

2.1.1. Liczność próbki płyt w zależności od liczności płyt w partii podano w tabl.1, jeżeli norma przedmiotowa nie podaje inaczej.

Tablica 1

Liczba płyt w partii regeneratu	do 63	64÷160	161÷400	401÷1000	1001÷2500	2501÷6300
Liczba płyt pobranych do badania	5	10	15	25	40	60

2.1.2. Próbką jednostkową. Z każdej płyty wybranej do badań wyciąć próbkę przez całą jej grubość o masie około 200 g. Próbkę do badania ziarnistości należy pobrać w sposób opisany w 2.3.3.4.

### 2.2. Przygotowanie próbek

2.2.1. Przygotowanie średniej próbki do badań fizycznych i chemicznych. Z próbek jednostkowych pobranych zgodnie z 2.1.2 należy przygotować średnią próbkę o masie 750 g i zhomogenizować ją w ciągu 1½ min. Jest to wystarczająca ilość dla jednorazowego przeprowadzenia badań fizycznych i chemicznych z wyjątkiem badania plastyczności i ziarnistości. Pozostałą część zachować do badania plastyczności. Sposób przygotowania próbek do przeprowadzenia badania ziarnistości określono w 2.3.3.6, a do badania plastyczności w 2.2.3. W przypadku konieczności powtórzenia badań z próbek jednostkowych, pobranych zgodnie z 2.1.2, należy pobrać ponownie średnią próbkę o masie 750 g.

2.2.2. Przygotowanie próbek do badań chemicznych. Ze średniej próbki przygotowanej zgodnie z 2.2.1 należy przygotować próbkę o masie  $60 \div 100$  g i rozdrobnić na kawałki o wymiarach najwyższej  $2 \times 2 \times 2$  mm.

2.2.3. Przygotowanie próbki do badania plastyczności. Do oznaczania plastyczności odważyć 150 g regeneratu, pobierając materiał z każdej z płyt, wybranych zgodnie z 2.1.1 i przygotowanych zgodnie z 2.2.1 (tj. reszty pozostającej po sporządzeniu próbki do badań fizycznych i chemicznych). Odważkę uplastyczyć na walcu opisanym w 2.2.7 o temperaturze walców  $20 \div 25^{\circ}\text{C}$  w ciągu 4 min. Następnie ze zdjętej z walca wstęgi regeneratu uformować płytkę o grubości  $12 \div 14$  mm przez złożenie i 10-krotne przepuszczenie jej między rozsuniętymi walcami.

2.2.4. Sporządzanie mieszanek. Ze średniej próbki przygotowanej wg 2.2.1 pobrać do sporządzenia mieszanki próbkę o masie 500 g.

Zależnie od rodzajów kauczuków występujących w regeneracie należy stosować do badań właściwy spośród niżej podanych przepisów (wskazówki co do wyboru typu i numeru przepisu podają normy przedmiotowe).

a) Dla regeneratów opartych na kauczukach naturalnych, butadienowo-styrenowych, butadienowych, poliizoprenowych i butadienowo-akrylonitrylowych należy stosować mieszankę, której skład w zależności od zawartości węglowodoru kauczuku podano w tabl. 2.

Tablica 2. Typ a

Skład mieszanki	Numer przepisu			
	1	2	3	4
	Zawartość węgłowodoru kauczuku, %			
	powyżej 60	60 ÷ 45	44 ÷ 30	poniżej 30
Ilość składników, g				
Regenerat	500	500	500	500
Siarka	9	7,5	6	4,5
Merkaptobenzotiazol (przyspieszcz M)	1,8	1,5	1,2	0,9
Dwufenyloguanidyna (przyspieszcz D)	0,75	0,63	0,5	0,38

b) Dla regeneratów opartych na kauczukach butylowych należy stosować mieszankę, której skład w zależności od zawartości kauczuku podano w tabl. 3.

Tablica 3. Typ b

Skład mieszanki	Numer przepisu		
	5	6	7
	Zawartość węgłowodoru kauczuku, %		
	powyżej 60	60 ÷ 45	poniżej 45
Ilość składników, g			
Regenerat butylowy	500	500	500
Tlenek cynkowy	16,3	12,5	10
Dwusiarczek czterometyloxiuramu (przyspieszcz T)	3,3	2,5	2
Merkaptobenzotiazol (przyspieszcz M)	1,6	1,25	1
Siarka	6,5	5	4

c) Dla regeneratów opartych na kauczukach chloroprenowych należy tymczasowo stosować mieszankę o składzie podanym w tabl. 4.

Tablica 4. Typ c

Skład mieszanki	Numer przepisu
	8
	Ilość składników, g
Regenerat chloroprenowy	500,0
Kwas stearynowy	2,5
Tlenek magnezowy, gatunek lekki	15,0
Tlenek cynkowy, gatunek pieczęć czerwona	20,0
Siarka	7,5
Merkaptobenzotiazol (przyspieszcz M)	2,5
N-cykloheksylo-2-benzotiazolosulfenamid (przyspieszcz HBS)	5,0

Z przygotowanych surowców sporządza się mieszanki na walcarka opisanej w 2.2.7 o temperaturze walców 20 ÷ 25°C. Mieszanki typu a wg przepisów nr 1 ÷ 4 należy wykonywać w sposób podany w tabl. 5.

Tablica 5

Składniki	Czas min	Szerokość szczeliny mm
Regenerat	4	2
Siarka		2
Merkaptobenzotiazol (przyspieszcz M)	4	2
Dwufenyloguanidyna (przyspieszcz D)		2
Łączny czas	8	

Mieszanki typu b wg recepty nr 5 ÷ 7 z regeneratów butylowych należy wykonywać w sposób podany w tabl. 6.

Tablica 6

Składniki	Czas min	Szerokość szczeliny mm
Regenerat	4	2
Tlenek cynkowy Dwusiarczek czterometylotiuuramu (przyspieszacz T) Merkaptobenzotiazol (przyspieszacz M)	3	2 2 2
Siarka	2	2
Łączny czas	9	

Mieszanki typu c z regeneratów chloroprenowych wg przepisu nr 8 należy wykonywać w sposób podany w tabl. 7.

Tablica 7

Składniki	Czas min	Szerokość szczeliny mm
Regenerat	4	2
Merkaptobenzotiazol (przyspieszacz M) N-cykloheksylo-2-benzotiazolylosulfenamid (przyspieszacz HBS)	2	2 2
Kwas stearynowy Tlenek magnezowy, gatunek lekki Tlenek cynkowy, gatunek pieczęć czerwona	2	2 2 2
Siarka	2	2
Łączny czas	10	

Sporządzone w ten sposób mieszanki regeneratu powinny odpoczywać przed wulkanizacją co najmniej przez 6 godz w temperaturze  $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$ .

#### 2.2.5. Wulkanizowanie mieszanek

a) Otrzymaną w sposób opisany w 2.2.4 a) mieszankę wulkanizuje się w postaci płytek i krążków. W celu określenia optymalnego czasu wulkanizację prowadzi się w prasach w ciągu kilku kolejnych odcinków czasu, dobranych spośród następujących: 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45 i 50 min w temperaturze  $143 \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

b) Otrzymaną w sposób opisany w 2.2.4 b) mieszankę wulkanizuje się w postaci płytek i krążków. W celu określenia optymalnego czasu wulkanizację prowadzi się w prasach w ciągu kilku kolejnych odcinków czasu, dobranych spośród następujących: 10, 20, 30, 40 i 50 min w temperaturze  $160 \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

c) Otrzymaną w sposób opisany w 2.2.4 c) mieszankę wulkanizuje się w postaci płytek i krążków. W celu określenia optymalnego czasu wulkanizację prowadzi się w prasach w ciągu kilku kolejnych odcinków czasu, dobranych spośród następujących: 20, 25, 30, 35, 40, 45 i 50 min w temperaturze  $143 \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

Próbki regeneratu po zwulkanizowaniu pozostawia się dla odpoczynku w warunkach normalnych na przeciąg czasu nie krótszy niż 6 h i nie dłuższy niż 72 h.

Dopuszcza się chłodzenie wulkanizatów w wodzie o temperaturze poniżej  $15^{\circ}\text{C}$  w przeciągu 20 min.

W protokole badania należy to odnotować.

2.2.6. Przechowywanie próbek. Próbki należy przechowywać w pomieszczeniu o temperaturze  $15 \div 25^{\circ}\text{C}$  zabezpieczając je przed bezpośrednim działaniem promieni słonecznych.

### 2.2.7. Urządzenia służące do przygotowania próbek do badań fizycznych

a) Walcarka laboratoryjna o wymiarach walców  $\varnothing 150 \times 400$  mm, frykcji 1:1,24 o obrotach wolniejszego walca 21 na 1 min. Dopuszcza się stosowanie walcarki o zbliżonej charakterystyce.

b) Prasa wulkanizacyjna o nacisku wywieranym na powierzchni formy nie mniejszym niż  $28 \text{ kg/cm}^2$ .

c) Formy wulkanizacyjne do wulkanizowania płytek o głębokości zapewniającej grubość płytki  $2 \pm 0,3$  mm zgodnie z PN-82/C-04205.

d) Formy do wulkanizowania krążków o rozmiarach zapewniających wymaganą grubość i średnicę krążka zgodnych z PN-71/C-04255.

### 2.3. Opis badań

2.3.1. Oględziny zewnętrzne. Przy oględzinach zewnętrznych należy zwrócić uwagę na obecność wtrąceń mechanicznych. W tym celu w miarę możliwości należy płytę rozwarstwić. W przypadku regeneratów trudnych do rozwarstwienia - barwnych dopuszcza się korzystanie z wzorca.

#### 2.3.2. Oznaczanie plastyczności

a) Oznaczanie plastyczności metodą ściskania do stałego odkształcenia za pomocą aparatu typu Continental należy wykonać zgodnie z PN-66/C-04287 na próbce otrzymanej wg 2.2.3.

b) Oznaczanie plastyczności metodą penetrometryczną należy wykonać zgodnie z PN-54/C-04266. Próbkę do badania przygotować wstępnie w sposób opisany w 2.2.3.

#### 2.3.3. Oznaczanie ziarnistości

2.3.3.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie ziarnistości polega na wprowadzeniu na walcach próbki regeneratu do uplastycznionego kauczuku gatunku krepa jasna.

Z wyciągniętej folii wycina się krążki, w których przy użyciu opisanego niżej przyrządu liczy się grudki w każdym krążku, przeliczając następnie na jednostkę objętości. Wielkość liczonych grudek ustalana jest przy pomocy wzorca. Metoda nie obejmuje regeneratów barwnych.

#### 2.3.3.2. Aparaty i przyrządy

a) Walcarka laboratoryjna o zalecanych wymiarach walców  $\varnothing 150 \times 400$  mm, frykcji 1:1,24 o obrotach wolniejszego walca 21 na 1 min.

b) Aparat do oznaczania ziarnistości wg rys. 2 składający się z blaszanej skrzyni odkrytej od góry, w której na dwóch przeciwległych krawędziach górnych umieszczone są prowadnice służące do wsuwania dwóch płytek szklanych. Na jednej z bocznych ścianek umieszczona jest oprawka z żarówką elektryczną, oświetlającą od dołu badaną próbkę. W celu zabezpieczenia przed nadmiernym przegrzewaniem się skrzyni, ścianki jej wyłożone są azbestem. Pożądane jest, aby dolna płytka wykonana była ze szkła matowego, górna zaś przezroczysta.

c) Wykrojnik do pobierania próbki regeneratu - analogiczny jak w kompletach borów do kotła. Średnica wykrojnika  $5 \div 8$  mm.

d) Wykrojnik o średnicy 5,69 cm do wycinania gotowych próbek w postaci krążków - analogiczny jak w przypadku wycinania pierścieni do oznaczania wytrzymałości na rozciąganie metodą pierścieniową.

e) Grubościomierz talerzykowy z wysięgiem, o dokładności pomiaru do 0,01 mm.

2.3.3.3. Sporządzanie wzorca. Rozdrobnić na walcarce 200 g wulkanizatu gumy o barwie czarnej i twardości powyżej  $50^{\circ}\text{Sh A}$ . Rozdrobniony wulkanizat należy przesiać przez sita o średnicy oczek 1,02 i 0,75 mm. Miał o masie  $0,50 \pm 0,02$  g, którego wymiary zawarte są w granicach ww. sit, rozproszyc w uplastycznionym kauczuku gatunku krepa jas-

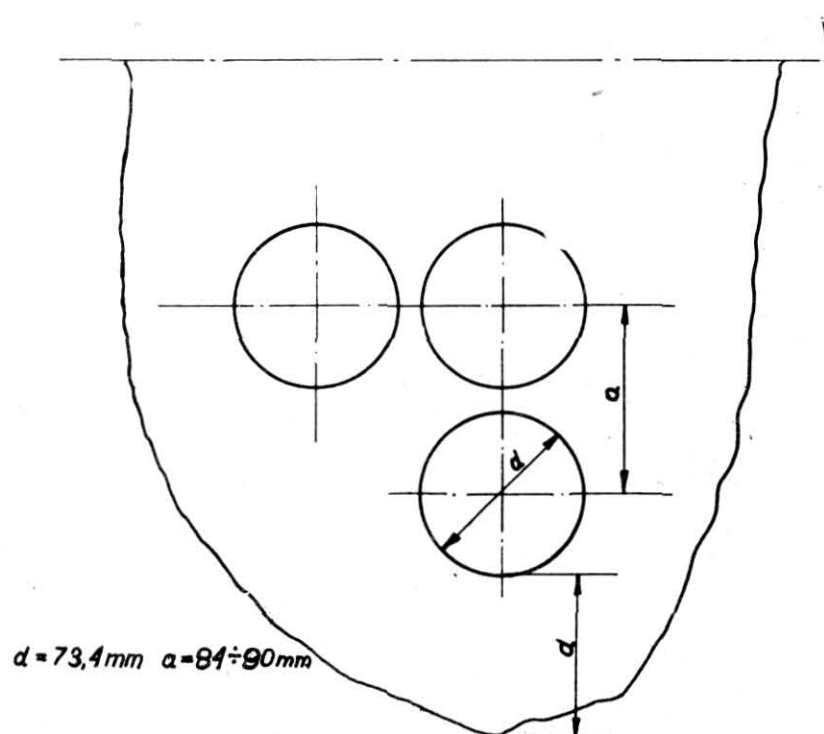
na jak w 2.3.3.6, przy czym zamiast próbki regeneratu do kauczuku wprowadza się odważoną ilość miazgi gumowej. Po wyciągnięciu folii należy obłożyć obydwie powierzchnie tomofanem i wykroić za pomocą wykrojnika krążek w odległości równej co najmniej 1 średnicy krążka od krawędzi. Krążek ten zawiera  $15 \div 30$  wyraźnie widocznych czarnych grudek o wzorcowej wielkości ziaren. Wielkość licznych grudek regeneratu w badanej próbce należy porównywać z wielkością grudek w krążku wzorcowym.

**2.3.3.4. Sposób pobierania próbki.** Z każdych wybranych do badań 5 płyt regeneratu zgodnie z 2.1.1 należy wybrać jedną w dowolny sposób i pobrać z niej próbkę do badań ziarnistości. Próbkę regeneratu do oznaczania ziarnistości należy pobrać przy pomocy wykrojnika wymienionego w 2.3.3.2 przez wycięcie cylindra w rogu wybranej płyty regeneratu, w odległości 50 mm od obu krawędzi płyty. Następnie odrzucić zewnętrzne (wytalkowane) warstwy cylindra o grubości co najmniej 5 mm, przeznaczając jego środkową część do wykonywania oznaczania.

#### 2.3.3.5. Materiały

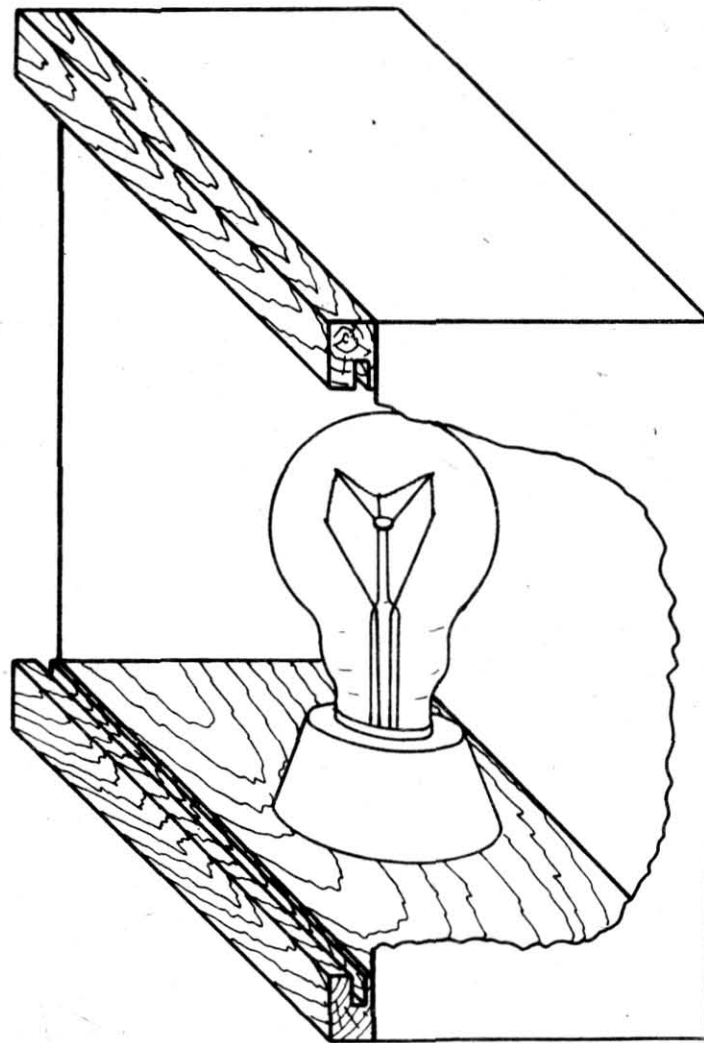
- a) Kauczuk gatunku krepa jasna.
- b) Wulkanizat czarnej gumy do sporządzenia wzorca - o twardości powyżej  $50^{\circ}$  Sh A.
- c) Tomofan w arkuszach.

**2.3.3.6. Przygotowanie próbki do pomiaru ziarnistości.** Należy odważyć 450 g krepki jasnej i uplastyczniać na walcach w temperaturze  $20 \div 25^{\circ}\text{C}$  w ciągu 45 min. Następnie należy pobrać próbkę regeneratu w sposób opisany w 2.3.3.4 i odważyć  $0,50 \pm 0,02$  g regeneratu. Z uplastycznionego kauczuku krepa jasna odważyć 150 g (pozostałą część wykorzystać do kolejnych oznaczeń) i dalej uplastyczniać przy temperaturze walców  $30 \div 25^{\circ}\text{C}$  w ciągu 2 min i przy szczelinie między walcami o szerokości poniżej 1 mm. Potem wprowadzić odważoną próbkę regeneratu i mieszać ją z kauczukiem w ciągu następnych 2 min przy szerokości szczeliny między walcami nie mniejszej niż  $2 \div 2,5$  mm, często podcinając plastyk nożem. Następnie zmniejszyć szczelinę między walcami i przez jednokrotne przepuszczenie próbki wyciągnąć z niej folię o grubości  $1 \div 2$  mm. W celu zapobieżenia sklejeniu się folii oraz jej zanieczyszczeniu bezpośrednio po zdjęciu z walców umieścić ją z obu stron metalowym wałeczkiem i dopiero wówczas mierzyć grubość filmu, odliczając sumę grubości 2 arkuszy tomofanu. Z wyciągniętej folii wyciąć przy pomocy wykrojnika 3 krążki w miejscach pokazanych na rys. 1.



Rys. 1

**2.3.3.7. Wykonanie pomiaru.** Oczyszczyć płytki szklane aparatu (rys. 2). Umieścić na matowej płytce krążek wzorcowy i krążki badane. Włączyć przyrząd do kontaktu i liczyć w świetle przechodzącym tylko te grudki regeneratu, które wielkością odpowiadają wzorcowym lub są od nich większe.



Rys. 2

**2.3.3.8. Obliczanie i interpretacja wyników.** Ziarnistość regeneratu, wyrażoną liczbą ziaren w przeliczeniu na  $10 \text{ cm}^3$  objętości próbki, należy obliczyć wg wzoru

$$Z = K \frac{x_1 + x_2 + x_3}{3h} \quad (1)$$

w którym:

- $x_1, x_2, x_3$  - odczytane liczby ziaren w poszczególnych próbkach (krążkach),
- 3 - liczba badanych próbek,
- $h$  - grubość filmu, cm,
- $K$  - współczynnik obliczony wg wzoru (2)

$$K = \frac{10}{\pi \cdot r^2} \quad (2)$$

w którym:

- 10 - mnożnik umożliwiający odniesienie ziarnistości regeneratu do przyjętej za jednostkę porównawczą - objętości  $10 \text{ cm}^3$  próbki (krepka z domieszką regeneratu),
- $r$  - promień próbki (krążka).

Przy użyciu krążka o podanym wyżej wymiarze ( $2r = 5,69$ ) współczynnik wg wzoru (2) przyjmuje wartość  $K = 0,39$ , a wzór (1) postać

$$Z = 0,39 \frac{x_1 + x_2 + x_3}{3h}$$

**2.3.4. Oznaczanie wytrzymałości na rozciąganie i wydłużenie przy zerwaniu mieszanki zwulkanizowanej** należy przeprowadzić zgodnie z PN-82/C-04205.

2.3.5. Oznaczanie masy objętościowej (gęstości, masy właściwej) mieszanki zwulkanizowanej należy przeprowadzić zgodnie z PN-83/C-04215.

2.3.6. Oznaczanie elastyczności mieszanki zwulkanizowanej należy przeprowadzić zgodnie z PN-71/C-04255.

2.3.7. Oznaczanie twardości mieszanki zwulkanizowanej należy przeprowadzić zgodnie z PN-80/C-04238.

2.3.8. Oznaczanie zawartości wilgoci i ciał lotnych. Około 2 g regeneratu przygotowanego zgodnie z 2.2.2 odważyć w naczynku wagowym z dokładnością do 0,001 g i suszyć w suszarce w temperaturze  $105 \pm 2^{\circ}\text{C}$  do stałej masy<sup>1)</sup>. Zawartość wilgoci i ciał lotnych (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

- $m$  - odważka regeneratu przed suszeniem, g,
- $m_1$  - masa pozostałości po suszeniu, g.

2.3.9. Oznaczanie popiołu. Do oznaczania zawartości popiołu należy pobrać próbkę z regeneratu przygotowanego zgodnie z 2.2.2. Oznaczanie przeprowadzać zgodnie z PN-81/C-04240.

2.3.10. Oznaczanie zawartości sadzy w regeneratach z wyłączeniem regeneratu butylowego. Należy pobrać próbkę regeneratu przygotowanego wg 2.2.2 i przeprowadzić oznaczenie wg PN-75/C-04231.

#### 2.3.11. Oznaczanie zawartości sadzy w regeneracie butylowym

2.3.11.1. Zasada oznaczania. Z próbki regeneratu przygotowanego wg 2.2.2, wysuszonej i wyekstrahowanej acetonem, przeprowadza się zawarty w niej węglowodór butylowy do roztworu. Pozostały osad suszy się i następnie wypraża. Z różnicy jego masy określa się zawartość sadzy w regeneracie.

#### 2.3.11.2. Aparatura i sprzęt pomiarowy

- a) Piec mufłowy.
- b) Kolba z chłodnicą zwrotną.
- c) Płytki elektryczne.
- d) Dwa tygle Goocha różnych rozmiarów.
- e) Próżniowa pompa wodna.
- f) Łaźnia wodna.
- g) Suszarka szafkowa.
- h) Eksykator.

#### 2.3.11.3. Odczynniki i materiały

- a) Kwas azotowy cz. stężony.
- b) Ksylen cz.
- c) Woda destylowana.
- d) Amoniak, roztwór 1+4.
- e) Chloroform cz.
- f) Eter naftowy cz.
- g) Aceton cz.
- h) Kwas solny cz. (1,19).

<sup>1)</sup> Naczyńko po wyjęciu z suszarki wstawić do eksykatora i po ostudzeniu zważyć.



**2.3.11.4. Wykonanie oznaczania.** Odważyć z dokładnością do 0,0002 g około 0,5 g zmielonej, wyekstrahowanej acetonem i wysuszonej gumy, umieścić w suchej kolbie z doszlifowaną chłodnicą zwrotną. Do próbki dodać 50 ÷ 60 ml stężonego kwasu azotowego oraz 5 ml kwasu siarkowego i ostrożnie, nie dopuszczając do gwałtownej reakcji, ogrzewać na zakrytej płytce elektrycznej w ciągu 80 ÷ 90 min w temperaturze 100 ÷ 130°C do całkowitego rozłożenia próbki. Następnie wlać do roztworu ostrożnie małymi porcjami przez chłodnicę 30 ÷ 40 ml zimnej wody destylowanej i przesączyć przez tygiel Goocha, napełniony do 1/3 objętości ścisłą warstwą wyprażonego azbestu (do tygli Goocha). Sączenie przeprowadzać przy użyciu pompy wodnej, stosując umiarkowaną próżnię w celu zapobieżenia przechodzeniu sadzy do przesączu. Zawartość tygla i kolbę, w której przeprowadzony był rozkład gumy, przemyć 6 ÷ 7 razy roztworem amoniaku (1+4) i kilka razy gorącą destylowaną wodą do otrzymania bezbarwnego przesączu. Następnie tygiel postawić na arkuszu czystej bibuły i ostrożnie przenieść azbest z odsączonym osadem do przemytej kolby, w której znajdował się roztwór przed przesączeniem. Tygiel wytrzeć kawałkiem czystego azbestu, przyciskając go pincetą do ścianek i dna tygla.

Ślady sadzy i resztki kawałków azbestu wymyć z tygla do kolby 50 ml ciepłej mieszaniny chloroformu i eteru naftowego (1:1).

W przypadku gdy po przemyciu na ściankach tygla pozostają ślady sadzy, tygiel wysuszyć do stałej masy w temperaturze 170°C, wyprażyć w piecu muflowym i zważyć ponownie. Masę osadu uwzględnia się przy obliczaniu procentowej zawartości sadzy.

Zawartość kolby zalać 200 ml mieszaniny chloroformu i eteru naftowego i ogrzewać do wrzenia pod chłodnicą zwrotną na łaźni wodnej w ciągu 2,5 ÷ 3,0 h. Roztwór przesączyć przez drugi tygiel Goocha o większych rozmiarach, napełniony do 1/3 objętości ściśle ubitym azbestem.

Jeśli sadza przechodzi do przesączu, przeprowadzić powtórnie sączenie. Azbest z osadem przemyć w tyglu Goocha 3 ÷ 4 razy ciepłą mieszaniną chloroformu i eteru naftowego do otrzymania bezbarwnego przesączu.

Osad pozostały w tyglu Goocha po przesączeniu roztworu kauczuku przemyć 3 ÷ 4 razy gorącą wodą destylowaną i 80 ml mieszaniny chloroformu i acetonu (1:1). Przesączyć usunąć w celu uniknięcia gwałtownej reakcji przy dalszym przemycaniu, osad przemyć 50 ml kwasu solnego, a następnie gorącą wodą destylowaną do zaniku reakcji na chlor. Tygiel suszyć w suszarce w temperaturze 170 ÷ 180°C do całkowitego spalenia cząstek węgla, wystudzić w eksykatorze i ponownie zważyć.

Zawartość sadzy (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(a_2 - a_1) \cdot 100}{b \cdot 1,05} \quad (4)$$

w którym:

$a_1$  - masa tygla z osadem po wysuszeniu, g,

$a_2$  - masa tygla z osadem po wyprażeniu, g,

$b$  - masa badanej próbki, g,

1,05 - poprawkowy współczynnik ustalony doświadczalnie.

**2.3.11.5. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń.

**2.3.12. Oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w acetonie.** Do oznaczania zawartości substancji rozpuszczalnych w acetonie pobrać próbkę regeneratu przygotowanego zgodnie z 2.2.2. Oznaczanie przeprowadzić zgodnie z PN-74/C-04219.

Dopuszcza się również posługiwanie aparatem Soxhleta przy wykonywaniu oznaczania.

**2.3.13. Oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w chloroformie.** Do oznaczania zawartości substancji rozpuszczalnych w chloroformie pobrać próbkę regeneratu przygotowaną zgodnie z 2.2.2. Oznaczanie przeprowadzić zgodnie z PN-74/C-04219.

Dopuszcza się również posługiwanie się aparatem Soxhleta przy wykonywaniu oznaczania.

2.3.14. Oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w benzynie. Do oznaczania zawartości substancji rozpuszczalnych w acetonie pobrać próbkę regeneratu przygotowanego zgodnie z 2.2.2. Oznaczanie przeprowadzić zgodnie z PN-74/C-04219 z tą różnicą, że zamiast acetonu stosować benzynę ekstrakcyjną.

Dopuszcza się również posługiwanie się aparatem Soxhleta przy wykonywaniu oznaczania.

2.3.15. Oznaczanie zawartości węglowodoru kauczuku w regeneracie. Zawartość procentową węglowodoru kauczuku ( $X$ ) obliczyć wg wzoru

$$X = 100 - (X_1 + X_2 + X_3 + X_4) \quad (5)$$

w którym:

$X_1$  - zawartość ekstraktu acetonowego,

$X_2$  - zawartość popiołu,

$X_3$  - zawartość sadzy,

$X_4$  - łączna zawartość ekstraktu chloroformowego, wilgoci i siarki całkowitej.

Wielkość  $X_4$  ocenia się szacunkowo, jako wartość stałą, równą w przybliżeniu 3,5%.

#### 2.3.16. Oznaczanie alkaliczności

2.3.16.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie alkaliczności regeneratu polega na prażeniu próbki regeneratu w atmosferze azotu, przemyciu jej wodą destylowaną i zmiareczkowaniu jej kwasem solnym wobec oranżu metylowego.

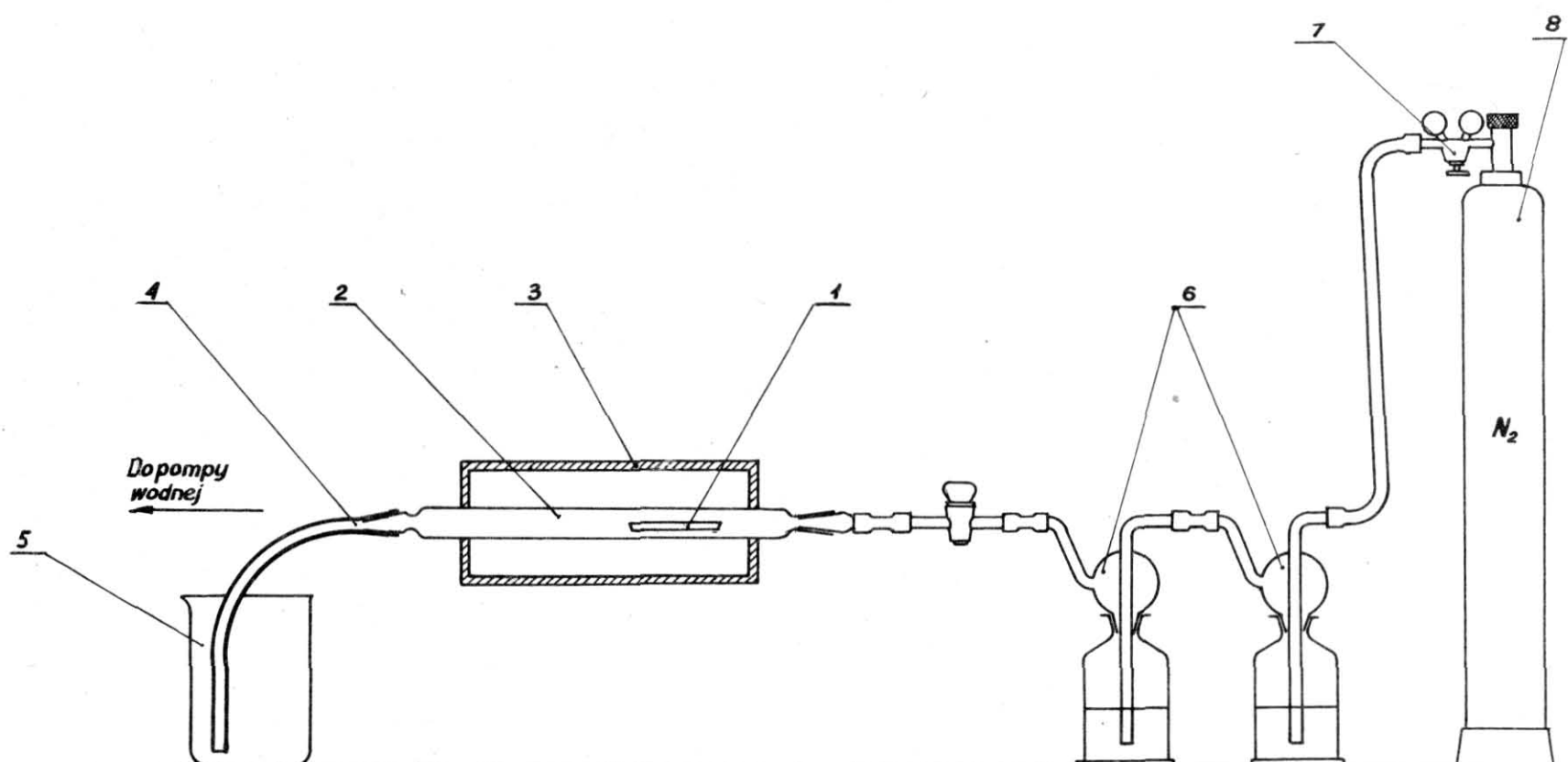
#### 2.3.16.2. Aparatura i przyrządy

- a) Rura kwarcowa do spalań zamykana na szlif.
- b) Piec elektryczny rurowy z regulacją temperatury w granicach  $200 \div 1000^\circ\text{C}$ .
- c) Butla ciśnieniowa na azot z reduktorem.
- d) Dwie płuczki Drechsela, każda o pojemności 300 ml, napełnione do połowy wysokości roztworem pirogalolu w ługu potasowym.
- e) Próżniowa pompa wodna.
- f) Biureta automatyczna.
- g) Łódeczka porcelanowa do spalań, niepolewana, o szerokości  $10 \div 12$  mm i długości  $65 \div 75$  mm.
- h) Lejek szklany.
- i) Dwa pręciki szklane.

#### 2.3.16.3. Odczynniki i materiały

- a) Azot techniczny.
- b) Pirogalol, roztwór 33-procentowy (roztwór A).
- c) Wodorotlenek potasowy, roztwór 60-procentowy (roztwór B). Roztwór ten należy przygotować na 3 dni przed wykonaniem oznaczania.
- d) Pirogalol, roztwór alkaliczny do płuczek (roztwór C), otrzymany przez zmieszanie jednej części objętościowej roztworu A i pięciu części objętościowych roztworu B.
- e) Woda destylowana.
- f) Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,1n.
- g) Oranż metylowy - wskaźnik.

2.3.16.4. Przygotowanie aparatu do oznaczania. Rurę kwarcową przemyć acetonem, a pozostający na ściankach po poprzednim oznaczeniu węgiel wyprażyć nad palnikiem gazowym. Łódeczkę porcelanową wymyć mieszaniną chromową, opłukać wodą destylowaną i wysuszyć. Płuczki napełnić mieszaniną roztworów pirogalolu; aparaturę zestawić wg rys. 3.



Rys. 3

1 - łódeczka do spalań, 2 - rura kwarcowa do spalań, 3 - piec rurowy do spalań, 4 - wąż gumowy odprowadzający, 5 - zlewka, 6 - płuczka, 7 - reduktor, 8 - butla z azotem

**2.3.16.5. Wykonanie oznaczania.** Piec elektryczny rurowy 3 nagrzać do temperatury  $450^{\circ}\text{C}$ . Podłączyć pompkę wodną i przepuszczać azot z butli 8 przez płuczki 6 i przez rurę pieca 2 w ciągu 5 min. Następnie, przy ciągłym przepuszczaniu azotu, odłączyć pompkę i założyć wąż gumowy 4 z odprowadzeniem do zlewki 5 napełnionej wodą. Z przygotowanej próbki odważyć w łódeczce porcelanowej 1 - z dokładnością do  $0,0002\text{ g}$  -  $0,8\text{ g}$  regeneratu rozdrobnionego do wielkości cząstek około  $1\text{ mm}$ . Łódeczkę porcelanową z próbką umieścić w połowie długości rury do spalań 2 i przepuszczać strumień azotu w ciągu 1 h. Szybkość przepływu gazu może wahać się w granicach  $25 \div 30$  pęcherzyków na 1 min.

Po zakończeniu prażenia próbki podłączyć do aparatu na 10 min pompkę wodną w celu odprowadzenia z rury gazowych produktów rozpadu regeneratu. Dopływ azotu należy zamknąć. Następnie łódeczkę z badaną próbką wysunąć z rury za pomocą długiego ( $200\text{ cm}$ ) pręcika szklanego i przenieść do zlewki, zalewając wodą destylowaną w ilości wystarczającej do przykrycia łódeczki. Próbkę bardzo starannie rozgniatać pręcikiem szklanym w ciągu  $\frac{1}{2}\text{ h}$ . Łódeczkę wyjąć i dokładnie opłukać nad zlewką zawierającą próbkę z wodą destylowaną. Następnie roztwór przesączyć do kolby stożkowej i zmiareczkować  $0,1\text{ n}$  roztworem kwasu solnego wobec oranżu metylowego.

Alkaliczność regeneratu ( $X$ ) wyrażoną w procentach obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{0,004 \cdot V \cdot 100}{a} \quad (6)$$

w którym:

- $V$  - objętość  $0,1\text{ n}$  roztworu kwasu solnego zużytego do zmiareczkowania próbki, ml,
- $0,004$  - objętość roztworu wodorotlenku sodowego odpowiadająca  $1\text{ ml}$   $1\text{ n}$  roztworu kwasu solnego,
- $a$  - masa regeneratu pobrana do oznaczania, g.

**2.3.16.6. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną z wyników co najmniej dwóch oznaczeń.

K O N I E C

Informacje dodatkowe

INFORMACJE DODATKOWE1. Normy międzynarodowe

NRF DIN 53537

Węgry MSZ 11081-59 Gumiregenerát Vizsgaluta éz monisitésa

ZSRR FOCT 3350-54

2. Wydanie 2 - stan aktualny: wrzesień 1986 - uaktualniono normy związane.