

**КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ
БУТАДИЕНОВЫЕ**

Метод определения содержания меди и железа

Stereoregular butadiene synthetic rubbers.
Method for determination of
copper and iron content

**ГОСТ
19920.5—74***

**Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 16 июля 1974 г. 1689 срок действия установлен**

с 01.01.75

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на бутадиеновые стереорегулярные синтетические каучуки и устанавливает метод определения массовой доли меди и железа спектральным эмиссионным анализом.

Метод предусматривает предварительное концентрирование примесей металлов озолением каучука и спектральный эмиссионный анализ концентрата примесей на графитовом коллекторе.

Сущность метода заключается в испарении пробы из кратера графитового электрода в дуге переменного тока и получении спектрограмм на кварцевом спектрографе средней дисперсии.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

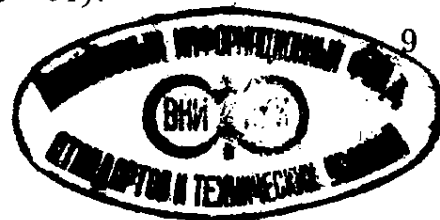
1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения массовой доли меди и железа применяют:
· спектрограф кварцевый средней дисперсии типа ИСП-28 или ИСП-22 с трехлинзовой системой освещения щели;
генератор дуги переменного тока типа ДГ-2;
спектропроектор типа ДСП-1 или ПС-18;
микрофотометр типа МФ-2 или МФ-4;
электроды графитовые марки С-3, диаметром 6 мм;
станок для заточки электродов;
подставка для электродов с колпаком из органического стекла;
фотопластинки для научных целей, тип I, чувствительностью 1—6 относительных единиц;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (август 1988 г.) с Изменением № 1,
утвержденным в июне 1984 г. (ИУС 9—84).



меди окись по ГОСТ 16539—79, ч.д.а.;
 натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, ч.д.а.;
 графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463—79;
 чашки из платины № 115—2 (3) по ГОСТ 6563—75;
 шпатель из платины № 209 (210) по ГОСТ 6563—75;
 ступка агатовая с пестиком, диаметром не менее 5 см;
 печь муфельная с термопарой.
 (Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. (Исключен, Изм. № 1).

2.2. Приготовление исходной контрольной смеси

Для приготовления 10 г исходной смеси, содержащей 1% каждой примеси, берут следующие навески окислов и графитового порошка, взвешенные с погрешностью не более 0,0002 г:

окиси железа — 0,1430;

окиси меди — 0,1252;

угольного порошка — 9,7318.

Приготовление контрольной смеси осуществляют перемешиванием в агатовой ступке окислов с графитовым порошком в течение 3-х ч. Контрольные смеси с убывающей концентрацией получают последовательным разбавлением предыдущей контрольной смеси основой — графитовым порошком. В каждую контрольную смесь вводят 4% хлористого натрия.

2.3. Расчет приготовления рабочих контрольных смесей приведен в таблице.

Наименования смесей	Нормы, г
1. Рабочая контрольная смесь ($1 \cdot 10^{-1}\%$):	
а) исходная рабочая контрольная смесь 1%	0,5000
б) натрий хлористый	0,2000
в) порошок графитовый	4,3000
2. Рабочая контрольная смесь ($3 \cdot 10^{-2}\%$):	
а) рабочая контрольная смесь I ($1 \cdot 10^{-1}\%$)	1,5000
б) натрий хлористый	0,1400
в) порошок графитовый	3,3600
3. Рабочая контрольная смесь ($1 \cdot 10^{-2}\%$):	
а) рабочая контрольная смесь II ($3 \cdot 10^{-2}\%$)	1,5000
б) натрий хлористый	0,1200
в) порошок графитовый	2,8800

Наименования смесей	Нормы, г
4. Рабочая контрольная смесь ($3 \cdot 10^{-3}\%$):	
а) рабочая контрольная смесь III ($1 \cdot 10^{-2}\%$)	1,5000
б) натрий хлористый	0,1400
в) порошок графитовый	3,3600
5. Рабочая контрольная смесь ($1 \cdot 10^{-3}\%$):	
а) рабочая контрольная смесь IV ($3 \cdot 10^{-3}\%$)	1,5000
б) натрий хлористый	0,1200
в) порошок графитовый	2,8800
6. Рабочая контрольная смесь ($3 \cdot 10^{-4}\%$):	
а) рабочая контрольная смесь V ($1 \cdot 10^{-3}\%$)	1,5000
б) натрий хлористый	0,1400
в) порошок графитовый	3,3600

2.4. Подготовка электродов

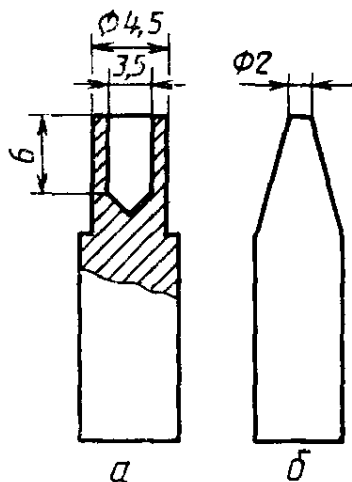
Верхний электрод затачивают на конус с площадкой диаметром 2 мм. В нижнем электроде высверливают кратер глубиной 6 мм, шириной 3,5 мм, при внешнем диаметре 4,5 мм.

Электроды имеют вид, изображенный на черт. 1.

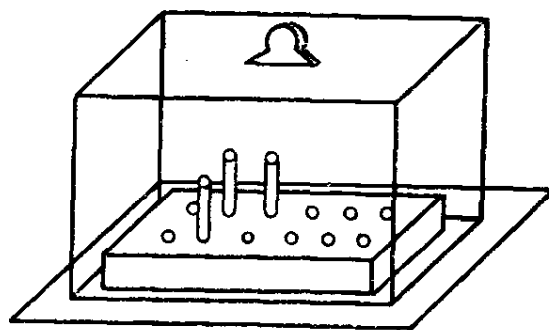
Электроды хранят в штативе из органического стекла с колпаком. Общий вид штатива изображен на черт. 2.

Электроды: а — нижний
б — верхний

Штатив для углей



Черт. 1



Черт. 2

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Озоление каучука и приготовление проб
1 г мелконарезанного каучука, взятого от средней пробы и взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, заворачивают в

сезольный фильтр, помещают в платиновую чашку и ставят в нагретую муфельную печь. Озоление каучука проводят при $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ в течение 20—30 мин. Операцию получения золы постоянной массы исключают, так как спектральное определение не требует полного выгорания углерода. Золу каучука из чашки с помощью платинового шпателя извлекают и перемешивают с 60 мг коллектора, содержащего 4% хлористого натрия. Коллектор предварительно готовят перемешиванием 40 мг хлористого натрия с 960 мг графитового порошка в агатовой ступке в течение 30 мин.

При этом достигается равномерность распределения хлористого натрия и нужная тонкость помола. Полученную таким образом обогащенную пробу делят на три равные навески и помещают в кратеры трех электродов для получения трех параллельных спектрограмм. Все манипуляции по взвешиванию и переносу порошков проводят с помощью маленьких кюветок, сделанных из кальки.

3.2. Получение спектрограмм

Обогащенные пробы и контрольные смеси испаряют в дуге переменного тока и фотографируют на спектрографе.

Для съемки используют навески контрольных смесей, равные 20 мг.

На одну пластинку снимают спектры 4—5 контрольных смесей и 7—8 испытуемых проб по три параллельных спектра каждой пробы и контрольной смеси.

3.2.1. Режим съемки спектрограмм

Сила тока дуги, А	10
Время экспозиции, с	90
Ширина щели, спектрографа, мм	0,010
Расстояние между электродами, мм	2,5
Диафрагма промежуточная, мм	5
Ослабитель трехступенчатый	

Фотопластинки спектральные, типа I, чувствительностью 1—6 единиц.

3.3. Пластинки проявляют в метол-гидрохиноновом проявителе и применяют быстросействующий фиксаж.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Качественную расшифровку спектральных линий проводят на спектропроекторе при помощи атласа спектральных линий. Для анализа используют аналитические линии следующих длин волн:

Fe—259,9 4 нм; Cu — 327,3 нм.

фотометре. Из трех параллельных спектров находят среднюю плотность почернения анализируемой линии.

4.2. Градуировочные графики строят по контрольным смесям для каждого элемента отдельно. На оси абсцисс откладывают логарифмы концентраций сфотографированных контрольных смесей ($\lg C$), а на оси ординат — соответствующие им экспериментально найденные плотности почернений ($S_{\text{ср}}$). Зная $S_{\text{ср}}$, для неизвестных проб, по графикам определяют вначале $\lg C$, а затем и C — массовую долю металлов в обогащенной анализируемой пробе в процентах.

4.3. Массовую долю металлов (X_2) в процентах вычисляют с учетом коэффициента обогащения по следующей формуле

$$X_2 = C : \frac{m}{3.20},$$

где C — массовая доля металла в обогащенной пробе, %;

m — масса навески каучука, мг;

$\frac{m}{3.20}$ — коэффициент обогащения пробы, представляющий собой отношение величины массы навески каучука к величине массы навески коллектора, используемых при анализе для съемки единичного спектра.

Допускаемое расхождение между двумя параллельными анализами при определении массовой доли меди 0,00001 абс. %, при определении массовой доли железа 0,0006 абс. %.

Чувствительность метода для определения массовой доли железа $4 \cdot 10^{-5}$ абс. %, меди $6 \cdot 10^{-6}$ абс. %.