

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ
БУТАДИЕНОВЫЕ

Метод определения содержания меди и железа

Stereoregular butadiene synthetic rubbers.
Method for determination of
copper and iron contentГОСТ
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 озолещенном каучуке 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 ДТ-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

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

железа окись по ТУ 6—09—5346—87, ч.д.а.;
 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:

оксида железа — 0,1430;
 оксида 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

Продолжение

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

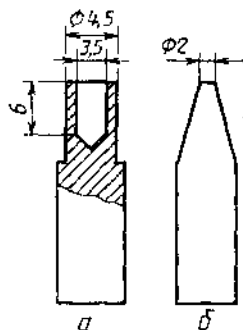
Верхний электрод затачивают на конус с площадкой диаметром 2 мм. В нижнем электроде высверливают кратер глубиной 6 мм, шириной 3,5 мм, при внешнем диаметре 4,5 мм.

Электроды имеют вид, изображенный на черт. 1.

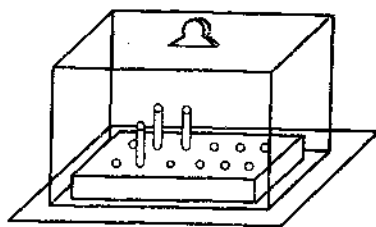
Электроды хранят в штативе из органического стекла с колпаком. Общий вид штатива изображен на черт. 2.

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