ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КАУЧУК СИНТЕТИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ, ЖЕЛЕЗА И ТИТАНА

ГОСТ 19816.2—74
(СТ СЭВ 2351—80)

Издание официальное

12 р. 30 к. БЗ 6—91

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Е. А. Богачкова*

Сдано в наб. 06.05.92 **Подп. в печ.** 11.06.92. Усл. печ. л. 0,75. Усл. кр.-отт. 0,75. Уч.-изд. л. 0,66. **Тир. 900 экз.**

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3.
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1198

УДК 678.7 : 546.56.06+678.7 : 546.72.06 : 006.354 Группа Л69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАУЧУК СИНТЕТИЧЕСКИЙ

Метод определения меди, железа и титана

Synthetic rubber. Method for determination of copper, iron and titanium content

ГОСТ 19816.2—74

(СТ СЭВ 2351—80)

ОКСТУ 2209

Срок действия с 01.01.75
до 01.01.96

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли меди, железа и титана в синтетических каучуках всех типов, кроме каучуков на основе кремнийорганических соединений.

Метод заключается в озолении каучука, растворении минеральной части каучука в кислоте, отделении избытком аммиака меди от железа и титана и колориметрическом определении массовых долей металлов:

меди — по реакции взаимодействия с диэтилдитиокарбаматом натрия,

железа — по реакции взаимодействия с сульфосалициловой кислотой,

титана — по реакции взаимодействия с перекисью водорода.

1а. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1а.1. Отбор и подготовку проб высокомолекулярных каучуков проводят по ГОСТ 27109—86.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а.2. Отбор и подготовку проб низкомолекулярных каучуков проводят по нормативно-технической документации на конкретные виды каучуков.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1974
© Издательство стандартов, 1992
Переиздание с изменениями

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Печь муфельная с термопарой, в комплекте с электронным потенциометром КСП-4, градуировки ХК с пределами изменения температуры от 0 до 600°С, класс точности 0,5. Допускается применять средства измерения другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88.

Плитка электрическая с закрытым обогревом или песчаная баня.

Гири 2-го класса точности по ГОСТ 7328—82.

Тигли и чашки платиновые по ГОСТ 6563—75 или фарфоровые по ГОСТ 9147—80, вместимостью 40—100 $см^3$.

Стакан В(Н)-1—150(250) по ГОСТ 25336—82.

Воронки делительные ВД 1(3) — 250 по ГОСТ 25336—82.

Колбы мерные 2—25, 100, 500, 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770—74.

Цилиндры мерные 1—25, 50 по ГОСТ 1770—74.

Бюретки 1—2—25—0,05(0,1) по ГОСТ 20292—74.

Бюретки 6(7) —2—5(10) с ценой деления 0,02 $см^3$ по ГОСТ 20292—74.

Пипетки 1(4)—2—1 и 2—2—5, 10, 15, 25, 50 по ГОСТ 20292—74.

Калий сернокислый кислый (биосульфат) по ГОСТ 4223—75, ч. д. а., или калия пиросульфат по ГОСТ 7172—76, ч. д. а.

Магний азотнокислый ч. д. а. по ГОСТ 11088—75, раствор с массовой долей 20%.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, концентрированная и растворы $c[1/2H_2SO_4]=0{,}001$, 0,01 и 3 моль/$дм^3$.

Кислота азотная х. ч. или ч. д. а. по ГОСТ 4461—77, концентрированная.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, раствор с массовой долей 25%.

Аммиак водный, ч. д. а. по ГОСТ 3760—79, концентрированный, растворы с массовой долей 10 и 1%.

Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, ч. д. а. или цинка диэтилдитиокарбамат, раствор с массовой долей 0,1%.

Хлороформ технический, высший сорт по ГОСТ 20015—74 или фармакопейный или углерод четыреххлористый, технический, высший сорт по ГОСТ 20288—74.

Перекись водорода (пергидроль), х. ч. по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 3%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Растворы, содержащие Cu, Fe^{3+} и Ti, приготовленные по ГОСТ 4212—76.

Бумага индикаторная «конго красная».

Фильтры беззольные «белая лента» диаметром 90 мм.

Аммония сульфат по ГОСТ 3769—78.

Диоксид титана.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. *Приготовление контрольных растворов*

2.1.1. *Приготовление контрольного раствора меди*

Пипеткой отбирают 10 см³ раствора, содержащего Cu, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и разбавляют 0,001 н. раствором серной кислоты до метки. 1 см³ этого раствора содержит 0,00001 г меди.

2.1.2. *Приготовление контрольного раствора железа*

Пипеткой отбирают 25 см³ раствора, содержащего Fe^{3+}, переносят его в мерную колбу вместимостью 500 см³ и разбавляют 0,01 н. раствором серной кислоты до метки. 1 см³ этого раствора содержит 0,00005 г железа.

2.1.3. Для приготовления контрольного раствора титана (0,1670±0,0002) г диоксида титана помещают в химический стакан, добавляют 8,5—9,0 г сульфата аммония, 30 см³ концентрированной серной кислоты и нагревают до полного растворения. Затем раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, содержащую 200—300 см³ дистиллированной воды, смывая стенки стакана раствором серной кислоты 3 моль/дм³, и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой. 1 см³ этого раствора содержит 0,0001 г титана.

Допускается использовать контрольный раствор титана по ГОСТ 4212—76, при этом 1 см³ раствора должен содержать 0,0001 г титана.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. (5,0±0,1) г высокомолекулярного каучука, взвешенного с погрешностью не более 0,02 г, заворачивают в беззольный фильтр и помещают в платиновую или фарфоровую чашку или тигель.

(5,0±0,1) г низкомолекулярного каучука, взвешенного с погрешностью не более 0,02 г, помещают в платиновую или фарфоровую чашку и накрывают кусочком беззольного фильтра, вырезанного по диаметру чашки.

Подготовленную таким образом пробу сжигают в муфельной печи при температуре 550—600°С до прекращения выделения паров при полуоткрытом глазке в дверце печи.

Допускается использование золы, полученной по ГОСТ 19816.4—74.

(Измененная редакция, Изм. №. 1, 2).

2.2.1. При анализе каучуков каталитической полимеризации содержимое чашки или тигля прокаливают до исчезновения черных точек в золе.

К золе добавляют (2,0±0,1) г бисульфата калия, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, и чашку снова помещают в муфельную печь. Сплавление считают законченным через 5—10 мин, когда содержимое чашки станет жидким и прозрачным.

Если сплав остается непрозрачным, необходимо продолжить сплавление, добавив еще 2—3 г бисульфата калия.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2.2. При анализе эмульсионных каучуков к полученному обуглившемуся остатку добавляют 1 см³ раствора азотнокислого магния с массовой долей 20%, слегка упаривают раствор и вновь помещают в муфельную печь. Через 5 мин в чашку добавляют еще 1 см³ раствора азотнокислого магния, упаривают 1—2 мин и ставят в муфельную печь до получения белого осадка.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В охлажденную чашку, содержащую золу, наливают 20 см³ 3 н. раствора серной кислоты и нагревают до полного растворения осадка, затем содержимое чашки переносят в стакан вместимостью 250 см³, смывая порциями по 5 см³ дистиллированной воды. В раствор, находящийся в стакане, добавляют 2 см³ концентрированной азотной кислоты и нагревают его до кипения.

По охлаждении в стакан помещают кусочек бумаги конго красный и прибавляют при перемешивании по каплям концентрированный аммиак до изменения окраски бумаги из синей в красную.

После этого прибавляют еще 1 см³ аммиака и дают раствору кипеть в течение 1—2 мин.

После охлаждения осадок гидроокисей железа и титана отфильтровывают через бумажный фильтр, собирая фильтрат в делительную воронку вместимостью 250 см³.

Осадок промывают пять-шесть раз раствором аммиака с массовой долей 1% порциями по 5 см³, затем в фильтрат добавляют такое количество раствора аммиака с массовой долей 1%, чтобы общий объем в делительной воронке составлял не более 100 см³.

3.2. Определение массовой доли меди

В делительную воронку с фильтратом наливают 5 см³ раствора диэтилдитиокарбамата с массовой долей 0,1% натрия, воронку закрывают стеклянной пробкой и энергично встряхивают в течение 2 мин. После этого в воронку наливают 15 см³ хлороформа или четыреххлористого углерода и окрашенный комплекс экстрагируют, встряхивая воронку в течение 4 мин. После разделения слоев нижний слой сливают в мерную колбу вместимостью 25 см³, следя за тем, чтобы носик воронки был сухим. Затем содержимое воронки повторно экстрагируют 10 см³ хлороформа или четыреххлористого углерода, встряхивая воронку в течение 2 мин.

Нижний слой сливают в ту же мерную колбу и недостающий до метки объем дополняют хлороформом или четыреххлористым углеродом. Полученный экстракт перемешивают, наливают в кювету фотоэлектроколориметра с толщиной поглощающего свет слоя жидкости 50 мм и помещают в прибор. Через 5 мин экстракт фотометрируют в фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (с областью пропускания 400—480 нм) или на спектрофотометре при длине волны 440 нм. Для сравнения в другие кюветы наливают дистиллированную воду.

Полученное показание прибора проверяют еще раз через 2 мин и, если новое показание отличается больше чем на 2 единицы во втором знаке, измерение повторяют еще раз через 2 мин.

3.3. Определение массовой доли железа

Фильтр с осадком гидроокисей железа и титана помещают в стакан вместимостью 250 см³, в котором проводилось осаждение аммиаком, и приливают 50 см³ 3 н. раствора серной кислоты. Содержимое стакана нагревают до полного растворения осадка. Горячий раствор отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 100 см³, промывая фильтр холодной водой. Когда температура содержимого колбы достигнет температуры окружающей среды, его объем доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Аликвотную часть сернокислого раствора (от 10 до 50 см³ в зависимости от массовой доли железа) переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³, бросают в нее кусочек бумаги конго красный, добавляют из бюретки медленно небольшими порциями, а к концу по каплям раствор аммиака с массовой долей 10% до сине-сиреневой окраски бумажки, затем наливают 5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты с массовой долей 25% и 10 см³ раствора аммиака с массовой долей 10%.

Смесь доливают водой до метки, перемешивают и через 5 мин фотометрируют в фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (с областью пропускания 400—480 нм) или на спектрофотометре при длине волны 440 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя жидкости 50 мм. Для сравнения в другие кюветы наливают дистиллированную воду.

3.1—3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.4. Проведение контрольных анализов на массовую долю меди и железа

Контрольный анализ проводят при применении новой партии реактивов, сжигая в условиях анализа беззольный фильтр и повторяя все операции с такими же количествами реактивов и воды, как при анализе каучука.

Фотометрирование при контрольных анализах проводят при тех же условиях, что и фотометрирование анализируемого раствора.

3.5. *Построение градуировочных графиков*

3.5.1. Построение градуировочного графика для определения массовой доли меди

В делительную воронку наливают 50 см³ воды, вводят пипеткой 10 см³ контрольного раствора меди, добавляют 2 см³ концентрированной азотной кислоты, бросают кусочек бумаги конго красный и прибавляют по каплям концентрированный аммиак до перехода синей окраски бумажки в красную.

После этого наливают еще 1 см³ концентрированного аммиака и 15 мл раствора диэтилдитиокарбамата натрия.

Воронку закрывают стеклянной пробкой и встряхивают в течение 2 мин. После этого наливают 40 см³ хлороформа или четыреххлористого углерода и экстрагируют окрашенный комплекс, встряхивая воронку в течение 4—5 мин. После разделения слоев нижний сливают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Затем содержимое делительной воронки повторно экстрагируют 40 см³ хлороформа или четыреххлористого углерода, встряхивая воронку в течение 2—3 мин. Нижний слой сливают в ту же мерную колбу и не достающий до метки объем дополняют хлороформом или четыреххлористым углеродом. Полученный таким образом окрашенный раствор содержит 0,000001 г меди и 1 см³ раствора.

Для построения градуировочного графика наливают из бюретки с ценой деления 0,05 см³ 5,0; 10, 15, 20 и 25 см³ окрашенного раствора, наливают в мерные колбы вместимостью 25 см³, доливают до метки хлороформом или четыреххлористым углеродом и фотометрируют в фотоэлектроколориметре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя жидкости 50 мм и синим светофильтром по п. 3.2.

Для сравнения в другие кюветы наливают дистиллированную воду.

Строят градуировочный график, откладывая по оси ординат показания прибора за вычетом показания контрольного анализа, а по оси абсцисс — количество меди в граммах.

Контрольный анализ проводят, фотометрируя растворы, полученные при повторении всех операций с такими же количествами реактивов и воды, как и при построении градуировочного графика, но без введения контрольного раствора меди.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5.2. *Построение градуировочного графика для определения массовой доли железа*

В мерные колбы вместимостью 100 см³ наливают по 20 см³ воды и из бюретки с ценой деления 0,02 см³ наливают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 и 4,0 см³ контрольного раствора железа. В колбы бросают по кусочку бумаги конго красный и прибавляют из бюретки по каплям раствор аммиака с массовой долей 10% до сине-сиреневой окраски бумаги. После этого наливают по 5 см³

раствора сульфосалициловой кислоты с массовой долей 25% и 10 см³ раствора аммиака с массовой долей 10%. Колбы доливают водой до метки, тщательно перемешивают и через 5 мин фотометрируют в фотоэлектроколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной поглощающего свет слоя жидкости 50 мм по п. 3.3. Для сравнения в другие кюветы наливают дистиллированную воду.

Строят градуировочный график, откладывая по оси ординат показания прибора за вычетом показания контрольного анализа, а по оси абсцисс — массу железа в граммах.

Контрольный анализ проводят, фотометрируя растворы, полученные при повторении всех операций с такими же количествами реактивов и воды, как и при построении градуировочного графика, но без введения контрольного раствора железа.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5.3. *Определение массовой доли титана*

Аликвотную часть раствора (в зависимости от содержания титана 20—50 мм) пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и добавляют 5 см³ раствора перекиси водорода. Объем раствора в колбе доводят водой до метки, закрывают пробкой, перемешивают и фотометрируют в фотоколориметре с синим светофильтром (с областью пропускания 400—480 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя жидкости 50 см³. В кювет сравнения наливают дистиллированную воду.

3.5.4. *Построение градуировочного графика для определения массовой доли титана*

В пять мерных колб вместимостью 100 см³ из бюретки с ценой деления 0,05 см³ наливают 1,0; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³ контрольного раствора титана и по 5 см³ раствора перекиси водорода, доводят объемы растворов до метки дистиллированной водой, закрывают колбы пробками и тщательно перемешивают и фотометрируют, как указано в п. 3.5.3.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс введенные в градуировочные растворы количества титана в граммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

3.5.3—3.5.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 100}{m},$$

где a — количество меди, найденное по градуировочному графику по разности показаний прибора при фотометрирова-

нии анализируемого раствора и контрольного анализа, г;

m — масса пробы каучука, взятой для испытания, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,00005%.

4.2. Массовую долю железа (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{b \cdot 100 \cdot 100}{y \cdot n},$$

где b — количество железа, найденное по градуировочному графику по разности показаний прибора при фотометрировании анализируемого раствора и контрольного анализа, г;

y — объем раствора, взятый для фотометрирования, см³;

$\frac{100}{y}$ — коэффициент разбавления пробы;

m — масса пробы каучука, взятой для испытания, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,0005% — при массовой доле железа в пробе до 0,01% и 0,001% — при массовой доле железа в пробе больше 0,01%.

4.3. Массовую долю титана (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{c \cdot 100 \cdot 100}{y_1 \cdot m},$$

где c — количество титана, найденное по градуировочному графику по показанию прибора при фотометрировании анализируемого раствора, г;

y_1 — объем раствора, взятый для фотометрирования, см³;

$\frac{100}{y_1}$ — коэффициент разбавления пробы;

m — масса пробы каучука, взятой для испытания, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,005%.

4.4. Чувствительность метода при определении массовой доли меди $1 \cdot 10^{-5}$%, железа $1 \cdot 10^{-4}$% и титана $1 \cdot 10^{-3}$%.

4.5. Коэффициент разбавления пробы зависит от массовой доли железа и титана в каучуке и от условий фотометрирования.

4.6. Результаты испытаний записывают в протокол, который должен содержать следующие данные:

наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;

марку каучука;
номер партии;
массовую долю меди;
массовую долю железа;
массовую долю титана;
дату испытания;
обозначение настоящего стандарта.
Разд. 4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ:

   Кормер В. А., Исакова Н. А., Риськин Р. П., Храмченко Н. И., Марченко Е. П.

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР по стандартам от 22.05.74 № 1259

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2351—80

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1770—74	1
ГОСТ 3760—79	1
ГОСТ 3769—78	1
ГОСТ 4204—77	1
ГОСТ 4212—76	1. 2.1.3
ГОСТ 4223—75	1
ГОСТ 4461—77	1
ГОСТ 4478—78	1
ГОСТ 6563—75	1
ГОСТ 6709—72	1
ГОСТ 7172—76	1
ГОСТ 7328—82	1
ГОСТ 8864—71	1
ГОСТ 10929—76	1
ГОСТ 11088—75	1
ГОСТ 19816.4—74	2.2
ГОСТ 20015—88	1
ГОСТ 20288—74	1
ГОСТ 20292—74	1
ГОСТ 24104—88	1
ГОСТ 25336—82	1
ГОСТ 27109—86	1а.1

6. **Срок действия продлен до 01.01.96** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.06.90 № 1995

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (апрель 1992 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1981 г., июне 1990 г. (ИУС 11—81,

gost.e-ecolog.ru