

ŚRODKI POMOCNICZE	NORMA BRANŻOWA	BN-79
	Przyspieszacze wulkanizacji	6060-19
	Metody badań	Grupa katalogowa X 20

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań przyspieszaczy wulkanizacji gumy.

1.2. Rodzaje metod badań

- Oznaczanie temperatury topnienia.
- Oznaczanie odsiewu.
- Oznaczanie zawartości części lotnych.
- Oznaczanie zawartości popiołu.
- Oznaczanie w popiele zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym.
- Oznaczanie zawartości żelaza.
- Oznaczanie zawartości manganu.
- Oznaczanie zawartości miedzi.

1.3. Zakres stosowania metod badań. Metody badań zawarte w normie należy stosować do kontroli jakości poszczególnych partii produkcyjnych przyspieszaczy oraz do badań rozjemczych. Rodzaje badań obowiązujących poszczególne przyspieszacze określono w normach przedmiotowych.

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie temperatury topnienia

2.1.1. Zasada metody polega na ogrzewaniu małej ilości przyspieszacza w cienkościennej kapilarze szklanej i odczytaniu początkowej i końcowej temperatury topnienia.

2.1.2. Aparatura i przyrządy

a) Aparat do oznaczania temperatur topnienia wg Tottoli lub inny z regulowanym ogrzewaniem elektrycznym.

b) Termometr o zakresie temperatur wg normy przedmiotowej i najmniejszej działce $0,2^{\circ}\text{C}$.

c) Kapilary szklane o długości $40 \div 45$ mm, zatopione z jednego końca.

2.1.3. Przygotowanie próbki do badań — wg PN-76/C-04513 p. 2.3.

2.1.4. Wykonanie oznaczania. Olej silikonowy w aparacie ogrzewać do temperatury o 30°C niższej od przewidywanej temperatury topnienia.

następnie ustalić szybkość ogrzewania do 3°C na minutę i ogrzewać dalej do temperatury o 15°C niższej od przewidywanej temperatury topnienia, następnie wstawić kapilarę i utrzymywać ogrzewanie z szybkością 3°C na minutę. Zanotować temperaturę początku topnienia, tj. temperaturę, w której pojawi się kropelka stopionego przyspieszacza oraz temperaturę końcową topnienia, w której nastąpiło całkowite stopnienie substancji.

2.1.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 1,0% wyniku mniejszego.

2.2. Oznaczanie odsiewu

2.2.1. Przyrządy

a) Sito tkane o wymiarze boków oczek kwadratowych zgodnym z normą przedmiotową. Oprawa sita powinna być wykonana z materiału nie korodującego pod wpływem wody. Średnica sita powinna wynosić około 75 mm, wysokość oprawy — około 50 mm.

b) Pędzel z miękkiej sierści o średnicy około 20 mm.

2.2.2. Roztwory. Nekalina S wg BN-70/6069-15, 2-procentowy, wodny roztwór lub inny emulgator nie reagujący z badanym przyspieszaczem, przewidziany w normie przedmiotowej.

2.2.3. Wykonanie oznaczenia. Na umyte sito przenieść ilościowo około 3 g badanego przyspieszacza odważonego z dokładnością do 0,0002 g. Dodać $3 \div 5$ cm³ emulgatora, $50 \div 150$ cm³ wody i rozprowadzić przyspieszacza pędzlem. Następnie umieścić sito nad zlewem, puścić na nie strumień wody z kranu i starannie, lecz ostrożnie mieszać zawartość sita pędzlem tak, aby nie dotykać nim sita. Prędkość przepływu wody powinna wynosić $300 \div 500$ cm³ na minutę, a odległość wylotu kranu od sita — 20 cm.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
dnia 20 listopada 1979 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1980 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1980 poz. 3)

Po 5 min przemywania wstawić sito do parownicy szklanej, umieszczonej na czarnym papierze i wlać taką ilość wody, aby poziom cieczy był wyższy o $15 \div 20$ mm od powierzchni próbki i rozprowadzić pędzlem badany przyspieszczacz w ciągu 20 s, po czym podnieść sito tak, aby woda spłynęła i wylać wodę z parownicy.

Przemywanie w parownicy przeprowadzać tak długo, aż przesącz stanie się klarowny, bez śladów przyspieszacza. Sito z pozostałością wysuszyć do stałej masy w temperaturze podanej w normie przedmiotowej, ostudzić w eksykatorze, przenieść pozostałość na szkiełko zegarkowe, umyte, wysuszone w temperaturze 70°C do stałej masy i zważyć z dokładnością do 0,0002 g, a następnie zważyć.

2.2.4. Obliczanie wyników. Odsiew (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m - m_1}{m_2} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

m — masa szkiełka z odsiewem, g,

m_1 — masa szkiełka, g,

m_2 — masa badanej próbki, g.

2.2.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 10% wyniku mniejszego.

2.3. Oznaczanie zawartości części lotnych

2.3.1. Zasada oznaczania polega na suszeniu badanego produktu w określonej temperaturze do stałej masy.

2.3.2. Wykonanie oznaczania. W naczynku wagowym wysuszonym w temperaturze około 70°C do stałej masy, zważonym z dokładnością do 0,0002 g odważyć z taką samą dokładnością około 2 g lub wg wskazań normy przedmiotowej badanego przyspieszacza i suszyć w suszarce, w otwartym naczynku, w temperaturze wg wskazań normy przedmiotowej przez 2 h.

2.3.3. Obliczanie wyników. Zawartość części lotnych (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m - m_1}{m_2} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m — masa naczynka z badaną próbką przed wysuszeniem, g,

m_1 — masa naczynka z badaną próbką po wysuszeniu, g,

m_2 — masa badanej próbki, g.

2.3.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 10% wyniku mniejszego.

2.4. Oznaczanie zawartości popiołu

2.4.1. Zasada oznaczania polega na spopieleniu badanego przyspieszacza i wyprażeniu popiołu do stałej masy.

2.4.2. Wykonanie oznaczania. W tyglu porcelanowym wyprażonym do stałej masy w temperaturze $800 \pm 20^{\circ}\text{C}$ i zważonym z dokładnością do 0,0002 g odważyć z tą samą dokładnością około 2 g badanego przyspieszacza i ostrożnie spalić nad płomieniem palnika, a następnie wyprażyć do stałej masy w temperaturze $800 \pm 20^{\circ}\text{C}$ i zważyć.

Otrzymany popiół pozostawić do wykonania innych oznaczeń.

2.4.3. Obliczanie wyników. Zawartość popiołu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m - m_1}{m_2} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

m — masa tygla z popiołem w g,

m_1 — masa tygla, g,

m_2 — masa badanej próbki, g.

2.4.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 10% wyniku mniejszego.

2.5. Oznaczanie w popiele zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym

2.5.1. Zasada oznaczania polega na rozpuszczeniu popiołu w kwasie solnym i wagowym oznaczaniu pozostałości.

2.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,19), roztwór 1:1.

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

2.5.3. Wykonanie oznaczania. Do tygla z popiołem otrzymanym wg 2.4.2 dodać 10 cm³ roztworu kwasu solnego i odparować do sucha na łaźni wodnej. Czynność tę powtarzać trzykrotnie, a następnie dodać 0,5 cm³ kwasu solnego (1,19) i 10 ÷ 15 cm³ wody. Zawartość tygla wymieszać dokładnie pręcikiem szklanym i przenieść ilościowo do tygla z filtrem ze szkła spiekanego G3, wysuszonego do stałej masy w temperaturze $105 \div 110^{\circ}\text{C}$ i zważonego z dokładnością do 0,0002 g. Pozostałość w tyglu przemyć kilkakrotnie wodą do zaniku reakcji na obecność jonów chlorowych w przesączu, co należy sprawdzić azotanem srebra. Następnie tygiel z osadem wysuszyć do stałej masy w temperaturze $105 \div 110^{\circ}\text{C}$, ostudzić w eksykatorze i zważyć.

2.5.4. Obliczanie wyników. Zawartość w popiele części nierozpuszczalnych w kwasie solnym (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m - m_1}{m_2} \cdot 100 \quad (4)$$

w którym:

m — masa tygla z osadem, g,

m_1 — masa tygla, g,

m_2 — masa badanej próbki wg wzoru (3), g.

2.5.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 10% wyniku mniejszego.

2.6. Oznaczanie zawartości żelaza

2.6.1. Zasada metody. Jony żelazawe (Fe^{2+}) tworzą z 2,2'-dwupirydylem, który jest dla nich odczynnikiem selektywnym, trwałe, różowy kompleks. W metodzie tej mierzy się absorbancję roztworów badanego i porównawczego za pomocą spektrofotometru. Do redukcji jonów żelazowych (Fe^{3+}) używa się siarczyny sodowej.

2.6.2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr „Specol”.

b) Wzmacniacz dodatkowy „Specol zv”.

c) Przystawka pomiarowa EK5.

d) Kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 5 cm.

2.6.3. Odczynniki i roztwory

a) Octan amonowy cz.d.a., 30-procentowy wodny roztwór.

b) 2,2'-dwupirydyd cz.d.a., 0,5-procentowy roztwór w 0,2N roztworze kwasu solnego.

c) Kwas solny cz.d.a., roztwory 2N i 1:1.

d) Siarczyna sodowa cz.d.a.

e) Podstawowy roztwór wzorcowy jonów żelazowych (Fe^{3+}) przygotować przez rozpuszczenie 8,6350 g siarczynu żelazowo-amonowego $[(\text{NH}_4)\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ w wodzie z dodatkiem 5 cm³ stężonego H_2SO_4 i rozcieńczyć roztwór wodą destylowaną w kolbie pomiarowej do 1 dm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 1 mg Fe.

f) Podstawowy roztwór wzorcowy jonów manganawych (Mn^{2+}) przygotować przez rozpuszczenie 2,7485 g MnSO_4 (otrzymanego przez suszenie siarczynu manganawego $\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ w 150°C i prażenie w piecu elektrycznym w 400°C do stałej masy) w wodzie i rozcieńczyć roztwór wodą destylowaną w kolbie pomiarowej do 1 dm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 1 mg Mn.

g) Podstawowy roztwór wzorcowy jonów miedziowych (Cu^{2+}) przygotować przez rozpuszczenie 2,5118 g siarczynu miedziowego CuSO_4 (otrzymanego przez wysuszenie $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ w temperaturze 150°C do stałej masy) w wodzie zawierającej 1 cm³ stężonego H_2SO_4 i rozcieńczenie roztworu wodą w kolbie pomiarowej do 1 dm³. 1 cm³ tego roztworu zawiera 1 mg Cu.

h) Roztwór wzorcowy mieszaniny jonów zawierający jony żelazowe (Fe^{3+}), jony miedziowe (Cu^{2+}) i jony manganawe (Mn^{2+}) w stężeniach odpowiadających przybliżonym zawartościom tych jonów w próbce do analizy. Należy go przygotować przez rozcieńczenie podstawowych roztworów wzorcowych tych jonów w następujący sposób: 10 cm³ podstawowego roztworu wzorcowego jonów żelazowych (Fe^{3+}) przygotowanego wg e) odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i dopełnić do kreski wodą destylowaną. 1 cm³ tego roztworu zawiera 0,1 mg Fe^{3+} . 20 cm³ tego roztworu przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³ (nie dopełniając wodą destylowaną).

W identyczny sposób rozcieńczyć podstawowy roztwór wzorcowy jonów manganawych (Mn^{2+}) przygotowany wg f), to znaczy biorąc go 10 cm³, umieszczając je w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ i dopełniając wodą destylowaną do kreski, a następnie z kolby tej pobierając 20 cm³ roztworu i umieszczając go w kolbie pojemności 500 cm³ zawierającej 20 cm³ rozcieńczonego roztworu jonów (Fe^{3+}). Rozcieńczenie podstawowego roztworu wzorcowego jonów miedziowych (Cu^{2+}) przygotowanego wg g) uzyskuje się przez pobranie 10 cm³ tego roztworu do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i uzupełnienie jej do kreski wodą destylowaną.

1 cm³ tego roztworu zawiera już 0,1 mg Cu. Z tak otrzymanego roztworu pobrać 5 cm³, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³ zawierającej jony żelazowe (Fe^{3+}) i jony manganawe (Mn^{2+}) i dopełnić do kreski wodą.

Roztwór wzorcowy mieszaniny jonów uzyskany przez rozcieńczenie podstawowych roztworów wzorcowych będzie służył do wyznaczania krzywych wzorcowych dla poszczególnych metali.

i) Kwas azotowy stężony.

2.6.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 6 kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć biuretą następujące ilości roztworu wzorcowego mieszaniny jonów przygotowanego wg 2.6.3h):

2,5 cm³ — co odpowiada stężeniu $0,1 \cdot 10^{-6}$ g Fe/cm³,

5,0 cm³ — co odpowiada stężeniu $0,2 \cdot 10^{-6}$ g Fe/cm³,

10,0 cm³ — co odpowiada stężeniu $0,4 \cdot 10^{-6}$ g Fe/cm³,

15,0 cm³ — co odpowiada stężeniu $0,6 \cdot 10^{-6}$ g Fe/cm³,

20,0 cm³ — co odpowiada stężeniu $0,8 \cdot 10^{-6}$ g Fe/cm³,

25,0 cm³ — co odpowiada stężeniu $1,0 \cdot 10^{-6}$ g Fe/cm³.

Do każdej kolby dodać: 20 cm³ wody, 10 cm³ 2N roztworu kwasu solnego i około 0,5 g siarczynu sodowego. Po upływie 10 min dodać 25 cm³ roztworu octanu amonowego, 2 cm³ roztworu dwupirydyli, uzupełnić kolby do kreski wodą i wymieszać.

Jednocześnie przygotować w ten sam sposób roztwór porównawczy nie zawierający jonów żelazowych (Fe³⁺), do którego dodać w tej samej kolejności te same odczynniki.

Pomiar absorbancji wykonać na spektrofotometrze przy długości fali około 525 nm, stosując kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 5 cm. Z otrzymanych danych sporządzić krzywą wzorcową, odcinając na osi odciętych ilości żelaza w g/cm³, a na osi rzędnych odpowiadające im wartości absorbancji.

Dla wyznaczenia każdego punktu krzywej wzorcowej należy obliczyć wielkość absorbancji z trzech równoległych oznaczeń.

2.6.5. Przygotowanie próbki do badań. W tyglu porcelanowym zważyć z dokładnością do 0,0002 g 10 g lub wg wskazań normy przedmiotowej badanego przyspieszacza i ostrożnie spalić nad płomieniem palnika. Jeżeli nie cała próbka ulega spopieleniu, należy tygiel ostudzić, dodać 2 ÷ 3 kropel stężonego kwasu azotowego, po czym dalej prażyć nad płomieniem palnika, a następnie w piecu elektrycznym w temperaturze 550 ± 20°C.

Po wyprażeniu popiołu i ostudzeniu dodać do tygla 3 cm³ kwasu solnego 1:1, 1 cm³ stężonego HNO₃ do możliwie całkowitego rozpuszczenia się popiołu. W przypadku niecałkowitej rozpuszczalności zawartość tygla ogrzewać nad płomieniem palnika. Rozpuszczony popiół przenieść ilościowo do zlewki pojemności 50 cm³ i odparować (do około 5 cm³) nad płomieniem palnika do całkowitego rozpuszczenia osadu. Jeżeli popiół nadal nie rozpuścił się całkowicie, należy dodać jeszcze roztworu kwasu solnego (1:1).

Zawartość zlewki przenieść następnie ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³ i uzupełnić do kreski wodą.

Tak przygotowany roztwór służy do oznaczania zawartości żelaza, manganu i miedzi.

2.6.6. Wykonanie oznaczania. Pobrać 5 cm³ roztworu przygotowanego wg 2.6.5 i postępować zgodnie z 2.6.4, dodając w tej samej kolejności te same odczynniki co do kolb pomiarowych z odmierzonymi ilościami roztworu wzorcowego

2.6.7. Obliczanie wyników. Z krzywej wzorcowej odczytać zawartość żelaza w g/cm³.

Zawartość żelaza obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{a}{m} \cdot 10^5 \quad (5)$$

w którym:

a — stężenie żelaza odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm³,

m — masa badanego przyspieszacza, g.

2.6.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 5% wyniku mniejszego.

2.7. Oznaczanie zawartości manganu

2.7.1. Zasada oznaczania. Żelazo oddziela się przez wytrącenie wodorotlenku za pomocą zawiesiny tlenku cynkowego.

Miedź tworzy kompleks z amoniakiem. Jony manganawe (Mn²⁺) tworzą bezbarwny kompleks z formaldehydem, który szybko pod wpływem tlenu przechodzi w zabarwiony brunatnoczerwony kompleks, w którym mangan jest czterowartościowy.

2.7.2. Odczynniki i roztwory

a) Winian amonowy cz.d.a., 20-procentowy wodny roztwór zmieszany z 20-procentowym wodnym roztworem chlorku amonowego cz.d.a. w stosunku 1+1.

b) Tlenek cynku cz.d.a., 10-procentowa zawiesina wodna.

c) Formaldehyd, roztwór otrzymany przez rozpuszczenie 4 g chlorowodoru hydroksylaminowy cz.d.a. i 4 cm³ 40-procentowego roztworu formaliny cz.d.a. w 100 cm³ wody.

2.7.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 6 zlewek pojemności 50 cm³ odmierzyć biuretą następujące ilości roztworu wzorcowego przygotowanego wg 2.6.3h)

2,0 cm³ — co odpowiada stężeniu 0,16 · 10⁻⁶ g Mn/cm³,

2,5 cm³ — co odpowiada stężeniu 0,20 · 10⁻⁶ g Mn/cm³,

4,0 cm³ — co odpowiada stężeniu 0,32 · 10⁻⁶ g Mn/cm³,

5,0 cm³ — co odpowiada stężeniu 0,40 · 10⁻⁶ g Mn/cm³,

7,0 cm³ — co odpowiada stężeniu 0,60 · 10⁻⁶ g Mn/cm³,

10,0 cm³ — co odpowiada stężeniu 0,80 · 10⁻⁶ g Mn/cm³.

Do każdej zlewki dodawać małymi porcjami zawiesinę tlenku cynkowego tak długo, aż przestanie się rozpuszczać, a następnie jeszcze niewielki nadmiar. Całość ogrzewać w ciągu 20 min na łaźni wodnej w temperaturze 80°C. Po wystudzeniu mieszaninę sączyć przez średni sączeć jakościowy do kolbki pomiarowej pojemności 50 cm³, do przesączu dodać 5 cm³ mieszaniny winianu i chlorku amonowego. Całość alkalizować roztworem amoniaku, tak aby pH roztworu było większe niż 8,7 (do rozpuszczenia białego

osadu), dodać 3 cm³ formaldehydu i uzupełnić wodą do kreski.

Po upływie 15 min wykonać pomiar absorpcji przy długości fali około 455 nm, stosując kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 5 cm.

Z otrzymanych danych wykreślić krzywą wzorcową zgodnie z 2.6.4.

2.7.4. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 50 cm³ pobrać 20 cm³ roztworu przygotowanego wg 2.6.5, dodając w takiej samej kolejności te same odczynniki co do zlewek z odmierzonymi ilościami roztworu wzorcowego wg 2.7.3.

2.7.5. Obliczanie wyników. Z krzywej wzorcowej odczytać zawartość manganu w g/cm³. Zawartość manganu obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{25a}{2m} \cdot 10^2 \quad (6)$$

w którym:

a — stężenie manganu w g/cm³ odczytane z krzywej wzorcowej,

m — masa badanego przyspieszacza, g.

2.7.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 10% wyniku mniejszego.

2.8. Oznaczanie zawartości miedzi

2.8.1. Zasada metody. Jony miedziowe (Cu²⁺) tworzą z dwuetylodwutiokarbaminianem sodowym żółty, trudno rozpuszczalny w wodzie dwuetylodwutiokarbaminian miedziowy, który jest ekstrahowany czterochlorkiem węgla. Żelazo i mangan w środowisku cytrynianowym są maskowane przez wersenian sodowy.

2.8.2. Odczynniki i roztwory

a) Cytrynian amonowy, roztwór otrzymany przez zmieszanie 210 g stężonego roztworu amoniaku cz.d.a. z 150 cm³ wody i dodanie małymi porcjami 200 g kwasu cytrynowego cz.d.a. przy ciągłym mieszaniu do rozpuszczenia.

b) Czterochlorek węgla cz.d.a.

c) Dwuetylodwutiokarbaminian sodowy cz.d.a., 0,1-procentowy wodny roztwór doprowadzony za pomocą amoniaku do pH 9 i przechowywany w ciemnej butelce.

d) Wersenian sodowy cz.d.a., 10-procentowy wodny roztwór.

2.8.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 6 rozdzielaczy pojemności 100 cm³ odmierzyć biuretą następujące ilości roztworu wzorcowego przygotowanego wg 2.6.3h),

2,5 cm³ — co odpowiada stężeniu 0,1 · 10⁻⁶ g Cu/cm³,

5,0 cm³ — co odpowiada stężeniu 0,2 · 10⁻⁶ g Cu/cm³,

7,5 cm³ — co odpowiada stężeniu 0,3 · 10⁻⁶ g Cu/cm³,

10,0 cm³ — co odpowiada stężeniu 0,4 · 10⁻⁶ g Cu/cm³,

15,0 cm³ — co odpowiada stężeniu 0,6 · 10⁻⁶ g Cu/cm³,

20,0 cm³ — co odpowiada stężeniu 0,8 · 10⁻⁶ g Cu/cm³.

Następnie dodać 5 cm³ cytrynianu amonowego i 10 cm³ wersenianu sodowego, za pomocą amoniaku ustalić pH = 8,5 (około 2 cm³ NH₃), po czym dodać 5 cm³ roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego. Po 10 min dodać 10 cm³ czterochlorku węgla i całość wytrząsać w ciągu 2 min. Po rozdzieleniu się warstw, warstwę czterochlorku węgla spuścić do kolby pomiarowej pojemności 25 cm³. Roztwór wodny wytrząsać ponownie w ciągu 1 min z 10 cm³ czterochlorku węgla. Ekstrakty połączyć w kolbie pomiarowej pojemności 25 cm³, sącząc końcową część ekstraktu z rozdzielacza przez sączek średni jakościowy. Kolbę dopełnić do kreski czterochlorkiem węgla.

Jednocześnie przygotować roztwór porównawczy, nie dodając roztworu wzorcowego jonów miedziowych (Cu²⁺), a pozostałe odczynniki dozować w takiej samej kolejności. Pomiar absorpcji wykonać przy długości fali około 436 nm, stosując kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 5 cm.

Z otrzymanych danych wykreślić krzywą wzorcową zgodnie z 2.6.4.

2.8.4. Wykonanie oznaczania. Do rozdzielacza pojemności 100 cm³ pobrać 20 cm³ roztworu przygotowanego wg 2.6.5 i postępować zgodnie z 2.8.3, dodając te same odczynniki w tej samej kolejności co do rozdzielacza z roztworem wzorcowym.

2.8.5. Obliczanie wyników. Z krzywej wzorcowej odczytać zawartość miedzi w g/cm³. Zawartość miedzi (*X*) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{125a}{2m} \cdot 10^2 \quad (7)$$

w którym:

a — stężenie miedzi w g/cm³ odczytane z krzywej wzorcowej,

m — masa badanej próbki przyspieszacza, g.

2.8.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 10% wyniku mniejszego.

2.9. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb powinno być zgodne z zasadami podanymi w PN-70/ N-02120 p. 3.3.2.

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Dolnośląskie Zakłady Chemiczne ORGANIKA, Żarów.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-60/C-04516

a) wprowadzono nowe metody oznaczania żelaza, manganu i miedzi za pomocą spektrofotometru,

b) zaktualizowano określenia.

Dotychczas obowiązująca PN-60/C-04516 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1980 r.

3. Normy związane

PN-76/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych w kapilarze

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

BN-70/6069-15 Środki pomocnicze dla włókiennictwa

Nekalina S

4. Autorzy projektu normy — mgr inż. Sabina Pie-

niądź, mgr Barbara Szymańska, Anna Bryg, Dolnośląskie Zakłady Chemiczne ORGANIKA, Żarów.