

叔丁基二茂铁含量的分析方法

复合固体推进剂(丁羟系统)成份分析方法包括过氯酸铵、铝粉、叔丁基二茂铁、氧化铁的分析方法。其中过氯酸铵、铝粉的分析方法按 QJ 914.2 ~ 3《复合固体推进剂(丁羟系统)成份分析方法》执行。

1 主题内容

本标准规定了复合固体推进剂(丁羟系统)中叔丁基二茂铁含量的测定方法。

2 方法原理

推进剂中叔丁基二茂铁组分在气相色谱测定中,其各组元的质量与检测器的响应值(峰面积)成正比。通过内标物校正计算,得到试样中叔丁基二茂铁各组分的量。

3 试剂和材料

除特别说明者外,试验中所用试剂均为分析纯。

- a. 液晶(PBHXB 或 PBHPB);
- b. 二氯甲烷(京Q/HG10-1717-80);
- c. 三氯甲烷(GB682);
- d. 正十六烷(纯度大于99%);
- e. 二茂铁标样(纯度大于99%);
- f. 一叔丁基二茂铁(纯度大于99%);
- g. 二叔丁基二茂铁(纯度大于99%);
- h. 三叔丁基二茂铁(纯度大于99%);
- i. 405担体(60~80目,允许使用性能相似的担体);
- j. 氢气 纯度大于99%。

4 仪器设备

- a. 103型气相色谱仪,(上海分析仪器厂生产)或能满足测试条件的任何色谱仪;
- b. 10 μ l、50 μ l、2ml注射器各一支;
- c. 10ml、20ml高型称量瓶若干个;
- d. 分析天平,感量为0.0001g。

5 色谱仪操作条件

- a. 色谱柱:直径4mm,长1000mm;

- b. 填料: 5% 液晶涂于 60~80 目 405 担体;
- c. 柱温度: 165~170 ℃;
- d. 汽化温度: 230 ℃
- e. 检测器: 热导检测器(或氢焰检测器, 见附录 A);
- f. 热导池温度: 170 ℃;
- g. 电桥电流: 170mA;
- h. 载气: 氢气;
- i. 流速: 50mm/min;
- j. 记录仪器灵敏度: 量程 1~5mV;
- k. 记录纸速: 16mm/min;
- l. 进样量: 2~4μl。

6 试样的制备

- 6.1 按 QJ1113《复合固体推进剂性能测试用试样》取样。
- 6.2 将试样切成直径约为 22mm, 厚度为 2~3mm 圆片, 在其截面上纵横各切五条裂纹。
- 6.3 按每毫升二氯甲烷 6~13mg 叔丁基二茂铁量的浓度准确称量相应的圆片试样和正十六烷内标物量(加入量为叔丁基二茂铁的 13% 左右)置于 20ml 称量瓶中。
- 6.4 加入适量二氯甲烷溶剂, 使液面约高出试样 3mm, 于避光处静置 1h, 浸泡液供分析用。
- 6.5 低于 0.6% 叔丁基二茂铁含量的浸泡液, 抽取 2ml 溶液于 10ml 称量瓶中, 在 30 ℃ 以下置于通风柜中抽风约 15min, 使溶液浓度增加一倍供分析用。

7 内标法定量

7.1 相对校正因子测定

- 7.1.1 准确称量二茂铁, 一元、二元、三元叔丁基二茂铁标样与内标物正十六烷(正十六烷含量约为标样总量的 12~13%), 置于 10ml 高型称量瓶内。
- 7.1.2 用二氯甲烷按 5% 试样浓度之量加入瓶内, 充分摇动。
- 7.1.3 用 10μl 注射器进样 1μl。
- 7.1.4 测量标样二茂铁, 一元物、二元物、三元物与正十六烷的峰高和半峰宽, 峰高与半峰宽的乘积为峰面积。
- 7.1.5 相对校正因子按下式计算:

$$f_i = \frac{m_i \cdot A_s}{m_s \cdot A_i} \dots \dots \dots (1)$$

式中: f_i — 标样中 i 组分相对校正因子;
 m_i — 标样中 i 组分质量, mg;