УДК 678.046.2 : 006.354 Группа Л61

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИНГРЕДИЕНТЫ РЕЗИНОВОЙ СМЕСИ ТЕХНИЧЕСКИЙ УГЛЕРОД

Определение йодного числа

Rubber compounding ingredients Carbon black. Determination of iodine adsorption number. Titrimetric method

ГОСТ 25699.3—90

(ИСО 1304—85, СТ СЭВ 2129—89)

ОКСТУ 2166

Дата введения 01.07.91

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения йодного числа технического углерода для резиновой промышленности.

Йодное число характеризует поверхность технического углерода и обычно соответствует поверхности по адсорбции азота. Однако оно значительно понижено в присутствии высокого содержания летучих веществ или веществ, экстрагируемых растворителями: поэтому йодное число не следует рассматривать как величину удельной поверхности технического углерода.

Примечание. Дополнения и изменения, допускаемые к применению в народном хозяйстве в комплексе с требованиями настоящего стандарта, приведены в приложении.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Образец технического углерода высушивают, взвешивают и тщательно смешивают с отмеренным объемом стандартного раствора йода. Смесь центрифугируют. Отмеренный объем чистого раствора йода титруют стандартным раствором тиосульфата натрия. По величине титрования и массе образца вычисляют йодное число технического углерода.

3. РЕАКТИВЫ

Для испытаний используют реактивы только квалификации ч. д. а., дистиллированную воду с pH от 6,5 до 7,2 (предпочтительно около 6,9).

Примечание. Рекомендуется использовать дистиллированную воду, подвергнутую непосредственно перед испытанием повторной дистилляции и затем пропущенную через смешанный слой ионообменных материалов и мембранный фильтр с порами размером от 0,2 до 4 мкм.

Дистиллированную воду следует предохранять от атмосферных загрязнений и продуктов коррозии трубопроводов и дистиллятора. Особое внимание следует обращать на отбор дистиллированной воды. Емкости и трубки следует изготовлять из политетрафторэтилена, олова, кварца, нержавеющей стали марки 18—8, полиэтилена или другого материала, не поддающегося химическим воздействиям.

3.1. Крахмальный индикатор, раствор

Перемешивают 2,5 г порошкообразного водорастворимого крахмала и 2 мг йодида ртути (II) (HgI_2) в 25 см³ воды в химическом стакане вместимостью 50 см³.

Сразу добавляют при постоянном перемешивании суспензию крахмал/йодид ртути (II) к 1 дм³ кипящей воды и кипятят не менее 10 мин для получения однородного раствора крахмала.

Охлаждают раствор до комнатной температуры, дают отстояться и декантируют его светлую часть в стеклянные бутыли с пробками (п. 4.7).

3.2. Йодат/йодид калия, стандартный раствор концентрации $c(^1/_2I_2) = 0{,}03941$ моль/дм³.

Высушивают достаточное количество йодата калия в сушильном шкафу при температуре (125±1)°С в течение 1 ч. Охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды.

Растворяют 45 г йодида калия приблизительно в 200 см воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³ с одной меткой.

Добавляют 1,4058 г свежевысушенного йодата калия, взвешенного с точностью до 0,1 мг. После растворения доводят объем водой до метки.

3.3. Тиосульфат натрия, раствор концентрации $c(^1/_2Na_2S_2O_3) = 0{,}03941$ моль/дм³

3.3.1. *Приготовление*

Растворяют 9,79 г пятигидрата тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$), взвешенного с точностью до 0,005 г, приблизительно в 500 см³ воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³ с одной меткой.

Добавляют 5 см³ пентанола (*н*-амилового спирта) и тщательно перемешивают раствор при встряхивании колбы.

Доводят объем водой до метки. Раствор в колбе энергично встряхивают до получения однородного раствора.

3.3.2. *Установление концентрации раствора*

Через 24 ч устанавливают концентрацию раствора тиосульфата натрия раствором йодат/йодида калия (п. 3.2) следующим образом: отмеряют пипеткой 25 см³ раствора йодат/йодида (п. 3.2) в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 3 см³ приблизительно 20% раствора серной кислоты для выделения йода и титруют раствором тиосульфата натрия до бледно-желтого цвета.

Добавляют около 5 см³ раствора крахмала (п. 3.1) и продолжают титрование до тех пор, пока с последней каплей раствора тиосульфата натрия не произойдет обесцвечивание синей окраски раствора. Снимают показания бюретки с точностью до 0,01 см³.

Концентрацию (C_1) раствора тиосульфата натрия, моль/дм³, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{25 \cdot 0{,}03941}{V_1},$$

где V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, использованный на титрование, см³.

Примечание. Коэффициент концентрации принят $25/V_1$, но при желании его можно привести к 1,00

3.4. Йод, стандартный титрованный раствор концентрации $c\left(\frac{1}{2}I_2\right) = 0{,}04728$ моль/дм³, 9,5 частей йодида калия на 1 часть йода

3.4.1. *Приготовление*

Взвешивают 57,00 г йодида калия с точностью до 0,01 г и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ с одной меткой.

Добавляют приблизительно 30 см³ воды для растворения. Быстро взвешивают 6,01 г йода с точностью до 0,005 г, быстро переносят в ту же колбу и медленно доводят объем водой до метки.

3.4.2. *Установление концентрации раствора*

Через 24 ч устанавливают концентрацию раствора йода по уже оттитрованному раствору тиосульфата натрия (п. 3.3) следующим образом. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см³ отмеряют пипеткой точно 25 см³ неотитрованного раствора йода.

Титруют содержимое колбы предварительно оттитрованным раствором тиосульфата натрия. После того, как желтый цвет йода почти исчезнет, добавляют около 1 см³ раствора крахмала (п. 3.1) и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

Концентрацию (C_2) раствора йода в моль/дм³ вычисляют по формуле

$$C_2 = \frac{V_2 \cdot C_1}{25},$$

где V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, использованный на титрование, см³;

C_1 — определена в п. 3.3.2.

Объем дистиллированной воды в см³, необходимый для добавления к исходному раствору с целью регулирования требуемой концентрации, определяют по формуле

$$\frac{V_2 \cdot C_2}{C_3} - 1$$

где V_3 — объем раствора йода, оставшийся перед регулированием, см³ (см. примечание 1);

C_2 — концентрация раствора йода перед регулированием, моль/дм³;

C_3 — требуемая концентрация раствора йода (0,04728 моль/дм³).

Добавляют вычисленный объем дистиллированной воды к исходному раствору, закрывают колбу и встряхивают для получения однородного раствора.

Примечания.

1. Перед установлением концентрации измеряют объем раствора йода, взятого от исходного раствора, чтобы оставшийся объем был известен.

2. Раствор йода должен быть оттитрован с точностью до ±0,00005 моль/дм³, т. е. концентрация должна быть в пределах 0,04723—0,04733 моль/дм³.

3. Все реактивы до использования должны храниться в темном месте в бутылях желтого стекла с пробками (п. 4.8).

Растворы йода и тиосульфата натрия следует приготовить заранее, установить концентрацию и хранить при температуре (23±2)°С или (27±2)°С (см. также разд. 6).

4. Титрованный раствор йода следует вылить, если его концентрация отличается от установленной более чем на 0,0004 моль/дм³.

4. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура, а также указанная в пп. 4.1—4.11:

4.1. Аналитические весы с точностью взвешивания 0,1 мг.

4.2. Сушильный шкаф, предпочтительно гравитационно-конвекционного типа, отрегулированный на температуру (125±1)°С.

4.3. Сушильный шкаф, предпочтительно гравитационно-конвекционного типа, отрегулированный на температуру (105±2)°С.

4.4. Мерные колбы вместимостью 1000 см³ с пробками, с одной меткой, с допуском 0,20 см³.

4.5. Мерные пипетки высокой точности вместимостью (20±±0,015) и (25±0,02) см³.

4.6. Бюретки высокой точности вместимостью (25±0,025) и (50±0,04) см³.

Примечание. Бюретки и пипетки высокой точности должны быть откалиброваны с точностью до 0,01 см³ дистиллированной водой. При необходимости проводят корректировку на температуру, чтобы при любом объеме их фактическая вместимость измерялась с точностью до 0,01 см³. Фактический объем — это отсчитанный объем плюс (или минус) калибровочная корректировка при этом объеме. Для очень точного определения объема (см. пп. 7.2, 7.4 и 7.6), рекомендуется, чтобы пипетки вместимостью 20 см³ и 25 см³ имели калибровочную корректировку той же величины и знака.

4.7. Бутыли желтого стекла вместимостью 250 и 500 см³ со стеклянными притертыми пробками.

4.8. Бутыли из темного стекла вместимостью 1 дм³ с притертыми пробками.

4.9. Пробирки для центрифугирования вместимостью 50 $см^3$ с завинчивающимися крышками и полиэтиленовыми вкладышами.

Примечание. Не допускается использовать корковые, резиновые или алюминиевые пробки.

4.10. Механический встряхиватель, с частотой приблизительно 240 колебаний в минуту.

4.11. Центрифуга с частотой вращения более 1000 $мин^{-1}$.

5. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦА

Высушивают необходимое количество образца технического углерода в течение 1 ч при температуре (105±2)°С или (125±±1)°С в соответствии с ГОСТ 25699.7. Охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды. Высушенный образец хранят в эксикаторе до начала испытания.

Примечание. Не следует разрушать гранулы технического углерода. При необходимости негранулированный технический углерод перед сушкой можно уплотнить.

6. УСЛОВИЯ ИСПЫТАНИЯ

Предпочтительно испытание следует проводить в помещении, имеющем температуру (23±2)°С при относительной влажности (50±5) % или (27±2)°С при относительной влажности (65±5) %.

Рекомендуется реактивы и аппаратуру перед испытанием выдержать при постоянной температуре в том же помещении не менее нескольких часов.

В помещении для испытаний не должно содержаться дымов или паров, загрязняющих реактивы и оборудование для испытаний и изменяющих результаты.

7. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

7.1. В присутствии осушающего агента в пробирке для центрифугирования (п. 4.9) как можно быстрее взвешивают с точностью до 0,1 мг следующие испытуемые пробы высушенного технического углерода:

0,500 г технического углерода с йодным числом не более 135;

0,250 г технического углерода с йодным числом более 135, но не более 500;

0,125 г технического углерода с йодным числом более 500.

Примечание. Если йодное число близко к 135 или 500, то массу пробы технического углерода можно выбрать на основе принятой классификации данной марки. В этом случае принятая классификация также должна быть включена в протокол испытаний (разд. 9 п. 4).

Закрывают пробирку для центрифугирования крышкой до момента добавления раствора йода.

7.2. Используя мерную пипетку высокой точности (п. 4.5), добавляют точно 25 см раствора йода (п. 3.4) в пробирку для центрифугирования, содержащую испытуемую пробу технического углерода, и сразу закрывают крышкой. Устанавливают пробирку для центрифугирования в держатель механического встряхивателя (п. 4.10). Встряхивают смесь йод/технический углерод в течение 1 мин с частотой 240 колебаний в минуту.

7.3. Сразу после встряхивания центрифугирует с частотой вращения более 1000 $мин^{-1}$ гранулированный технический углерод в течение 1 мин, негранулированный — 3 мин, считая время с момента, когда частота вращения центрифуги достигнет 1000 $мин^{-1}$.

Примечание. Пробирки для центрифугирования держат закрытыми до удаления раствора

7.4. Сразу после центрифугирования раствор йода полностью декантируют одним плавным движением в химический стакан вместимостью 50 $см^3$, оставляя испытуемую пробу технического углерода на дне пробирки для центрифугирования. Сразу после декантирования, используя пипетку высокой точности (п. 4.5), переносят точно 20 $см^3$ раствора в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$.

Можно отобрать пипеткой 20 $см^3$ раствора йода непосредственно из пробирки для центрифугирования без взмучивания технического углерода.

7.5. Используя бюретку высокой точности (п. 4.6), титруют раствор йода раствором тиосульфата натрия (п. 3.3) до бледно-желтого цвета. Добавляют приблизительно 5 $см^3$ раствора крахмального индикатора (п. 3.1) и продолжают титрование до тех пор, пока с последней каплей раствора тиосульфата натрия не произойдет обесцвечивание синей окраски раствора. Снимают показания бюретки с точностью до 0,01 $см^3$.

7.6. Проводят контрольный опыт с 25 $см^3$ раствора йода (п. 3.4) и после встряхивания и центрифугирования выливают раствор в химический стакан, из которого отбирают для титрования 20,00 $см^3$ или отбирают пипеткой непосредственно из пробирки, в соответствии с п. 7.4.

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Вычисляют йодное число I в миллиграммах йода на 1 г технического углерода с точностью до 0,1 мг/г по формуле

$$I=(V_4 - V_5)\cdot X\cdot 126{,}9\cdot C_1\cdot\frac{5\cdot X}{4\cdot m} - 158{,}6\cdot(V_1 - V_3)\cdot\frac{XC_1}{m},$$

где V_4 — объем раствора тиосульфата натрия, необходимый для титрования раствора йода в контрольном опыте, см³;

V_5 — объем раствора тиосульфата натрия, необходимый для титрования раствора йода, в опыте с испытуемой пробой технического углерода, см³;

C_1 — концентрация раствора тиосульфата натрия, рассчитанная по п. 3.3.2, моль/дм³;

m — масса испытуемой пробы технического углерода, г.

Примечание. При использовании 0,5 г технического углерода формула имеет вид $I = (V_4 - V_5) \cdot X \cdot 12{,}5$, где X — коэффициент концентрации (см. п. 3.3.2).

9. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен включать следующие данные:

1) ссылку на настоящий стандарт;
2) полную характеристику образца;
3) условия испытания;
4) массу используемой пробы для испытания;
5) полученные результаты;
6) используемую температуру сушки.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ДОПОЛНЕНИЯ И ИЗМЕНЕНИЯ, ДОПУСКАЕМЫЕ В НАРОДНОМ ХОЗЯЙСТВЕ

Пункт 3.1 (дополнительные пункты)

3.1.1. Крахмал водорастворимый, порошкообразный по ГОСТ 10163.

3.1.2. Ртути йодид.

3.1.3. Допускается использовать свежеприготовленный крахмальный индикатор без йодида ртути.

Пункт 3.2 (дополнительные пункты)

3.2.1. Калия йодат по ГОСТ 4202.

3.2.2. Калия йодид по ТУ 6-09—3909

Пункт 3.3.1 (дополнительные пункты)

3.3.1.1. Натрия тиосульфат 5-водный по ГОСТ 27068.

3.3.1.2. Пентанол-1 по ТУ 6—09—3467.

Пункт 3.3.2. Исключить слова: «Снимают показания с точностью до 0,01 $см^3$».

Пункт 3.3.2 (дополнительные пункты)

3.3.2.1. Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20%.

3.3.2.2. Допускается определять концентрацию тиосульфата натрия по раствору бихромата калия с концентрацией с ($^1/_2K_2Cr_2O_7$) = 0,1 моль/$дм^3$.

Пункт 3.4.1 (дополнительный пункт).

3.4.1.1. Под кристаллический по ГОСТ 4159.

Пункт 3.4.2. Третий абзац. Заменить значение 1 на 5 $см^3$.

Примечание 3.

«3. Все реактивы до использования должны храниться в темном месте в бутылках темного стекла с пробками (п. 4.8).

Растворы йода и тиосульфата натрия следует приготовить заранее, установить их концентрацию и хранить при 20—26°С не более 10 сут. Допускается использовать раствор йода свыше 10 сут, если его концентрация находится в пределах 0,04723—0,04733».

Примечание 4 допускается не применять.

Раздел 4.

4. Аппаратура и материалы

4.1. Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

4.2. Шкаф сушильный по ОСТ 16.0.801.397, отрегулированный на (125±2)°С.

4.3. Шкаф сушильный по ТУ 25.02.210718, отрегулированный на (105±2)°С.

4.4. Колба 1(2)—1000 по ГОСТ 1770

4.5. Пипетки 2—1(2)—5; 2—1(2)—10; 2—1(2)—20; 2—1(2)—25 по ГОСТ 20292.

4.6. Бюретки 1(2)—2—25; 1(3)—2—50 по ГОСТ 20292.

4.7. Бутыли из темного стекла вместимостью 250, 500 и 1000 $см^3$ с бриллифованными пробками по ОСТ 6—09—108.

4.8. Пробирки для центрифугирования вместимостью 50 $см^3$ с завинчивающимися крышками и полиэтиленовыми вкладышами.

Примечание. Не допускается использовать корковые, резиновые или алюминиевые пробки.

4.9. Аппарат для встряхивания по ТУ 38 44810256.

4.10. Центрифуга с частотой вращения не менее 1000 $мин^{-1}$.

4.11. Секундомер по ГОСТ 5072
4.12. Воронка В-75—80(110) по ГОСТ 25336.
4.13. Колбы Кн-1—50; 1—100; 1—250 по ГОСТ 25336.
4.14. Ложка 1(2) по ГОСТ 9147.
4.15. Палочка стеклянная.
4.16. Стаканы В-1—50; В-1—1000 по ГОСТ 25336.
4.17. Стаканчик СН-60/14 по ГОСТ 25336 или бюкса диаметром 58 мм высотой 50 мм с крышкой.
4.18. Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный твердым осушителем.
4.19. Отраслевые стандартные образцы свойств технического углерода ОСО № 46(П1514), ОСО № 47(П234), ОСО № 48(П245), ОСО № 49(П324), утвержденные в установленном порядке.

Раздел 5 (дополнительное примечание)

Примечания. Для испытания берут 3—5 г технического углерода и тщательно перемешивают.

Раздел 7.

7. Проведение испытания

Пробу высушенного технического углерода массой 0,4900—0,5100 г помещают в колбу вместимостью 100 см³, приливают 25 см³ раствора йода, колбу сразу закрывают, смесь раствора йода с техническим углеродом встряхивают на аппарате в течение 3 мин и центрифугируют в пробирке в течение 3 мин, отсчитывая время с момента установления частоты вращения центрифуги 1000 мин$^{-1}$.

После центрифугирования полностью декантируют раствор йода одним плавным движением в стакан вместимостью 50 см³, оставляя пробу технического углерода на дне пробирки, отбирают 20 см³ раствора йода, помещают в колбу вместимостью 100 см³, титруют раствором тиосульфата натрия до бледно-желтого цвета, добавляют 5 см³ раствора крахмального индикатора и продолжают титрование до исчезновения голубого цвета при добавлении последней капли раствора тиосульфата натрия.

Аналогично проводят контрольный опыт без технического углерода

Допускается отбирать 20 см³ раствора йода непосредственно из пробирки центрифуги без взмучивания технического углерода.

Допускается фильтровать суспензию с помощью бумажного фильтра и отбирать 10 см³ фильтрата для титрования.

Раздел 8.

8. Обработка результатов испытания

8.1. Йодное число (I) в граммах на килограмм вычисляют по формуле

$$I = 126{,}9 \cdot (V_4 - V_5)\,\frac{C_1 \cdot 25}{m \cdot V_6},$$

где V_4 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в контрольном опыте, см³;

V_5 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в опыте с пробой технического углерода, см³;

C_1 — концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм³;

m — масса пробы технического углерода, г,

V_6 — объем раствора йода, отобранный для титрования, см³.

8.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, полученных одним исполнителем, абсолютное расхождение между которыми не превышает 1,0 г/кг. Результат испытания записывают с точностью до целого числа.

Наибольшее среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности испытания равно ±2,4 г/кг при доверительной вероятности $P = 0,95$.

При сопоставлении результатов испытаний в разных лабораториях результаты считают достоверными, если допускаемое расхождение между ними не превышает 4 г/кг.

Правильность выполнения испытания контролируют по отраслевым стандартным образцам в соответствии с инструкцией по применению.

Раздел 9 стандарта допускается не применять.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

С. В. Орехов, канд. техн. наук; **Л. Г. Машнева**; **Н. А. Царева**; **П. И. Червяков**, канд. хим. наук; **Н. М. Богуславская**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 27.07.90 № 2301

3. **Срок первой проверки — 1995 г., периодичность проверки — 5 лет**

4. **Стандарт соответствует СТ СЭВ 2129—89 в части разд. 2**

5. **Стандарт полностью соответствует международному стандарту ИСО 1304—85**

6. **ВЗАМЕН ГОСТ 25699.3—83**

7. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела и пункта приложения
ГОСТ 25699.7—90	5
ГОСТ 1770—74	4.4
ГОСТ 4159—79	3.1.1
ГОСТ 4202—75	3.2.1
ГОСТ 4204—77	3.3.2.1
ГОСТ 5072—79	4.11
ГОСТ 9147—80	4.14
ГОСТ 10163—76	3.1.1
ГОСТ 20292—74	4.5, 4.6
ГОСТ 24104—88	4.1
ГОСТ 25336—82	4.12, 4.13, 4.16, 4.17, 4.18
ГОСТ 27068—86	3.3.1.1
ОСТ 6—09—108—85	4.7
ОСТ 16.0.801.397—87	4.2
ТУ 6-09—3467—79	3.3.1.2
ТУ 6—09—3909—88	3.2.3
ТУ 25—02.210718—78	4.3
ТУ 38.44810256—89	4.9

gost.e-ecolog.ru