МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 1304— 2013

ИНГРЕДИЕНТЫ РЕЗИНОВОЙ СМЕСИ. УГЛЕРОД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Определение числа адсорбции йода

(ISO 1304:2006, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса», Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 сентября 2013 г. № 59-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 1304:2006 Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of iodine adsorption number (Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение числа адсорбции йода).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 3 «Сырье (включая латекс) для резиновой промышленности» технического комитета по стандартизации ISO/TC 45 «Каучук и резиновые изделия» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 марта 2014 г. № 210-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 1304—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячных информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомления и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Аппаратура 2
5 Реактивы 2
6 Приготовление растворов 3
7 Стандартизация растворов 4
8 Проведение испытания 6
9 Оформление результатов 7
10 Проверка с использованием стандартных образцов технического углерода 7
11 Прецизионность и смещение 7
12 Протокол испытания 9
Приложение А (справочное) Номера CAS реактивов 10
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам 11
Библиография 11

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИНГРЕДИЕНТЫ РЕЗИНОВОЙ СМЕСИ. УГЛЕРОД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Определение числа адсорбции йода

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

Дата введения — 2016—01—01

Предупреждение — Пользователи настоящего стандарта, должны обладать навыками практической работы в лаборатории. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за соблюдение техники безопасности и охрану здоровья, а также за соблюдение требований национального законодательства.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения числа адсорбции йода (далее — йодного числа) технического углерода, предназначенного для использования в резиновой промышленности методами А и В:

- метод А — титрование с использованием бюретки и крахмала в качестве индикатора;
- метод В — потенциометрическое титрование автоматическим титратором.

Йодное число характеризует поверхность технического углерода, которая обычно соответствует поверхности, определяемой по адсорбции азота. Однако йодное число существенно снижается при высоком содержании летучих веществ или веществ, экстрагируемых растворителями, поэтому йодное число не следует рассматривать как показатель удельной поверхности технического углерода. Старение технического углерода также может влиять на значение йодного числа.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

ISO 385:2005 Laboratory glassware — Burettes (Стеклянная лабораторная посуда. Бюретки)

ISO 648:1977 Laboratory glassware — One-mark pipettes (Стеклянная лабораторная посуда. Пипетки с одной меткой)

ISO 1042:1998 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks (Стеклянная лабораторная посуда. Колбы мерные с одной меткой)

ISO 1126 Rubber compounding ingredients — Carbon black. Determination of loss on heating (Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение потерь при нагревании)

ISO/TR 9272:2005 Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards (Резина и резиновые изделия. Определение прецизионности для стандартных методов испытаний)

3 Сущность метода

Пробу технического углерода высушивают, взвешивают и тщательно перемешивают с отмеренным объемом стандартизованного раствора йода. Затем смесь центрифугируют. Отмеренный объем чистого раствора йода титруют стандартизованным раствором тиосульфата натрия. По объему раствора, израсходованного на титрование, и массе пробы вычисляют йодное число технического углерода.

Издание официальное

4 Аппаратура

Используют обычное лабораторное оборудование (лабораторные стаканы, воронки, фарфоровую ложку, емкости для взвешивания и т. д.), а также оборудование, приведенное ниже.

4.1 Аналитические весы чувствительностью 0,1 мг.

4.2 Сушильный шкаф с естественной конвекцией, обеспечивающий поддержание температуры (125 ± 1) °С и ее равномерное распределение в пределах ±5 °С.

4.3 Мерные колбы с одной меткой и притертой пробкой, предпочтительно класса А по ISO 1042, следующих вместимостей:

a) (2000,00 ± 0,60) см³;

b) (1000,00 ± 0,40) см³.

4.4 Многократный дозатор вместимостью 25 см³, откалиброванный с погрешностью ±0,03 см³, или пипетки с одной меткой высокой точности следующих вместимостей:

a) (20,00 ± 0,03) см³;

b) (25,00 ± 0,03) см³.

При использовании пипеток класса А по ISO 648 калибровку не проводят. Другие пипетки калибруют с точностью до 0,01 см³ по дистиллированной воде; используют температурную поправку, если необходимо показать действительный объем, задаваемый с точностью до 0,01 см³. Действительный задаваемый объем — считываемый объем плюс (или минус) калибровочная поправка на этот объем. Для высокоточного определения объема (см. 7.2.2, 7.3.2, 8.3.3, 8.3.6 и 8.3.8) рекомендуется, чтобы пипетки вместимостью 20 и 25 см³ имели одно и то же значение калибровочной поправки.

4.5 Цифровые бюретки с ценой деления 0,01 см³, оснащенные кнопкой обнуления, откалиброванные с точностью до ±0,05 см³, или бюретки (только для метода А) высокой точности, заполняемые сбоку, градуированные через 0,05 см³ с автоматическим возвратом на нуль следующих вместимостей:

a) (25,00 ± 0,05) см³;

b) (50,00 ± 0,05) см³.

При использовании бюреток класса А по ISO 385 калибровку не проводят. Другие бюретки калибруют с точностью до 0,01 см³ по дистиллированной воде; используют температурную поправку, если необходимо показать действительный объем, задаваемый с точностью до 0,01 см³. Действительный задаваемый объем — считываемый объем плюс (или минус) калибровочная поправка на этот объем.

4.6 Бутыли из темного стекла вместимостью 250 и 500 см³ с притертой пробкой.

4.7 Стеклянная бутыль вместимостью 2000 см³ с притертой пробкой.

4.8 Бутыли из желтого стекла вместимостью 1000 и 2000 см³ с притертой пробкой.

4.9 Пробирки для центрифугирования с навинчивающейся крышкой и полиэтиленовой прокладкой вместимостью 50 см³.

Не допускается использовать корковые, резиновые или металлические пробки.

4.10 Механическое встряхивающее устройство, совершающее 240 колебаний в минуту с амплитудой 25 мм.

4.11 Центрифуга с угловой скоростью вращения не менее 105 рад/с (1000 об/мин).

4.12 Эксикатор.

4.13 Магнитные мешалки с вращающимися стержнями.

4.14 Автоматический титратор (только для метода В), оснащенный комбинированным электродом для потенциометрического титрования.

5 Реактивы

Если нет других указаний, химические вещества должны быть квалификации ч. д. а.

5.1 Деионизованная или дистиллированная вода.

5.2 Йод (I_2).

5.3 Йодид калия (KI).

5.4 Йодат калия (KIO_3).

5.5 Пентагидрат тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$).

5.6 *н*-Амиловый спирт ($C_5H_{11}OH$).

5.7 Серная кислота (H_2SO_4), массовая доля 98 %, ρ = 1,84 г/см³.

5.8 Растворимый крахмал (только для метода А).

5.9 Салициловая кислота ($C_7H_6O_3$) (только для метода А).

6 Приготовление растворов

6.1 Раствор йода концентрацией 0,02364 моль/дм³ (0,04728 н), содержащий 9,5 частей йодида калия на 1 часть йода

Примечание — Поскольку результат испытания зависит от концентрации раствора йода и йодида калия, необходимо точно следовать инструкциям приготовления и стандартизации раствора (см. 7.3).

6.1.1 В химическом стакане вместимостью 100 см³ взвешивают 114,00 г йодида калия (5.3) с точностью до 0,01 г.

6.1.2 Помещают в чистую мерную колбу вместимостью 2000 см³ (4.3) через воронку большого диаметра приблизительно 3/4 KI.

6.1.3 Добавляют воду (5.1) в объеме, достаточном для покрытия всего KI. Вращательными движениями растворяют содержимое колбы и выдерживают раствор до достижения температуры окружающей среды.

6.1.4 Помещают оставшийся KI в химический стакан вместимостью 250 см³ с объемом воды (5.1), достаточным для его растворения.

6.1.5 Взвешивают на весах (4.1) в стаканчике для взвешивания с пришлифованной крышкой 12,000 г йода с точностью до 0,005 г. Кристаллы йода переносят только фарфоровой ложкой, перед взвешиванием стаканчик для взвешивания закрывают.

6.1.6 Используя воронку, добавляют йод в раствор йодида калия, приготовленный по 6.1.3.

6.1.7 Тщательно промывают стаканчик для взвешивания порциями раствора KI, приготовленного по 6.1.4, до обесцвечивания и переносят промывные воды в мерную колбу вместимостью 2000 см³, используя воронку.

6.1.8 Промывают воронку оставшимся раствором KI, приготовленным по 6.1.4.

6.1.9 Добавляют воду (5.1), заполняя почти полностью мерную колбу, укупоривают ее притертой стеклянной пробкой, гомогенизируют раствор 2—3 вращательными движениями и выдерживают приблизительно 1 ч.

6.1.10 Открывают колбу, доводят объем до метки водой (5.1), помещают в колбу стержни, устанавливают колбу на магнитную мешалку (4.13) и перемешивают при средней скорости не менее 2 ч.

Примечание — При средней скорости перемешивания глубина водоворота должна быть приблизительно 5 мм.

6.1.11 Переносят раствор в бутыль из желтого стекла (4.8) и перед использованием выдерживают в течение ночи.

6.2 Раствор тиосульфата натрия концентрацией 0,05 моль/дм³ (0,05 н)

Примечание — Ранее использовали тиосульфат концентрации 0,0394 моль/дм³ (0,0394 н). Поскольку концентрация раствора тиосульфата не влияет на значение йодного числа, в настоящем стандарте используют имеющийся в продаже раствор тиосульфата концентрации 0,05 моль/дм³ (0,05 н); при необходимости его можно приготовить из твердого тиосульфата натрия, как описано ниже.

Допускается использовать раствор тиосульфата натрия концентрацией 0,0394 моль/дм³ (0,0394 н). В этом случае следует откорректировать процедуру приготовления раствора, формулы, используемые для его стандартизации, а также формулы, используемые для вычисления йодного числа.

6.2.1 В подходящем сосуде взвешивают 24,817 г пентагидрата тиосульфата натрия (5.5) с точностью до 0,005 г.

6.2.2 Используя воронку, переносят взвешенный тиосульфат натрия в мерную колбу вместимостью 2000 см³ (4.3).

6.2.3 Используя воронку, добавляют приблизительно 1 дм³ воды (5.1). Тщательно промывают воронку.

6.2.4 Добавляют в колбу 10 см³ *н*-амилового спирта (5.6) и тщательно встряхивают раствор в колбе до полного растворения всех кристаллов.

6.2.5 Доводят объем раствора до метки водой (5.1), помещают в колбу стержни, устанавливают колбу на магнитную мешалку и перемешивают не менее 2 ч при средней скорости (см. примечание к 6.1.10).

6.2.6 Переносят раствор в стеклянную бутыль (4.7).

6.3 Раствор йодата/йодида калия концентрации $c(KIO_3)$ = 0,00833 моль/дм³ (0,05 н)

6.3.1 Высушивают достаточное количество йодата калия (5.4) в сушильном шкафу (4.2) при температуре 125 °С в течение 1 ч. Охлаждают в эксикаторе (4.12) до температуры окружающей среды.

6.3.2 В мерной колбе вместимостью 2000 см³ (4.3) приблизительно в 200 см³ воды (5.1) растворяют 57,0 г (взвешенного с точностью до 0,1 г) йодида калия (5.3). Выдерживают до достижения раствором температуры окружающей среды.

6.3.3 Взвешивают 1,7833 г свежевысушенного йодата калия (5.4) с точностью до 0,1 мг и переносят в мерную колбу с раствором йодида калия.

6.3.4 Доводят объем раствора до метки водой (5.1). Укупоривают колбу и гомогенизируют раствор 4—5 вращательными движениями.

6.3.5 Переносят раствор в бутыль из желтого стекла (4.8).

Примечание — Раствор йодата/йодида калия является исходным стандартным раствором в настоящем методе испытания, поэтому важно соблюдать все меры предосторожности для обеспечения точности его приготовления.

6.4 Раствор серной кислоты приблизительно 20 % масс.

6.4.1 Отмеряют мерным цилиндром 175 см³ воды (5.1) и переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³.

6.4.2 Отмеряют мерным цилиндром небольшой вместимости 25 см³ концентрированной серной кислоты (5.7).

6.4.3 Очень осторожно вливают кислоту в колбу с водой (6.4.1) и слегка перемешивают. Ополаскивают мерный цилиндр разведенной кислотой из колбы и переносят ее в ту же колбу. Воду для ополаскивания не используют.

6.4.4 Переносят раствор в бутыль из темного стекла вместимостью 250 см³ (4.6), укупоривают ее притертой пробкой и перед использованием охлаждают раствор до температуры окружающей среды.

6.5 Раствор крахмального индикатора 0,25 % масс. (только для метода А)

6.5.1 В химический стакан вместимостью 50 см³ помещают 2,5 г порошка растворимого крахмала (5.8), 2 мг салициловой кислоты (5.9) и 25 см³ воды (5.1), затем перемешивают стеклянной палочкой.

6.5.2 На плитке в химическом стакане вместимостью 2000 см³ доводят до кипения 1000 см³ воды (5.1).

6.5.3 Вливают суспензию крахмала, приготовленную по 6.5.1, в кипящую воду и кипятят при перемешивании приблизительно 10 мин.

6.5.4 Охлаждают раствор до температуры окружающей среды и осаждения, сливают осветленный раствор в бутыль вместимостью 500 см³ (4.6) и укупоривают.

7 Стандартизация растворов

7.1 Общие положения

Раствор йодата/йодида калия используют в качестве исходного стандартного раствора для стандартизации раствора тиосульфата натрия. Затем раствор тиосульфата натрия используют как вторичный стандартный раствор для стандартизации раствора йода.

7.2 Раствор тиосульфата натрия

7.2.1 Наполняют стеклянную или цифровую бюретку (4.5) нестандартизованным раствором тиосульфата натрия через 24 ч после его приготовления. Через кончик бюретки сливают 2—3 см³ раствора и записывают показания раствора (для цифровой бюретки наполняют входное отверстие и питающие трубки и устанавливают на нуль).

7.2.2 В коническую колбу вместимостью 250 см³ или химический стакан для титрования с цифровой бюреткой переносят пипеткой (4.4) точно 20 см³ раствора йодата/йодида калия (6.3).

7.2.3 Добавляют приблизительно 3 см³ раствора серной кислоты (6.4) для выделения йода. Тщательно перемешивают.

7.2.4 Титрование в присутствии крахмального индикатора (метод А)

7.2.4.1 Добавляют в колбу из бюретки раствор тиосульфата натрия до получения раствора бледно-желтого цвета. Промывают сливной кончик бюретки и стенки колбы водой (5.1).

7.2.4.2 Добавляют в колбу приблизительно 5 см³ крахмального индикатора (6.5).

7.2.4.3 По каплям добавляют раствор тиосульфата натрия пока почти не исчезнет синяя или сине-фиолетовая окраска раствора. Промывают сливной кончик бюретки и стенки колбы водой (5.1).

7.2.4.4 Медленно по каплям добавляют раствор тиосульфата натрия (или устанавливают счетчик цифровой бюретки на деление 0,01 см³) до полного обесцвечивания синей окраски раствора.

7.2.4.5 Записывают объем раствора, израсходованный на титрование V_1, с точностью до 0,025 см³ (или до 0,01 см³).

Примечание — Для более эффективного использования стеклянной бюретки рекомендуется пользоваться небольшим увеличительным стеклом для считывания показаний бюретки с точностью до 0,025 см³.

7.2.4.6 При повторном определении выполняют последовательно процедуры по 7.2.2—7.2.4.5.

7.2.4.7 Переходят к процедурам по 7.2.6.

7.2.5 Потенциометрическое титрование (метод В)

7.2.5.1 Устанавливают химический стакан для титрования в автоматический титратор, погружают в раствор йодата/йодида калия электрод и титруют раствором тиосульфата натрия в соответствии с инструкциями изготовителя.

7.2.5.2 После окончания титрования считывают объем раствора, израсходованный на титрование V_1, с дисплея титратора с точностью до 0,01 см³.

7.2.5.3 При повторном определении повторяют последовательно процедуры по 7.2.2, 7.2.3, 7.2.5.1 и 7.2.5.2.

7.2.6 Вычисляют концентрацию раствора тиосульфата натрия c_1, моль/дм³, по формуле

$$c_1 = \frac{20 \cdot 6 \cdot 0{,}008333}{V_1}, \quad (1)$$

где 20 — объем титрованного раствора йодата/йодида калия (6.3), см³;

6 — стехиометрический коэффициент;

0,008333 — концентрация раствора йодата/йодида калия (6.3), моль/дм³;

V_1 — среднеарифметическое значение объема раствора, израсходованного на титрование при двух определениях, см³.

7.3 Раствор йода

7.3.1 Наполняют стеклянную или цифровую бюретку стандартизованным раствором тиосульфата натрия, как указано в 7.2.1.

7.3.2 В коническую колбу вместимостью 250 см³ или лабораторный стакан для титрования с цифровой бюреткой пипеткой (4.4) переносят точно 20 см³ нестандартизованного раствора йода.

7.3.3 Титруют содержимое колбы стандартизованным раствором тиосульфата натрия, следуя процедуре, описанной в 7.2.4 или 7.2.5.

7.3.4 Вычисляют концентрацию раствора йода c_2, моль/дм³, по формуле

$$c_2 = \frac{V_2 c_1}{2 \cdot 20}, \quad (2)$$

где V_2 — среднеарифметическое значение объема раствора, израсходованного на титрование при двух определениях, см³;

c_1 — концентрация стандартизованного раствора тиосульфата натрия, вычисленная по 7.2.6, моль/дм³;

2 — стехиометрический коэффициент;

20 — объем нестандартизованного раствора йода, необходимый для установления концентрации, см³.

7.3.5 Приемлемой считают концентрацию раствора йода

$$c_2 = 0{,}02364 \pm 0{,}00005 \text{ моль/дм}^3.$$

Если концентрация выходит за пределы указанного интервала, раствор корректируют следующим образом:

- если концентрация раствора выше, добавляют 4,2 см³ воды (5.1) на 1000 см³ раствора для каждых 0,0001 моль/дм³ концентрации выше 0,02364 моль/дм³;

- если концентрация раствора ниже, добавляют 0,0254 г йода на 1000 см³ раствора для каждых 0,0001 моль/дм³ концентрации ниже 0,02364 моль/дм³.

Примечание — Йод удобнее удалять из концентрированного раствора.

В любом случае важно тщательно гомогенизировать скорректированный раствор и повторить всю процедуру стандартизации (7.3).

8 Проведение испытания

8.1 Условия проведения испытания

Рекомендуется проводить испытания в помещении при температуре (23 ± 2) °С и относительной влажности (50 ± 5) % или при температуре (27 ± 2) °С и относительной влажности (65 ± 5) %.

Перед использованием рекомендуется выдерживать реактивы и аппаратуру в том же помещении и при той же температуре в течение нескольких часов.

Испытания проводят при отсутствии дыма или паров, загрязняющих реактивы и используемую аппаратуру, что может повлиять на результаты испытаний.

8.2 Подготовка пробы

Высушивают достаточную массу технического углерода по ISO 1126 при температуре 125 °С в течение 1 ч. Охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды. Высушенный технический углерод хранят в эксикаторе до проведения испытания. Стандартный образец технического углерода должен быть высушен до постоянной массы.

Примечание — Гранулы технического углерода должны быть целыми. Рыхлый, не гранулированный технический углерод при необходимости перед сушкой можно уплотнить.

8.3 Определение йодного числа

8.3.1 Пробу высушенного технического углерода взвешивают согласно таблице 1 в пробирке для центрифугирования (4.9) с точностью до 0,1 мг.

Таблица 1 — Масса пробы

Предполагаемое или номинальное йодное число *IAN*, г/кг	Масса пробы *m*, мг	Отношение объема раствора йода к массе пробы, $см^3/г$
0—130,9	500,0	50:1
131,0—280,9	250,0	100:1
281,0—520,9	125,0	200:1
521,0 и более	62,5	400:1

Используют массу навески, соответствующую предполагаемому йодному числу. Если результат не попадает в указанный интервал для конкретной массы, повторяют испытание, используя массу, соответствующую интервалу, в который попадает результат.

8.3.2 Масса пробы по таблице 1 действительна только при использовании раствора йода объемом 25 $см^3$, как установлено в 8.3.3 Допускается использовать другой объем раствора йода и другую массу пробы только в случае, если отношение объема раствора йода к массе пробы соответствует таблице 1.

При использовании пробирки для центрифугирования вместимостью 50 $см^3$ масса пробы должна быть не более 1,000 г. Если необходимо увеличить массу пробы и соответствующий объем раствора йода, используют пробирку подходящей вместимости для обеспечения эффективного встряхивания.

8.3.3 Пипеткой или многократным дозатором (4.4) вводят 25 $см^3$ раствора йода концентрацией 0,02364 моль/$дм^3$ в пробирку для центрифугирования, содержащую пробу, и сразу же укупоривают.

8.3.4 Помещают пробирку в механическое встряхивающее устройство (4.10) так, чтобы продольная ось пробирки была параллельна направлению встряхивания и встряхивают в течение 1 мин при 240 колебаниях в минуту.

8.3.5 Сразу после встряхивания центрифугируют гранулированный технический углерод при угловой скорости приблизительно 105 рад/с (1000 об/мин) в течение 1 мин или в течение 3 мин — не гранулированный технический углерод, начиная отсчет времени с момента достижения угловой скорости центрифугирования 105 рад/с.

8.3.6 Сразу после центрифугирования полностью сливают раствор йода одним плавным движением в химический стакан вместимостью 50 $см^3$, оставляя навеску технического углерода на дне пробирки для центрифугирования. Сразу же после слива пипеткой (4.4) переносят точно 20 $см^3$ раствора в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$.

Допускается отбирать 20 $см^3$ раствора йода пипеткой прямо из пробирки для центрифугирования, не касаясь технического углерода.

Если титрование проводят не сразу, сливают раствор в сосуд небольшой вместимости и немедленно укупоривают.

8.3.7 Титруют 20 см³ слитого раствора йода стандартизованным раствором тиосульфата натрия концентрации 0,05 моль/дм³, следуя процедуре по 7.2.4 (титрование в присутствии крахмального индикатора) или 7.2.5 (автоматическим титратором).

8.3.8 Повторяя последовательно процедуры по 8.3.3—8.3.7, проводят холостое определение, используя раствор йода, и записывают объем раствора, израсходованный на титрование V_B, с точностью до 0,025 или 0,01 см³ (см. примечание к 7.2.4.5).

8.3.9 Проводят повторное холостое определение и в вычислениях используют среднеарифметическое значение результатов двух определений.

Примечание — Если новые растворы не используют в течение дня, повторное холостое определение проводят один раз в день. Для лабораторий, работающих посменно, рекомендуется проводить повторное холостое определение в начале каждой смены.

8.3.10 Если концентрация растворов тиосульфата натрия и йода находится в допустимых пределах, среднеарифметическое значение холостого определения будет равно (18,91 ± 0,05) см³, в противном случае следует проверить концентрацию обоих растворов.

9 Оформление результатов

Вычисляют йодное число *IAN*, грамм йода на килограмм технического углерода, с точностью до 0,1 г/кг по формуле

$$IAN = (V_B - V_S)\frac{25}{V_B}c_2 \cdot 253{,}82\frac{1}{m}, \quad (3)$$

где V_B — объем раствора тиосульфата натрия, необходимый для холостого определения, см³;
V_S — объем раствора тиосульфата натрия, необходимый для титрования навески, см³;
25 — объем раствора йода, контактирующего с техническим углеродом (из калиброванной пипетки или дозатора), см³;
c_2 — концентрация раствора йода, моль/дм³;
253,82 — молекулярная масса йода I_2;
m — масса пробы, г.

10 Проверка с использованием стандартных образцов технического углерода

Рекомендуется контролировать надлежащее выполнение процедуры испытания, используя стандартные образцы технического углерода (стандартные значения и диапазон для каждого из них приведены в стандарте [1]).

Если значения для стандартного образца технического углерода не попадают в допустимый диапазон, следует приготовить новые растворы и проконтролировать их, включая исходный стандартный раствор, приготовленный по 6.3.

11 Прецизионность и смещение

11.1 Прецизионность

11.1.1 Прецизионность данного метода определена по ISO/TR 9272. Использованы термины и другие статистические данные по ISO/TR 9272.

11.1.2 Оценка прецизионности метода приведена ниже. Показатели прецизионности не используются при проведении приемочных испытаний материалов без документального подтверждения их применимости к конкретным материалам и конкретным протоколам испытаний, включающим данный метод.

11.1.3 Была проведена программа межлабораторных испытаний по определению прецизионности типа 1. Значения повторяемости и воспроизводимости характеризуют испытания, проведенные за короткий промежуток времени. Применяя метод А (титрование в присутствии крахмального индикатора),

7 лабораторий испытывали 3 пробы технического углерода два раза в два разных дня; следовательно $p = 7$, $q = 3$ и $n = 4$. При применении метода В (потенциометрическое титрование) 23 лаборатории испытывали 3 пробы технического углерода два раза в два разных дня; следовательно, $p = 23$, $q = 3$ и $n = 4$. За результат испытания принимали значение единичного определения. Допустимые значения расхождения результатов не определялись.

11.1.4 Результаты вычислений показателей прецизионности приведены в таблицах 2 (метод А) и 3 (метод В), в которых испытанные материалы расположены в порядке убывания в зависимости от среднего значения йодного числа. Выбросы были исключены. Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, приведено в таблицах.

Таблица 2 — Показатели прецизионности для метода А (титрование в присутствии крахмального индикатора)

Проба	Количество лабораторий	Среднее значение *IAN*, г/кг	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
			s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
A (N115)	4	158,21	0,268	0,758	0,479	1,302	3,760	2,376
B (N772)	5	32,67	0,170	0,482	1,475	0,607	1,784	5,460
C (N330)	5	80,77	0,432	1,221	1,512	0,678	2,274	2,816
Среднеарифметическое значение		90,55	—	—	—	—	—	—
Объединенное среднее значение		—	0,309	0,875	1,250	0,917	2,738	3,803

Использованы следующие обозначения:
s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение;
r — повторяемость, в единицах измерения,
(r) — повторяемость, %,
s_R — межлабораторное стандартное отклонение;
R — воспроизводимость, в единицах измерения;
(R) — воспроизводимость, %.

Таблица 3 — Показатели прецизионности для метода В (потенциометрическое титрование)

Проба	Количество лабораторий	Среднее значение *IAN*, г/кг	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
			s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
A (N115)	19	160,55	0,570	1,612	1,005	2,519	7,306	4,551
B (N772)	20	33,38	0,400	1,131	3,387	0,911	2,814	8,430
C (N330)	19	82,47	0,344	0,972	1,178	1,360	3,969	4,812
Среднеарифметическое значение		92,13	—	—	—	—	—	—
Объединенное среднее значение		—	0,448	1,268	2,150	1,734	5,068	6,190

Использованы следующие обозначения:
s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение;
r — повторяемость, в единицах измерения;
(r) — повторяемость, %;
s_R — межлабораторное стандартное отклонение;
R — воспроизводимость, в единицах измерения;
(R) — воспроизводимость, %.

Примечание — По результатам статистического анализа установлено, что имеется существенное расхождение между средним значением, полученным при применении метода А и метода В. По методу А (титрование в присутствии крахмального индикатора) получены значения приблизительно на 1 % ниже, чем по методу В (потенциометрическое титрование). Причины расхождения не установлены. При сравнении показателей прецизионности двух методов следует учитывать, что было разное количество лабораторий-участниц (статистическая база): метод А применяли 7 лабораторий, метод В — 23 лаборатории.

11.1.5 Прецизионность объединенных средних значений йодного числа можно выразить следующим образом.

11.1.5.1 Повторяемость *r*

Повторяемость в процентах, установленная для йодного числа, для метода А составляет 1,25 %, для метода В — 2,15 %. Результаты двух единичных испытаний (определений), расхождение между которыми превышает 1,25 % (для метода А) или 2,15 % (для метода В), следует считать недостоверными и требующими проведения соответствующей проверки.

11.1.5.2 Воспроизводимость *R*

Воспроизводимость в процентах для йодного числа, установленная по результатам оценки, для метода А составляет — 3,80 %, для метода В — 6,19 %. Результаты двух единичных испытаний (определений), полученные в разных лабораториях, расхождение между которыми превышает 3,80 % (для метода А) или 6,19 % (для метода В), следует считать недостоверными и требующими проведения соответствующей проверки.

11.2 Смещение

Согласно терминологии, относящейся к методам испытаний, смещение — это разность между средним значением определяемой характеристики, полученным при испытании и принятым опорным (действительным) значением определяемой характеристики. Опорные значения для данного метода отсутствуют, поскольку значение определяемой характеристики может быть установлено только при применении данного метода. Следовательно, смещение метода не установлено.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) обозначение настоящего стандарта;
b) подробную информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
c) условия проведения испытаний;
d) полученные результаты, выраженные в соответствии с разделом 9;
e) описание любых отклонений от метода настоящего стандарта;
f) дату проведения испытания.

Приложение А
(справочное)

Номера CAS реактивов

Таблица А.1 — Номера CAS реактивов

Обозначение пункта настоящего стандарта	Наименование химического вещества	Формула	Номер CAS[a)]
5.2	Йод	I_2	7553-56-2
5.3	Йодид калия	KI	7681-11-0
5.4	Йодат калия	KIO_3	7758-05-6
5.5	Пентагидрат тиосульфата натрия	$NA_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$	10102-17-7
5.6	*н*-Амиловый спирт	$C_5H_{11}OH$	71-41-0
5.7	Серная кислота	H_2SO_4	7664-93-9
5.8	Растворимый крахмал	$(C_6H_{10}O_5)_n$	9005-84-9
5.9	Салициловая кислота	$C_7H_6O_3$	00069-72-7
[a)] CAS — Химическая реферативная служба.			

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 385:2005 Стеклянная лабораторная посуда. Бюретки	—	*
ISO 648:1977 Стеклянная лабораторная посуда. Пипетки с одной меткой	—	*
ISO 1042:1998 Стеклянная лабораторная посуда. Колбы мерные с одной меткой	—	*
ISO 1126:1992 Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение потерь при нагревании	IDT	ГОСТ ISO 1126—2013 «Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение лотерь при нагревании»
ISO/TR 9272:2005 Резина и резиновые изделия. Определение прецизионности стандартных методов испытаний	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичный стандарт.

Библиография

[1] ASTM D 4821–07 Standard guide for carbon black. Validation of test method precision and bias
(Стандартное руководство для технического углерода. Валидация прецизионности и смещения метода испытания)

УДК 678.046.2:544.723.2:006.354 МКС 83.040.20 IDT

Ключевые слова: ингредиенты резиновой смеси, технический углерод, йодное число, метод определения

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *О.Д. Черепковой*

Сдано в набор 29.05.2014. Подписано в печать 06.06.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,40. Тираж 45 экз. Зак. 2255.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru