МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33618— 2015

УГОЛЬ АКТИВИРОВАННЫЙ

Стандартный метод определения йодного числа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной 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 Российской Федерации ТК 179 «Твердое минеральное топливо» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 5

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 октября 2015 г. № 81-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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 февраля 2016 г. № 91-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33618—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2017 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к стандарту ASTM D 4607—94 Standard test method for determination of iodine number of activated carbon (Стандартный метод определения йодного числа активированного угля) путем изменения отдельных слов, ссылок, которые выделены в тексте курсивом.

Перевод с английского (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.6 (пункт 3.6).

Степень соответствия — модифицированная (MOD)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2016

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УГОЛЬ АКТИВИРОВАННЫЙ

Стандартный метод определения йодного числа

Activated carbon. Standard test method for determination of iodine number

Дата введения — 2017—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на активированный и регенерированный активированный уголь и устанавливает метод определения йодного числа. Йодным числом называют количество поглощенного йода, выраженного в миллиграммах на 1 г активированного угля.

Значения, указанные в единицах системы СИ, являются стандартными. Другие единицы измерений не включены в настоящий стандарт.

В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4202—75 Реактивы. Калий йодноватокислый. Технические условия

ГОСТ 4159—79 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стан-

Издание официальное

дарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на использовании трехточечной адсорбционной изотермы. Три навески активированного угля различной массы обрабатывают раствором йода в специальных условиях, полученные смеси фильтруют. Йодное число определяют титрованием фильтрата и выражают в миллиграммах на 1 г угля при концентрации йода *в фильтрате* 0,02 н.

Концентрация йода в стандартном растворе оказывает влияние на адсорбцию йода активированным углем. Поэтому нормальность стандартного раствора йода должна поддерживаться постоянной и составлять (0,100 ± 0,001) н. для всех определений йодного числа.

4 Особенности метода

Йодное число — это относительный показатель пористости активированных углей. Йодное число не является мерой способности активированных углей адсорбировать другие вещества. Йодное число может быть использовано для приблизительной оценки удельной поверхности некоторых типов активированных углей. Однако нужно учитывать, что строгие взаимосвязи между удельной поверхностью и йодным числом не могут быть установлены. Эти показатели варьируются в зависимости от исходного материала активированных углей, от условий их получения и распределения в них пор по размерам.

Наличие в углях адсорбированных летучих веществ, серы и веществ, экстрагируемых водой, могут оказывать влияние на значение йодного числа.

5 Аппаратура

5.1 Весы аналитические *класса точности I по ГОСТ OIML R 76-1.*
5.2 Бюретка мерная объемом 5 или 10 см^3 *по ГОСТ 29251.*
5.3 Колбы конические с притертой пробкой объемом 250 см^3 *по ГОСТ 1770.*
5.4 Колбы конические с широким горлом объемом 250 см^3 *по ГОСТ 1770.*
5.5 Стаканы различных объемов.
5.6 Бутыли из темного стекла для хранения растворов йода и тиосульфата.
5.7 Воронки с внешним диаметром 100 мм.
5.8 Бумага фильтровальная *марки ФС по ГОСТ 12026.*
5.9 Пипетки объемом 5, 10, 25, 50 и 100 см^3 *по ГОСТ 29227.*
5.10 Колба мерная объемом 1 дм^3 *по ГОСТ 1770.*
5.11 Цилиндр градуированный объемом 100 и 500 см^3 *по ГОСТ 1770.*

6 Реагенты

6.1 Дистиллированная вода *по ГОСТ 6709.*
6.2 Соляная кислота, концентрированная *по ГОСТ 3118.*
6.3 Тиосульфат натрия *по ГОСТ 27068.*
6.4 Йод, кристаллы *по ГОСТ 4159.*
6.5 Водорастворимый крахмал *по ГОСТ 10163.*
6.6 Карбонат натрия.
6.7 Стандартный образец *или стандарт-титр утвержденного типа* йодата калия.
6.8 Йодид калия *по ГОСТ 4232.*

7 Подготовка растворов

7.1 Соляная кислота, 5 % масс., раствор

Добавить 70 см^3 концентрированной соляной кислоты к 550 см^3 дистиллированной воды, перемешать, *охлаждая сосуд с раствором.*

7.2 Тиосульфат натрия, 0,1 н. раствор

Растворяют 24,82 г тиосульфата натрия в (75 ± 25) см^3 свежей дистиллированной воды. Добавляют (0,1 ± 0,01) г карбоната натрия для минимизации бактериального распада в растворе тиосульфата. Полученную смесь количественно переносят в мерную колбу объемом 1 дм^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки. Раствор выдерживают в течение четырех дней, затем устанавливают концентрацию по 8.1.

Раствор следует хранить в бутылке из темного стекла.

7.3 Стандартный раствор йода (0,1 ± 0,001) н.

Навеску йода массой 12,7 г и навеску йодида калия массой 19,1 г помещают в стакан и смешивают. Затем добавляют 2—5 см^3 дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Продолжают добавлять небольшие порции воды около 5 см^3 каждая, постоянно перемешивая смесь до тех пор, пока ее общий объем не достигнет 50—60 см^3. Смесь оставляют не менее чем на 4 ч, периодически перемешивая, до полного растворения компонентов. Полученный раствор переливают в мерную колбу объемом 1 дм^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки. Соотношение йодида калия и йода в стандартном растворе должно составлять 1,5:1 (по массе). Раствор следует хранить в бутылке из темного стекла.

7.4 Йодат калия, 0,1 н. раствор

Навеску йодата калия массой 4 г или более сушат в течение 2 ч при температуре (110 ± 5) °С, затем охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе. Растворяют (3,5667 ± 0,1) мг сухого йодата калия в 100 см^3 дистиллированной воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу объемом 1 дм^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают.

Допускается готовить раствор йодата калия из стандарт-титра утвержденного типа.

Раствор следует хранить в колбе с притертой пробкой.

7.5 Крахмал, раствор 0,01 %

Смешивают (1,0 ± 0,5) г крахмала с 5—10 см^3 холодной воды до получения пастообразной консистенции. Добавляют (25 ± 5) см^3 воды, постоянно помешивая. Не переставая помешивать, добавляют смесь к 1 л кипящей дистиллированной воды и кипятят 4—5 мин.

Свежий раствор необходимо готовить каждый раз перед проведением испытания.

8 Установление концентраций растворов

8.1 Тиосульфат натрия, раствор 0,1 н.

Отмеряют пипеткой 250 см^3 раствора йодата калия, приготовленного по 7.4, в колбу 250 см^3 с широким горлом для титрования. Добавляют (2 ± 0,01) г йодида калия в колбу и перемешивают до растворения кристаллов йодида калия. Отмеряют пипеткой 5 см^3 концентрированной соляной кислоты и добавляют в колбу. Выделившийся свободный йод титруют раствором тиосульфата натрия до светло-желтого цвета. Добавляют несколько капель крахмального индикатора (7.5) и продолжают титровать (по каплям), пока не произойдет полное обесцвечивание раствора.

Нормальность раствора тиосульфата натрия определяют по следующей формуле:

$$N_1 = \frac{(P \cdot R)}{S},$$

где N_1 — нормальность раствора тиосульфата натрия, н.;

P — объем раствора йодата калия, см^3;

R — нормальность раствора йодата калия, н.;

S — объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см^3.

Титрование проводят трижды, за нормальность раствора принимают среднее арифметическое значение трех определений. Дополнительное определение проводят в том случае, если разброс значений превышает 0,003 н.

8.2 Йод, раствор 0,1 н.

Отмеряют пипеткой 250 мл раствора йода (7.3) в 250 мл колбу с широким горлом. Титруют раствором тиосульфата натрия с установленной *(8.1)* концентрацией до светло-желтой окраски. Добавляют несколько капель крахмального индикатора и продолжают титрование до обесцвечивания раствора. Нормальность раствора йода определяют по следующей формуле:

$$N_2 = \frac{(S \cdot N_1)}{I},$$

где N_2 — нормальность раствора йода, н.;

I — объем раствора йода, взятого для титрования, см^3.

Титрование проводят трижды, нормальность определяют по среднему результату. Дополнительное определение проводят в том случае, если разброс значений превышает 0,003 н.

Концентрация раствора йода должна быть (0,1 ± 0,001) н. Если такое значение не получено, следует повторить процедуру, описанную в 7.3 и 8.2.

9 Проведение испытания

9.1 Испытания проводят на порошковых, гранулированных *и дробленых* активированных углях. Перед испытанием представительные пробы углей должны быть измельчены. Для испытания измельченные гранулированные *и дробленые* угли должны отвечать следующим требованиям: не менее 60 % масс. пробы активированного угля должно быть крупностью менее 0,044 мм и 95 % масс. крупностью менее 0,15 мм. Для испытания порошковый уголь может быть измельчен для соответствия вышеуказанным требованиям.

9.2 Пробу активированного угля, соответствующую требованиям 9.1, сушат в соответствии с процедурой по [1], [2]. Высушенную пробу охлаждают в эксикаторе при комнатной температуре.

9.3 Определение йодного числа проводят на трех навесках активированного угля различной массы. В 10.4 описана процедура расчета массы навески. Взвешивают пробы в соответствии с расчетной массой. Навески помещают в чистые сухие конические колбы объемом 250 см^3 с притертой пробкой.

9.4 Отбирают пипеткой 10 мл 5 % масс. раствора соляной кислоты в каждую колбу. Закрывают крышкой и осторожно взбалтывают круговыми движениями до полного намокания пробы. Открывают пробку и ставят колбу на горячую плиту, помещенную в вытяжной шкаф, и доводят содержимое до кипения. Выдерживают при слабом кипении в течение (30 ± 2) с для удаления серы, которая может препятствовать получению достоверных данных. Убирают колбу с плиты и охлаждают до комнатной температуры.

9.5 В течение минимальных интервалов времени отмеряют пипеткой в каждую колбу 100 см^3 0,1 н. раствора йода, приготовленного по 7.3, 8.2. Быстро закрывают *колбы* пробками и энергично встряхивают содержимое колб в течение (30 ± 1) с. Быстро фильтруют каждую смесь через однослойный складчатый фильтр в чистый и сухой стакан. Аппаратура, используемая для фильтрации, должна быть подготовлена заранее, чтобы избежать каких-либо задержек.

9.6 Каждый фильтрат перемешивают, взбалтывая круговыми движениями. Перед отбором аликвоты фильтрата промывают пипетку его порцией, объемом 20—30 см^3, после чего отбирают промытой пипеткой по 50 см^3 фильтрата в чистые конические колбы с широким горлом емкостью 250 см^3. Титруют каждый фильтрат 0,1 н. раствором тиосульфата натрия до бледно-желтого цвета. Добавляют несколько капель крахмального индикатора и продолжают титровать тиосульфатом натрия до полного обесцвечивания раствора. Записывают использованное количество, см^3, тиосульфата натрия.

10 Обработка результатов

10.1 Способность активированного угля адсорбировать любое вещество зависит от концентрации этого вещества в растворе. Для этого концентрации стандартного раствора йода и фильтрата должны быть установлены или известны. Это необходимо для расчета соответствующих масс навесок активированного угля *для проведения испытаний*. Если C — нормальность фильтрата находится вне диапазона 0,008—0,04 н., испытание повторяют, используя навеску угля другой массы.

10.2 Для каждой навески рассчитывают две величины — C и X/M.

X/M — масса адсорбированного йода, *мг*, в расчете на 1 г активированного угля.

10.2.1 Для расчета величины X/M определяют следующие показатели:

$$A = N_2 \cdot 12693{,}0,$$

$$B = N_1 \cdot 126{,}93,$$

$$\mathrm{DF} = \frac{(I + H)}{F},$$

где DF — коэффициент разбавления;

H — объем 5 % масс. раствора соляной кислоты, см^3;

F — объем фильтрата, см^3.

Например, если используют 10 см^3 соляной кислоты и 50 см^3 фильтрата, коэффициент разбавления будет равен

$$DF = \frac{(100+10)}{50} = 2{,}2.$$

Величину X/M рассчитывают по следующей формуле:

$$X/M = \frac{A-(DF \cdot B \cdot S)}{M},$$

где M — масса навески угля, г;

S — *объем раствора тиосульфата, израсходованный на титрование фильтрата, см^3.*

10.2.2 Величину C рассчитывают по следующей формуле:

$$C = \frac{N_1 \cdot S}{F},$$

где C — концентрация остаточного йода в фильтрате, н.;

N_1 — нормальность раствора тиосульфата, н.;

F — объем фильтрата, *взятого для титрования*, см^3.

10.3 Строят график зависимости X/M (ось ординат) от C (ось абсцисс) в логарифмических координатах по значениям, полученным для трех навесок активированного угля различной массы. Строят линейный график по трем точкам с использованием метода наименьших квадратов (см. рисунок 1). Йодное число испытуемого угля находят по графику как величину X/M при значении остаточной концентрации йода, равной 0,02. Коэффициент регрессии *(степень аппроксимации)* при подборе методом наименьших квадратов должен быть не менее 0,995.

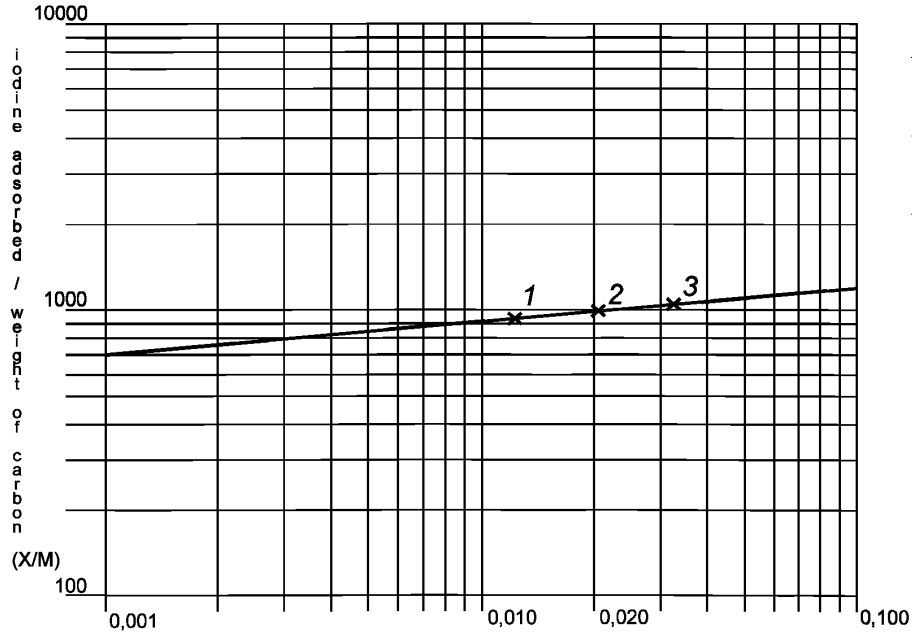
10.4 Массу навески активированного угля рассчитывают по следующей формуле:

$$M = \frac{A-DF \cdot C \cdot 126{,}93 \cdot 50}{E},$$

где E — оценочное значение йодного числа, *взятое из документов на данный активированный уголь.*

Массу трех навесок рассчитывают, используя три различных значения C, обычно 0,01, 0,02, 0,03.

Например, если оценочное значение йодного числа составляет 1000 мг/г, то соответствующие навески — ориентировочно 0,9, 1,0 и 1,1 г.



Точка 1	
X/M	932
C	0,012
Точка 2	
X/M	964
C	0,020
Точка 3	
X/M	1040
C	0,032
Йодное число	964
Наклон кривой	0,11
Поправочный коэффициент *(степень аппроксимации)*	0,999

Рисунок 1 — Пример построения адсорбционной изотермы

11 Отчет

Отчет должен содержать:
- полную идентификацию образца активированного угля, включая источник, партию и тип;
- йодное число, определенное по изотерме адсорбции при доверительной вероятности P = 95 %.

12 Точность метода

Для определения достоверности полученных результатов используют следующие значения:

- Повторяемость — точность метода определения йодного числа активированного угля в пределах значений 600—1450 мг/г составляет ±5,6 % от среднего результата, измеренного в миллиграммах на 1 г угля. Если два результата получены в одной и той же лаборатории и отличаются более чем на 5,6 %, такое определение не может считаться достоверным.

- Воспроизводимость — межлабораторная точность метода определения йодного числа, значение которого находится в пределах значений 600—1450 мг/г, составляет ±10,2 % от среднего значения, измеренного в миллиграммах на 1 г активированного угля. Если результаты, определенные в двух разных лабораториях, отличаются более чем на 10,2 %, такое определение не может считаться достоверным.

Библиография

[1] ASTM D2867 Test Methods for Moisture in Activated Carbon

[2] ГОСТ Р 55956—2014 Уголь активированный. Стандартные методы определения содержания влаги

УДК 662.7:006.354 МКС 75.160.10 MOD

Ключевые слова: уголь активированный, йодное число

Редактор *И.В. Кириленко*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 04.04.2016. Подписано в печать 08.04.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 33 экз. Зак. 989.

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

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

gost.e-ecolog.ru