МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 1138— 2013

ИНГРЕДИЕНТЫ РЕЗИНОВОЙ СМЕСИ. УГЛЕРОД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Определение содержания общей серы

(ISO 1138:2007, 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) на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

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
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 1138:2007 Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of sulfur content (Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение содержания серы), включая его изменение Amd.1:2012.

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 международного стандарта, на который дана ссылка, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

В тексте стандарта ссылка на международный стандарт актуализирована.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочному международному стандарту приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 марта 2014 г. № 199-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 1138—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 Метод А — с использованием кислородной калориметрической бомбы 1
4 Метод В — с использованием пламенной печи 3
5 Метод С — с использованием автоматического анализатора 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочному международному стандарту 5

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИНГРЕДИЕНТЫ РЕЗИНОВОЙ СМЕСИ. УГЛЕРОД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Определение содержания общей серы

Rubber compounding ingredients. Carbon black. Determination of total sulfur content

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения содержания общей серы во всех типах технического углерода, используемого в резиновой промышленности:

- метод А — с использованием кислородной калориметрической бомбы;
- метод В — с использованием пламенной печи;
- метод С — с использованием автоматического анализатора.

С учетом требований безопасности и прецизионности метода предпочтительно использовать автоматический анализатор. Методы А и В (классический химический анализ) используют при отсутствии автоматического оборудования.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный документ. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

ISO 15671 Rubber and rubber additives — Determination of total sulfur content using an automatic analyser (Резина и ингредиенты резиновой смеси. Определение общего содержания серы автоматическим анализатором)

3 Метод А — с использованием кислородной калориметрической бомбы

3.1 Сущность метода

Взвешенную пробу сухого технического углерода сжигают в кислородной калориметрической бомбе, затем открывают и промывают водой внутреннюю поверхность бомбы. Промывные воды собирают в лабораторный стакан. В промывных водах осаждают серу в форме сульфата бария, который собирают и взвешивают. Вычисляют содержание серы в процентах.

3.2 Реактивы

При анализе используют реактивы квалификации ч. д. а., дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

3.2.1 Хлорид бария, раствор концентрации 100 г/дм^3.

Растворяют 100 г хлорида бария двухводного ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) в воде и разбавляют до объема 1 дм^3.

3.2.2 Соляная кислота, ρ_{20} = 1,19 г/см^3.

3.2.3 Пикриновая кислота, насыщенный раствор

В колбу с притертой пробкой, содержащую воду, добавляют в избытке пикриновую кислоту. Колбу тщательно встряхивают для растворения пикриновой кислоты и получения насыщенного раствора. После насыщения некоторое количество кристаллов пикриновой кислоты следует оставить в растворе.

Издание официальное

3.2.4 Кислород

Кислород соответствующей чистоты (без соединений серы) подают из промышленных баллонов.

3.3 Аппаратура

Используют обычное лабораторное оборудование, а также оборудование, приведенное ниже.

3.3.1 Кислородная калориметрическая бомба (далее — бомба), укомплектованная трансформатором напряжения, запальной проволокой, топливной капсулой тигля, сосудом овальной формы, оболочкой калориметра, электрической мешалкой для циркуляции воды вокруг бомбы и термометром для изолирующего слоя калориметра диапазоном температур 19 °С—35 °С с ценой деления 0,02 °С.

3.3.2 Баллон с кислородом с регулятором и штуцером для соединения с кислородной калориметрической бомбой.

3.3.3 Фарфоровый тигель вместимостью 30 см^3.

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

3.3.5 Муфельная печь, обеспечивающая нагревание до температуры (925 ± 25) °С.

3.3.6 Воронки фильтровальные с длинной ножкой, обрезанной под углом 60°.

3.4 Проведение испытания

3.4.1 Сушат достаточное количество пробы в сушильном шкафу (3.3.4) при температуре 125 °С в течение 1 ч.

3.4.2 Взвешивают в топливной капсуле тигля (3.3.1) с точностью до 0,1 мг приблизительно 0,5 г высушенной пробы. Помещают тигель в петлевой электрод и закрепляют запальную проволоку в соответствии с инструкцией к бомбе. Запальную проволоку сгибают так, чтобы она располагалась ниже поверхности технического углерода.

3.4.3 Вносят пипеткой в цилиндр бомбы 5 см^3 воды. Собирают бомбу и заполняют ее кислородом (3.2.4) (давление — 3 МПа).

3.4.4 Наливают в сосуд калориметра 2 дм^3 воды температурой окружающей среды. Помещают сосуд в калориметр, устанавливают в сосуд бомбу, присоединяют к бомбе прижимные контакты, закрывают калориметр, устанавливают термометр и включают электрическую мешалку.

После перемешивания в течение 2 мин записывают температуру воды. Мгновенно замыкают цепь зажигания для вспышки электрического заряда. Если система зажигания не имеет сигнальной лампочки, пусковую кнопку зажигания следует удерживать приблизительно 5 с перед размыканием цепи. Отмечают повышение температуры воды. Приблизительно за 5 мин температура должна повыситься почти на 2 °С. (Если температура не повышается, испытание прекращают и проводят новое определение.) После зажигания электрическая мешалка должна работать в течение 10 мин.

Вынимают бомбу и плавно в течение не менее 1 мин снижают давление.

3.4.5 Открывают бомбу и промывают внутреннюю поверхность водой, собирая промывные воды в лабораторный стакан вместимостью 250 см^3. Фильтруют раствор в лабораторный стакан вместимостью 400 см^3, промывают фильтровальную бумагу тремя порциями воды по 5 см^3. Добавляют в фильтрат 5 см^3 соляной кислоты (3.2.2), 5 см^3 насыщенного раствора пикриновой кислоты (3.2.3) и 10 см^3 раствора хлорида бария (3.2.1). Выпаривают смесь на электрической плитке при невысокой температуре приблизительно 15 мин. Фильтруют через малозольную бумагу и промывают осадок на бумаге порциями кипящей воды по 10 см^3 до тех пор, пока испытание с раствором нитрата серебра не укажет на отсутствие в фильтрате хлорид-ионов.

3.4.6 Переносят фильтровальную бумагу с осадком в фарфоровый тигель (3.3.3), взвешивают с точностью до 0,1 мг. Обугливают и сжигают над низким пламенем высокотемпературной газовой горелки и переносят на 30 мин в муфельную печь (3.3.5), отрегулированную на температуру (925 ± 25) °С. Затем помещают тигель с содержимым в эксикатор, охлаждают до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

3.5 Оформление результатов

Массовую долю общей серы, %, вычисляют по формуле

$$\text{Массовая доля общей серы} = \frac{0{,}1373\,(m_2 - m_1)}{m_0} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m_2 — масса тигля с осадком после сжигания, г;

m_1 — масса тигля, г;

m_0 — масса высушенной пробы, г.

3.6 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) обозначение настоящего стандарта;

b) информацию, необходимую для идентификации пробы;

c) результат проведенного испытания.

4 Метод В — с использованием пламенной печи

4.1 Сущность метода

Нагревают взвешенную пробу высушенного технического углерода в пламенной печи в потоке кислорода при температуре 1425 °С. Соединения серы, выделенные из пробы, собирают в колбу для титрования, содержащую раствор соляной кислоты. Полученную смесь титруют стандартным раствором для титрования, содержащим йодат и йодид калия. Вычисляют содержание серы в процентах.

4.2 Реактивы

При анализе используют реактивы квалификации ч. д. а., дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.2.1 Соляная кислота

Смешивают 2 объема концентрированной соляной кислоты (ρ_{20} = 1,19 г/см^3) с 13 объемами воды.

4.2.2 Раствор, содержащий йодат и йодид калия (стандартный раствор для титрования)

Растворяют 1,1125 г йодата калия (KIO_3), 100 г йодида калия (KI) и 5 г гидроксида калия (KOH) в приблизительно 500 см^3 воды. В мерной колбе доводят объем раствора до 1 дм^3.

Хранят раствор в бутылке из коричневого или зеленого стекла. Рекомендуется через каждые 30 дней готовить свежий раствор.

4.2.3 Крахмальный индикатор, раствор

Растворяют 2,5 г крахмала и 5 г йодида ртути (II) (HgI_2) в 1 дм^3 воды.

4.2.4 Кислород

Кислород соответствующей чистоты (без соединений серы) подают из промышленных баллонов.

4.3 Аппаратура

Используют обычное лабораторное оборудование, а также оборудование, приведенное ниже.

4.3.1 Пламенная печь, обеспечивающая температуру (1425 ± 25) °С.

4.3.2 Трубка для сжигания длиной приблизительно 75 см с одним конусообразным концом.

4.3.3 Лодочки для сжигания из сплавленного оксида алюминия (алунда) или фарфора.

Новые лодочки для сжигания перед использованием следует выдержать 1 ч при температуре (1425 ± 25) °С.

4.3.4 Регулятор давления и измеритель скорости потока.

4.3.5 Устройство очистки кислорода, состоящее из последовательно соединенной колбы для промывки газа, содержащей концентрированную серную кислоту (H_2SO_4, ρ_{20} =1,84 г/см^3), и водопоглощающей колбы, заполненной смесью аскарита и безводного сульфата кальция, насыщенной углекислым газом.

4.3.6 Газ-дисперсионная трубка из крупнопористого стекла.

4.3.7 Колбы для титрования вместимостью приблизительно 500 см^3.

4.3.8 Резиновая пробка с жаропрочным теплоотражателем или прокладкой из металла или отражающего материала.

4.3.9 Сушильный шкаф, предпочтительно с естественной конвекцией, обеспечивающий поддержание температуры (105 ± 2) °С.

4.4 Проведение испытания

4.4.1 Сушат достаточное количество технического углерода в сушильном шкафу (4.3.9) при температуре (105 ± 2) °С в течение 1 ч. Взвешивают приблизительно 1 г высушенной пробы с точностью до 1 мг и переносят в лодочку для сжигания (4.3.3).

4.4.2 Заполняют одну треть колбы для титрования (4.3.7) раствором соляной кислоты (4.2.1), добавляют 2 мл раствора крахмального индикатора (4.2.3) и добавляют при перемешивании достаточный для получения различимого цвета объем раствора, содержащего йодат и йодид калия (4.2.2). Помещают газ-дисперсионную трубку (4.3.6) в колбу для титрования.

4.4.3 Помещают лодочку для сжигания, содержащую технический углерод, в горячую зону трубки для сжигания в пламенную печь при температуре 1425 °С и скорости потока кислорода 1 дм^3/мин (см. 4.4.4). Трубку для сжигания сразу закрывают пробкой для пропускания газообразных продуктов сгорания через газ-дисперсионную трубку. Раствор в колбе титруют раствором, содержащим йодат и йодид калия (4.2.2), до сохранения синего цвета раствора. Титрование считают завершенным, если после барботирования в течение 3 мин не нужно добавлять раствор, содержащий йодат и йодид калия, для поддержания синего цвета в колбе.

4.4.4 Перед каждой серией определений систему для сжигания необходимо очищать потоком кислорода в течение 30 мин при температуре печи (1425 ± 25) °С.

4.5 Оформление результатов

Массовую долю общей серы, %, вычисляют по формуле

$$\text{Массовая доля общей серы} = \frac{V}{20m}, \qquad (2)$$

где V — объем стандартного раствора для титрования, содержащего йодат и йодид калия (4.2.2), израсходованный на титрование, см^3;

m — масса пробы, г.

4.6 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) обозначение настоящего стандарта;

b) информацию, необходимую для идентификации пробы;

c) полученные результаты испытания.

5 Метод С — с использованием автоматического анализатора

Испытания проводят по ISO 15671, в котором приведены три варианта обнаружения образовавшегося диоксида серы. Можно также использовать детектор теплопроводности в соответствии с инструкциями изготовителя.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочному международному стандарту

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 15671:2000 Резина и ингредиенты резиновой смеси. Определение общего содержания серы автоматическим анализатором	—	*
* 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.		

УДК 678.046.2:543.57:006.354 МКС 83.040.20 IDT

Ключевые слова: ингредиенты резиновой смеси, технический углерод, определение содержания общей серы

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 02.06.2014. Подписано в печать 14.07.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 1,12. Тираж 40 экз. Зак. 2582.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru