

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ
И МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

ФГУП “РОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ИНФОРМАЦИИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И ОЦЕНКЕ СООТВЕТСТВИЯ”
(ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”)

Рег. № 9128

Углерод технический. Метод определения адсорбции йода

Standard Test Method for Carbon Black – Iodine Adsorption Number

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО

Федеральное агентство по
техническому регулированию
и метрологии

ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”

Номер регистрации: **9128/ASTM D**

Дата регистрации: **16.02.2017**

Обозначение стандарта

ASTM D1510:2016 на русском языке

Организация: ПК 6 ТК 160

Переводчик: ПК 6 ТК 160

Редактор: ПК 6 ТК 160

Кол-во стр. перевода: 20

Дата сдачи перевода: 14.02.2017

**Перевод аутентичен
оригиналу**

Москва

2017 г.



Углерод технический – Метод определения адсорбции йода ¹

Настоящий стандарт издаётся под постоянным номером D1510; число, следующее за номером, указывает год первоначального принятия или, если стандарт пересматривался, год последнего пересмотра. Число в скобках указывает год последнего утверждения. Наличие буквы "эпсилон" (ϵ) указывает на редакционное изменение со времени последнего пересмотра или утверждения.

Настоящий стандарт утверждён для использования учреждениями Министерства обороны США.

1 Область применения

1.1 Данный метод испытания распространяется на определение показателя адсорбции йода технического углерода.

1.1.1 Метод А – исходный метод определения адсорбции йода технического углерода. Метод В – альтернативный метод испытания, осуществляемый на основе автоматической подготовки и анализа образца.

1.2 Известно, что показатель адсорбции йода технического углерода понижается по мере старения образца. Получены образцы нового термообработанного стандартного эталонного технического углерода (SRB HT), характеризующегося стабильными показателями адсорбции йода при старении материала. Один образец или большее число образцов SRB HT рекомендуют использовать в повседневном контроле проведения испытаний с применением контрольных карт (x-charts), чтобы убедиться, что получаемые результаты находятся в контрольных пределах, установленных для конкретного стандартного образца. Все образцы SRB HT могут быть использованы в целях нормализации результатов определения адсорбции йода (Раздел 8), когда заданные значения не могут быть получены.

1.3 Стандартными следует считать значения, выраженные в единицах Международной системы единиц SI. Никакие другие единицы измерения не включены в настоящий стандарт.

1.4 *Настоящий стандарт не имеет цели рассмотрения всех вопросов безопасности, связанных с его применением, если таковые имеются. Пользователь настоящего стандарта должен предварительно установить надлежащие меры обеспечения безопасности и охраны труда, а также определить применимость нормативных ограничений.*

¹ Данный метод находится в ведении Комитета D24 по техническому углероду Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM) и в непосредственном ведении Подкомитета D24.21 по площади поверхности технического углерода и связанными с ней свойствам.

Настоящее издание утверждено 1 января 2016 года. Опубликовано в феврале 2016. Первоначально стандарт был утвержден в 1957 году. Последнее предыдущее издание было утверждено в 2013 году под номером D1510-13. Буквенно-цифровой идентификатор настоящего стандарта (DOI): 10.1520/D1510-16.



2 Нормативные ссылки

2.1 Стандарты ASTM:²

D1799	Углерод технический - Методика отбора проб продукта, транспортируемого в упаковке
D1900	Углерод технический - Методика отбора проб продукта, транспортируемого насыпью
D4483	Методика определения прецизионности стандартных методов испытаний в резиновой промышленности и промышленности технического углерода
D4821	Углерод технический - Методика определения прецизионности и отклонения методов испытаний
E969	Спецификация на стеклянные градуированные (трансферные) пипетки

2.2 Европейские стандарты:³

ISO/EN/DIN 8655-3 Поршневое градуированное устройство – Часть 3: Поршневые бюретки.

3 Сущность методов испытания

3.1 При проведении испытания по методу А взвешенный образец технического углерода обрабатывают порцией стандартного раствора йода, смесь встряхивают и центрифугируют. Затем избыток йода титруют стандартным раствором тиосульфата натрия. Количество адсорбированного йода выражают как долю общей массы образца технического углерода.

3.2 При проведении испытания по методу В взвешенный образец технического углерода обрабатывают порцией стандартного раствора йода, используя автоматическое устройство для подготовки образца, в котором происходит встряхивание и осаждение смеси с последующим отбором аликвотной части для автоматического титрования. Избыток йода титруют стандартным раствором тиосульфата натрия. Объем адсорбированного йода выражают как долю общей массы образца технического углерода.

4 Назначение и применение

4.1 Адсорбция йода характеризует технический углерод, являясь показателем его площади поверхности. Площадь поверхности технического углерода по адсорбции йода обычно соответствует площади поверхности по адсорбции азота. Присутствие летучих и экстрагируемых веществ, а также пористость поверхности технического углерода оказывают влияние на адсорбцию йода. Показатель адсорбции йода может изменяться и по мере старения образца технического углерода.

5 Аппаратура

5.1 *Стеклянные флаконы* вместимостью 45 см³, оптически прозрачные, с полиэтиленовыми пробками.

5.2 *Термостат с гравитационной конвекцией*, обеспечивающий поддержание температуры 125 °C ± 5 °C.

5.3 *Бюретка* (применима любая из нижеописанных бюреток):

5.3.1 *Цифровая бюретка* вместимостью 25 см³, со счётчиком для дозирования порциями по 0,01 см³ и регулятором для установки на ноль, или

5.3.2 *Стеклянная бюретка* вместимостью 25 см³, класса А, с наполнением через боковое ответвление, градуированная на 0,05 см³, с автоматической установкой на ноль.

5.4 *Дозатор с повторяемостью доз* вместимостью 25 см³, с воспроизводимостью ± 0,1%. Калиброван с точностью до ± 0,03 см³.

² Стандарты ASTM, на которые дана ссылка, можно запросить на сайте ASTM (www.astm.org) или через службу оказания услуг потребителям (service@astm.org). Номера томов Ежегодника стандартов ASTM указаны на странице сводных данных по этим стандартам на Web-сайте.

³ Стандарт можно приобрести, обратившись в Международную организацию по стандартизации (ISO), I, ch. de la Voie-Creuse, CP 56, CH-1211 Geneva 20, Switzerland, <http://www.iso.org>.



- 5.5 *Аналитические весы* с чувствительностью 0,1 мг.
- 5.6 *Центрифуга* с минимальной скоростью 105 рад/с (1000 об/ мин).
- 5.7 *Мерная колба* вместимостью 2000 см³, со стандартной конической пробкой.
- 5.8 *Воронка* большого диаметра, со стандартным коническим шлифом, подходящим для колбы вместимостью 2000 см³.
- 5.9 *Бутыль* из жёлтого стекла вместимостью 2000 см³, со стандартной конической пробкой.
- 5.10 *Стекланный кувшин* вместимостью приблизительно 20 дм³.
- 5.11. *Мешалка* для смешения реактивов, размером приблизительно 300 мм × 300 мм.
- 5.12 *Мешалка* для титрования, размером приблизительно 100 мм × 100 мм.
- 5.13 *Эксикатор*.
- 5.14 *Разная стеклянная посуда класса А* и оборудование, необходимое для выполнения испытания, как оно описано.
- 5.15 *Механический аппарат для встряхивания* с амплитудой колебания не менее 1 дюйма и частотой не менее 240 колебаний в минуту.
- 5.16 *Автоматический титратор*.
- 5.17 *Окислительно-восстановительный электрод*, представляющий собой комбинированный платиновый кольцевой электрод с хлорсеребряным электродом сравнения (Ag/AgCl/KCl) и керамической фриттой.
- 5.18 *Мерная колба* вместимостью 500 см³ со стандартной конической пробкой.
- 5.19 *Колба* вместимостью 250 см³ с притёртой стеклянной пробкой.
- 5.20 *Автоматический аппарат с устройством для подготовки образца и титратором*, снабжённый съёмным фильтром.⁴

6 Реактивы и растворы

- 6.1 *Чистота реактивов* – В отсутствии других указаний все химические вещества должны быть класса реактивов.
- 6.2 Приготовление растворов, перечисленных ниже, описано в Приложении А1. Могут быть приобретены готовые растворы йода (0,04728 N) и тиосульфата натрия (0,0394 N). Рекомендуют проверять нормальность готовых растворов перед их использованием.
- 6.3 *Раствор йода*, $c(I_2) = 0,02364$ моль/дм³ (0,04728 N), содержащий 57,0 г йодида калия (KI) на 1 дм³.
- 6.4 *Раствор йодата калия*, $c(KIO_3) = 0,00657$ моль/дм³ (0,0394 N), содержащий 45,0 г йодида калия на 1 дм³.

⁴ На момент опубликования стандарта комитету был известен один поставщик аппарата: Brinkmann Instruments, Inc. (One Santiago Rd., PO Box 1019, Westbury, NY 11590-0207). Единственным поставщиком фильтра (съёмного фильтра Minisart под № 17594 K, размер пор мембраны 5мкм, запорный выход Люэра), известным комитету, является Sartorius Stedim North America Inc. (131 Heartland Blvd., Edgewood, NY 11717). Данные по другим поставщикам следует направлять в штаб-квартиру ASTM International. Они будут рассмотрены на заседании соответствующего технического комитета, на котором заявитель может присутствовать.



6.5 *Раствор бихромата калия*, $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,006567$ (0,0394 N), содержащий 1,932 г бихромата калия (сертифицированный/прослеживаемый первичный стандарт) на 1 дм³.
(**Предостережение** – Бихромат калия является канцерогенным веществом).

6.6 *Раствор тиосульфата натрия*, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,0394$ моль/дм³ (0,0394 N), в котором содержится 5 см³ н-амилового спирта на 1 дм³.

6.7 *Серная кислота*, 10 %.

6.8 *Раствор растворимого крахмала*, 1 %, содержащий 0,02 г салициловой кислоты на 1 дм³.

6.9 *Деионизированная вода*.

7 Стандартизация растворов

7.1 *Тиосульфат натрия*, 0,0394N ($\pm 0,00008$)

7.1.1 Используют раствор бихромата калия, как описано ниже.

7.1.1.1 Наливают приблизительно 20 см³ 10%-ного раствора иодида калия (A1.4) в небольшой градуированный цилиндр и переносят в колбу для йода вместимостью 250 см³, снабжённую притёртой стеклянной пробкой.

7.1.1.2 Наливают приблизительно 20 см³ 10%-ного раствора серной кислоты (A1.5) в небольшой градуированный цилиндр и добавляют в раствор KI, который находится в колбе для йода. Смесь должна оставаться бесцветной.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 – Если смесь приобретает жёлтый цвет, готовят новый раствор KI.

7.1.1.3 Пипеткой вместимостью 20 см³ переносят 20 см³ стандартного раствора бихромата калия (0,0394 N) (A1.8) в колбу для йода вместимостью 250 см³, закрывают пробкой, взбалтывают и помещают в тёмное место на 15 мин.

7.1.1.4 Титруют содержимое колбы для йода свежим раствором тиосульфата натрия, как описано в 7.1.3 или 7.1.4.

7.1.2 Используют раствор йодата/иодида калия, как описано ниже.

7.1.2.1 Пипеткой переносят ровно 20 см³ раствора йодата/иодида калия (0,0394 N) в колбу для йода вместимостью 250 см³.

7.1.2.2 Наливают приблизительно 5 см³ 10%-ной серной кислоты в небольшой градуированный цилиндр и добавляют в раствор йодата/йодида.

7.1.2.3 Немедленно закрывают и тщательно смешивают.

7.1.2.4 Титруют содержимое колбы для йода свежим раствором тиосульфата натрия, как описано в 7.1.3 или 7.1.4.

7.1.3 *Титрование при использовании цифровой бюретки*

7.1.3.1 Устанавливают цифровую бюретку на режим наполнения, заполняют резервуар нестандартным раствором тиосульфата натрия и ополаскивают им всасывающие и питающие трубки.

7.1.3.2 Переключают бюретку на режим титрования и устанавливают счётчик на ноль.

7.1.3.3 Добавляют тиосульфат натрия до тех пор, пока содержимое колбы для йода не приобретает бледный желтоватый цвет (йодат калия) или бледный жёлтовато-зелёный цвет (бихромат калия). Промывают наконечник бюретки и стенки колбы водой.

7.1.3.4 Добавляют в колбу 5 капель крахмального раствора.

7.1.3.5 Продолжают по каплям добавлять тиосульфат натрия до почти полного исчезновения синего или сине-фиолетового цвета.

7.1.3.6 Промывают наконечник бюретки и стенки колбы водой, затем устанавливают счётчик на дозирование порциями по 0,01 см³. Добавляют тиосульфат натрия, пока не будет достигнута конечная точка, определяемая по приобретению раствором бесцветности (йодат калия) или цвета морской волны (бихромат калия).

7.1.3.7 Регистрируют объём раствора, израсходованного на титрование, и повторяют процедуру, начиная с 7.1.1 или 7.1.2, для повторного определения.

7.1.3.8 Вычисляют нормальность раствора тиосульфата натрия, как описано в 7.1.5 и приступают к выполнению процедуры по 7.1.6. Если титрование проводится для стандартизации раствора йода, описанном в 7.2, вычисляют нормальность раствора йода, как описано в 7.2.1.2, и переходят к процедуре по 7.2.1.3.



7.1.4 Титрование при использовании стеклянной бюретки

7.1.4.1 Заполняют обычную стеклянную бюретку нестандартным раствором тиосульфата натрия и пропускают через наконечник 2–3 см³ раствора.

7.1.4.2 Доводят содержание раствора до метки и титруют до конечной точки, определяемой по достижению бледного желтоватого цвета (йодат калия) или бледного желтовато-зелёного цвета (бихромат калия).

7.1.4.3 Промывают наконечник бюретки и стенки колбы водой.

7.1.4.4 Добавляют в колбу с йодом 5 капель раствора крахмала.

7.1.4.5 Продолжают добавлять по каплям тиосульфат натрия до конечной точки, определяемой по приобретению раствором бесцветности (йодат калия) или цвета морской волны (бихромат калия).

7.1.4.6 Регистрируют объём раствора, израсходованного на титрование, с точностью до 0,025 см³ и повторяют процедуру, начиная с 7.1.1 или 7.1.2, для повторного определения.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 – Для эффективного использования оптимальных рабочих характеристик стеклянной бюретки показания снимают с помощью небольшой лупы с точностью до 0,025 см³.

7.1.4.7 Вычисляют нормальность раствора тиосульфата натрия, как описано в 7.1.5 и переходят к процедуре по 7.1.6. Если титрование проводится для стандартизации раствора йода, как описано в 7.2, вычисляют нормальность раствора йода, как описано в 7.2.1.2, и приступают к выполнению процедуры по 7.2.1.3.

7.1.5 Вычисляют нормальность растворов тиосульфата натрия:

$$N = 20 (0,0394)/T, \quad (1)$$

где:

N – нормальность раствора;

T – объём раствора, израсходованного на титрование, см³.

7.1.6 Если нормальность раствора не равна 0,0394 N, концентрацию раствора регулируют следующим образом: избыточно концентрированный раствор разбавляют водой (2,5 см³/дм³ раствора на каждую 0,0001 N сверх 0,0394); в раствор недостаточной концентрации добавляют твёрдый тиосульфат натрия (0,025 г/дм³ раствора на каждую 0,0001 N, не достигающую 0,0394).

7.2 *Раствор йода*, 0,04728 N ($\pm 0,00003$) – Этот раствор может быть стандартизирован по вторичному эталону – раствору тиосульфата натрия (A1.3), стандартизованному, как описано в 7.1.

7.2.1 Раствор тиосульфата натрия используют, как описано ниже.

7.2.1.1 Пипеткой переносят ровно 20 см³ раствора йода в колбу для йода вместимостью 250 см³ и закрывают её. Продолжают выполнение процедуры, как описано в 7.1.3 или 7.1.4.

7.2.1.2 Вычисляют нормальность раствора йода:

$$N = (0,0394) T/20, \quad (2)$$

где:

N – нормальность раствора;

T – объём раствора тиосульфата натрия 0,0394 N, см³.

7.2.1.3 Если нормальность не равна 0,04728 N, концентрацию раствора регулируют следующим образом: избыточно концентрированный раствор разбавляют водой (2,1 см³/дм³ раствора на каждую 0,0001 N сверх 0,04728); в раствор недостаточной концентрации добавляют йод (12,7 мг/дм³ раствора на каждую 0,0001 N, не достигающую 0,04728). Йод удобнее дозировать, приготовив концентрированный раствор.



8 Нормализация при использовании SRB HT со стабильными показателями адсорбции йода

8.1 Если при испытании всех трёх стандартных эталонных образцов SRB HT лаборатория не может получить заданные значения, соответствующие допустимым пределам на х-карте, необходимо выполнить рекомендации, приведённые в стандарте D4821. Если значения, полученные для какого-либо одного из трёх стандартных эталонных образцов SRB HT, остаются за пределами допустимых пределов, выполняют процедуру по методике, описанной в 8.2 – 8.5, для нормализации всех результатов испытаний.

8.2 Каждый из трёх стандартных эталонных образцов SRB HT испытывают 4 раза.

8.3 Выполняют регрессионный анализ, используя заданное значение, принятое для стандартного эталонного материала SRB HT со стабильным показателем адсорбции йода (значение y), и отдельное измеренное значение (значение x).

8.4 Нормализуют значения, полученные при проведении всех последующих испытаний, прибегая к регрессионному уравнению:

$$\text{Нормализованное значение} = (\text{измеренное значение} \times \text{наклон}) + y - \text{отсекаемый отрезок} \quad (3)$$

8.5 Альтернативный вариант заключается в составлении таблицы чисел на основе регрессионного уравнения с целью определения соответствия между измеренным и нормализованным значениями.

8.6 Необходимость нормализации повторно определяют каждый раз, когда заменяют оборудование или используют новые партии растворов йода или тиосульфата натрия.

9 Отбор проб

9.1 Пробы отбирают в соответствии с методиками D1799 и D1900.

10 Холостой опыт

10.1 Метод А – Холостой опыт

10.1.1 Выполняют холостой опыт, отмерив пипеткой 20 см³ или дозировав 25 см³ раствора йода 0,04728 N в колбу Эрленмейера вместимостью 125 см³ и титруя раствором тиосульфата натрия 0,0394 N, как описано в 11.10.1, 11.10.2 или 11.10.3.

10.1.2 Объём тиосульфата натрия, пошедший на титрование 25 см³ раствора йода, использованного в холостом опыте, нужно умножить на 0,8 для введения в формулу, представленную в 13.1.

10.1.3 Повторно выполняют холостой опыт и используют среднее значение по двум полученным результатам в вычислениях.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 – Два холостых опыта необходимо проводить только один раз в день, если новые растворы не используются в течение дня.

10.1.4 Если нормальности двух растворов находятся в допустимых пределах, среднее значение по результатам двух холостых опытов должно составлять $24,00 \pm 0,09$ см³. В противном случае нормальность одного или обоих растворов необходимо повторно проверить. Если после повторной проверки растворов нормальности остаются вне допустимых пределов, регулируют концентрацию раствора йода, как описано в 7.2.1.3. Компоненты допустимых отклонений при холостом опыте представлены в Таблице 1.

10.1.5 В случае проведения холостого опыта, используя 20 см³ раствора йода, допустимое отклонение определяют как сумму (1) отклонения объёма, пошедшего на титрование при допустимой вариации концентраций растворов йода и тиосульфата натрия, и (2) допустимого отклонения при дозировании с помощью пипетки класса А вместимостью 20 мл.

**Таблица 1 – Компоненты допустимого отклонения при холостом опыте**

Объём раствора йода при холостом опыте, см ³	А. Отклонения объёма раствора, см ³	В. Допустимое отклонение при дозировании, см ³	Допустимое отклонение при холостом опыте, см ³
20,00	±0,06	±0,03	±0,09

10.1.6 Отклонение объёма раствора основано на максимальной вариации концентрации растворов, определяемой в 7.1 и 7.2. Допустимые отклонения при дозировании с помощью мерных пипеток класса А взяты из Спецификации E969.

10.2 Метод В – Холостой опыт

10.2.1 Выполняют холостой опыт, поместив магнитный стержень для перемешивания в пустой лабораторный стакан, который переносят в автоматическое устройство для подготовки образца.

10.2.2 Приводят в действие автоматическое устройство для подготовки образца и автоматический титратор.

10.2.3 Дозируют надлежащий объём раствора йода (0,04728 N) в лабораторный стакан. Выполняют процедуру таким же образом, как и в случае использования испытываемого образца (Раздел 12).

ПРИМЕЧАНИЕ 4 – При использовании лабораторных стаканов разного размера следует иметь в виду, что магнитный стержень должен доставать до дна лабораторного стакана для достижения тщательного перемешивания.

10.2.4 Проводят процедуры, обеспечивающие надлежащее промывание всей системы перед подачей финальной аликвотной части для титрования (ПРИМЕЧАНИЕ 5).

ПРИМЕЧАНИЕ 5 – Надлежащая очистка системы осуществима, например, если систему подвергнуть предварительному двукратному промыванию раствором йода, используемым в холостом опыте, а затем дистиллированной водой. Промывание может быть сделано следующим образом: (1) наливают в дозирующее устройство, оборудованное съёмным фильтром, аликвотную часть раствора йода, используемого в холостом опыте, из лабораторного стакана; переносят весь раствор в ёмкость для титрования, а затем откачивают его в контейнер для отходов; (2) повторяют предыдущую стадию ещё раз; заполняют дозирующее устройство финальной аликвотной частью раствора, предназначенного для холостого опыта (эта аликвотная часть должна быть в избытке для удаления пузырьков воздуха, которые могут образоваться при выполнении двух предыдущих стадий; объём аликвотной части раствора, используемой для титрования, может выбираться оператором по своему усмотрению (установлено, что достаточна аликвотная часть раствора, составляющая 7 см³ - 20 см³)); (3) дозируют небольшое количество раствора в ёмкость для титрования так, чтобы в дозирующем устройстве остался раствор в объёме, достаточном для титрования; (4) промывают ёмкость для титрования дистиллированной водой, удаляя смывы многократным откачиванием насосом.

10.2.5 Дозируют финальную аликвотную часть контрольного раствора в ёмкость для титрования и промывают стенки ёмкости, стержень и окислительно-восстановительный электрод дистиллированной водой, чтобы весь йод был смыт в смесь.

10.2.6 Автоматически титруют раствор йода тиосульфатом натрия (0,0394 N).

10.2.7 Проводят два холостых опыта. Среднее значение по результатам двух холостых опытов должно использоваться в вычислениях.

10.2.8 Холостые опыты могут проводиться ежедневно, в частности, если лаборатория готовит небольшие количества раствора йода. По альтернативному варианту холостые опыты проводят один раз для каждой партии раствора или с другой установленной периодичностью, если закупают большие партии раствора йода, и в том случае, когда соответствующие меры применяют для контроля проведения испытаний, таких как ежедневное испытание стандартных эталонных образцов НТ или INR с построением контрольных карт (х-карт).

ПРИМЕЧАНИЕ 6 – Двукратные холостые опыты необходимо проводить только один раз каждый день, если в течение рабочего дня не используются новые растворы.

ПРИМЕЧАНИЕ 7 – В случае замены фильтра, служащего для удаления частиц технического углерода, должны быть приняты меры для насыщения нового фильтра раствором йода, что может быть достигнуто, например, проведением не менее пяти холостых опытов. Среднее по результатам четвёртого и пятого холостых опытов принимают за итоговое контрольное значение, применяемое в вычислениях. Если замена фильтра не производится, среднее значение по результатам первого и второго холостых опытов используют в вычислениях.



ASTM D1510 – 16

10.2.9 Допустимые отклонения при холостых опытах указаны в Таблице 2 для разных объемов раствора йода. Допустимое отклонение определяют как сумму (1) отклонения объема, пошедшего на титрование при допустимой вариации концентраций растворов йода и тиосульфата натрия, и (2) допустимого отклонения при дозировании с помощью поршневого мерного устройства.

Таблица 2 – Допустимые отклонения при холостых опытах

Объем раствора йода при холостой опыт, см ³	А. Отклонения объема раствора, см ³	В. Допустимое отклонение при дозировании, см ³	Допустимое отклонение при холостом опыте, см ³
20,00	±0,064	±0,054	±0,118
10,00	±0,032	±0,027	±0,059
6,00	±0,019	±0,024	±0,043
1,00	±0,003	±0,007	±0,010

10.2.10 Допустимое отклонение при холостом опыте можно вычислить по линейному уравнению:

$$Y = 0,0056x + 0,0059, \quad (4)$$

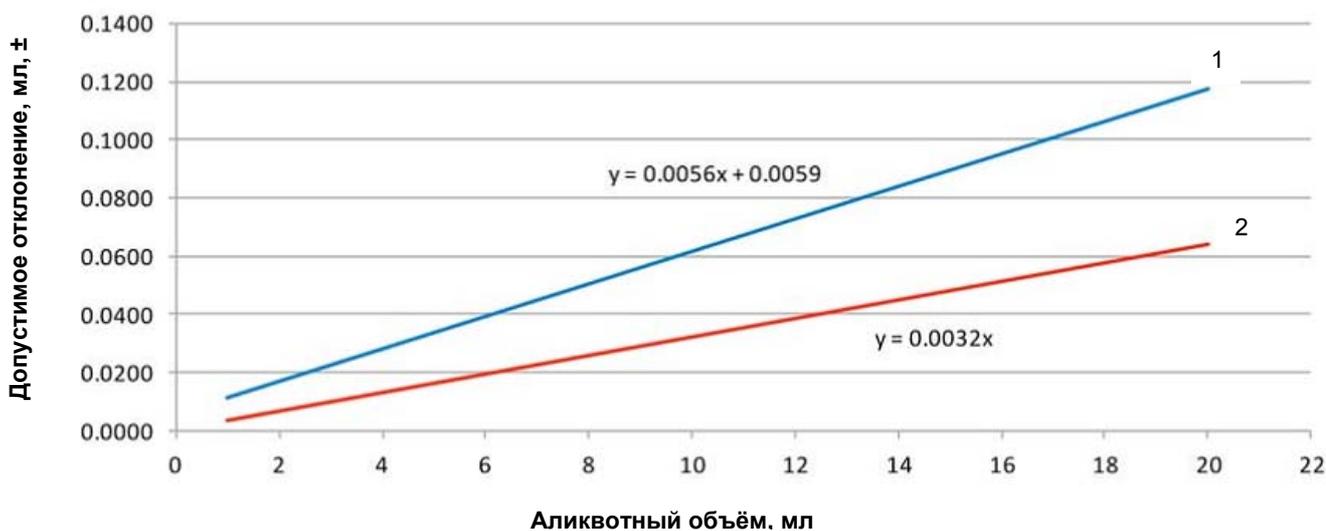
где:

Y - допустимое отклонение ±;

X - аликвотный объем, мл.

10.2.11 Допустимые отклонения при холостых опытах по методу В представлены также на Рисунке 1. Отклонение только объема раствора и отклонение объема раствора плюс допустимое отклонение дозирующего устройства в зависимости от аликвотного объема включены в качестве справочной информации.

Допустимое отклонение при холостом опыте на основе объема раствора и допустимые отклонения при дозировании с помощью поршневой пипетки



1- линейная зависимость (отклонение объема раствора и допустимое отклонение дозирования)
2 – линейная зависимость (отклонение объема раствора)

Рисунок 1 – Допустимые отклонение при холостом опыте по методу В в зависимости от аликвотного объема

10.2.12 Отклонение объема раствора основано на максимальной вариации концентраций раствора, определяемой в 7.1 и 7.2. Допустимые отклонения поршневого мерного устройства взяты из стандарта ISO/EN/DIN 8655-3.



11 Подготовка образца и определение адсорбции йода – Метод А

11.1 Высушивают надлежащее количество образца технического углерода в течение 1 ч в термостате с гравитационной конвекцией, установленном на 125 °С, в открытой ёмкости подходящих размеров, чтобы толщина слоя технического углерода не превышала 10 мм. Перед применением образец охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

11.2 Взвешивают в стеклянный флакон высушенный образец массой, выбранной как указано в нижепредставленной таблице. Когда показатель адсорбции йода находится в пределах 0 – 520,9, образцы любой указанной массой взвешивают с точностью до 0,001 г. Если значение показателя адсорбции йода составляет 521,0 и выше, образцы любой указанной массой взвешивают с точностью до 0,0001 г.

Показатель адсорбции йода	Масса образца, г	Отношение I ₂ к массе образца
0 – 130,9	0,500	50:1
131,0 – 280,9	0,250	100:1
281,0 – 520,9	0,125	200:1
521,0 и выше	0,0625	400:1

11.3 Берут образец массой, соответствующей предполагаемому значению показателя адсорбции йода. Если результат испытания оказывается выше или ниже диапазона значений показателя адсорбции йода, установленного для образца определённой массой, проводят повторное испытание, используя образец массой, указанной в таблице, приведенной в 11.2, для того диапазона, которому соответствует полученное значение.

ПРИМЕЧАНИЕ 8 – Неуплотнённый/негранулированный технический углерод перед высушиванием до взвешивания при необходимости подвергают уплотнению.

11.4 Масса образца, указанная в 11.2, применима при использовании 25 см³ раствора йода, как описано в 11.5. Другие объёмы раствора йода и массы образцов допустимы только в том случае, если отношение объёма раствора йода к массе образца остаётся на уровне, указанном в таблице в 11.2. Масса образца не должна превышать 1,000 г. Если нужно увеличить массу образца и соответствующий объём раствора йода, берут стеклянный флакон, вместимость которого, по меньшей мере, в два раза больше объёма раствора йода, используемого для испытания, в целях обеспечения надлежащей эффективности встряхивания.

11.5 Переносят пипеткой (или дозируют из калиброванного дозатора с повторяемостью доз) 25 см³ раствора I₂ (0,04728 N) в стеклянный флакон с образцом и немедленно закрывают его.

11.6 Закрепляют флакон в механическом аппарате для встряхивания и встряхивают в течение 1 мин с частотой не менее 240 колебаний в минуту.

11.7 Немедленно центрифугируют гранулированный технический углерод в течение 1 мин, а пылящий технический углерод в течение 3 мин.

11.8 Немедленно сливают. Если анализируют несколько образцов, раствор сливают в небольшие колбы или чистые сухие флаконы, которые сразу закрывают.

11.9 Пипеткой переносят 20 см³ раствора в коническую колбу вместимостью 250 см³ и титруют стандартным раствором тиосульфата натрия (0,0394 N) с помощью цифровой или стеклянной бюретки, как описано в 11.10.

11.10 Титрование раствора йода

11.10.1 Титрование при использовании цифровой бюретки

11.10.1.1 Установив бюретку на режим наполнения, заполняют ёмкость бюретки раствором. Промывают раствором всасывающие и питающие трубки.

11.10.1.2 Переключают на режим титрования, устанавливают счётчик на ноль и очищают наконечник бюретки тканью.

11.10.1.3 Добавляют тиосульфат натрия, пока раствор не приобретает бледно-жёлтый цвет. Промывают наконечник бюретки и стенки колбы водой.



ASTM D1510 – 16

- 11.10.1.4 Добавляют 5 капель раствора крахмала.
- 11.10.1.5 Продолжают по каплям добавлять тиосульфат натрия до почти полного исчезновения синего или сине-фиолетового цвета.
- 11.10.1.6 Промывают водой наконечник и стенки колбы и затем устанавливают счётчик на дозирование порциями по 0,01 см³. Добавляют раствор до конечной точки, достижение которой определяют по обесцвечиванию раствора.
- 11.10.1.7 Регистрируют показание бюретки с точностью до 0,01 см³.

11.10.2 Титрование при использовании обычной стеклянной бюретки

- 11.10.2.1 Удаляют оставшуюся каплю с наконечника бюретки осторожным прикосновением стенкой чистой склянки. Склянку можно использовать несколько раз для удаления дополнительных капель перед титрованием путём прикосновения чистой стороной стенки. Добавляют тиосульфат натрия, пока раствор не приобретёт бледно-жёлтый цвет. Промывают водой наконечник и стенки колбы.
- 11.10.2.2 Добавляют 5 капель крахмального раствора.
- 11.10.2.3 Продолжают по каплям добавлять тиосульфат натрия до конечной точки, достижение которой определяют по обесцвечиванию раствора.
- 11.10.2.4 Регистрируют объём раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, с точностью до 0,025 см³.

11.10.3 Титрование при использовании автоматического титратора

11.10.3.1 В автоматическом титраторе должны быть запрограммированы два метода, выполняемые при проведении окислительно-восстановительного титрования с детектированием точки эквивалентности:

- (1) метод, включающий сохранение среднего значения по результатам двух холостых опытов;
- (2) метод анализа образцов для определения показателя адсорбции йода.

ПРИМЕЧАНИЕ 9 – При настройке параметров соблюдают рекомендации изготовителя автоматического титратора. Для достижения высокой сходимости результатов испытания особое внимание должно быть уделено критериям детектирования точки эквивалентности.

11.10.3.2 Пипеткой переносят 20 см³ испытываемого раствора в надлежащую ёмкость для образца. Помещают ёмкость на автоматический титратор. Промывают стенки ёмкости, мешалку и окислительно-восстановительный электрод дистиллированной водой.

11.10.3.3 Титруют, используя стандартный раствор тиосульфата натрия (0,0394 N).

11.10.3.4 Выполнение метода титрования завершается определением объёма в точке эквивалентности с точностью до 0,01 см³.

12 Подготовка образца и определение адсорбции йода – Метод В

12.1 Высушивают надлежащее количество образца технического углерода в течение 1 ч в термостате с гравитационной конвекцией, установленном на 125 °С, в открытой ёмкости подходящих размеров, чтобы толщина слоя технического углерода не превышала 10 мм. Перед применением образец охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

12.2 Взвешивают в стеклянный флакон высушенный образец массой, выбранной как указано ниже в таблице. Все образцы любой указанной массой взвешивают с точностью до 0,001 г. Масса образцов не должна превышать 1,000 г. Данная таблица масс образца составлена при использовании раствора йода объёмом 50 см³.

Показатель адсорбции йода	Масса образца, г	Отношение I ₂ к массе образца
0 – 130,9	1,000	50:1
131,0 – 280,9	0,500	100:1
281,0 – 520,9	0,250	200:1
521,0 и выше	0,125	400:1

12.3 Допустимо использовать разные объёмы раствора йода и массы образцов технического углерода при условии, что сохраняется надлежащее отношение объёма раствора йода к массе образца, как указано в 12.2. Таблица масс образца при использовании раствора йода объёмом 25 см³ представлена ниже. Масса образца не должна превышать 0,5 г.



ASTM D1510 – 16

Показатель адсорбции йода	Масса образца, г	Отношение I ₂ к массе образца
0 – 130,9	0,500	50:1
131,0 – 280,9	0,250	100:1
281,0 – 520,9	0,125	200:1
521,0 и выше	0,0625	400:1

12.4 Берут образец массой, соответствующей предполагаемому значению показателя адсорбции йода. Если результат испытания оказывается выше или ниже диапазона значений показателя адсорбции йода, установленного для образца определённой массой, проводят повторное испытание, используя образец массой, указанной в 12.2 или 12.3 для того диапазона, которому соответствует полученное значение.

ПРИМЕЧАНИЕ 10 – Неуплотнённый/негранулированный технический углерод перед высушиванием до взвешивания при необходимости подвергают уплотнению.

12.5 В автоматическом аппарате с устройством для подготовки образца и титратором должно быть запрограммировано два метода окислительно-восстановительного титрования при достижении точки эквивалентности: (1) метод с сохранением среднего значения по результатам двух холостых опытов, как описано в 10.2; (2) метод анализа образцов технического углерода в целях определения показателя адсорбции йода на основе вычислений, описанных в Разделе 13.

ПРИМЕЧАНИЕ 11 – Операторы могут использовать разные аликвотные части контрольных и анализируемых образцов при испытании. Следует также учитывать, что функционирование оборудования может быть неодинаковым. В связи с этим необходимо соблюдать рекомендации производителя, устанавливая параметры времени промывания системы, скорость подачи реактивов, запуска/остановки титрования и т.п. Для достижения надлежащей сходимости результатов испытаний следует с особым вниманием относиться к определению критериев детектирования точки эквивалентности. Установлено, что вполне приемлема настройка критерия конечной точки на "25" и настройка идентификации точки эквивалентности (EP) на "greatest" (наивысший).

12.6 Осторожно помещают магнитный стержень в лабораторный стакан с высушенным образцом. Переносят лабораторный стакан в автоматическое устройство для подготовки образца, принимая меры предосторожности во избежание потери образца.

12.7 Приводят в действие автоматический аппарат с устройством для подготовки образца и титратором.

12.8 Дозируют 50 см³ раствора I₂ (0,04728 N) в лабораторный стакан, в котором находится образец и магнитный стержень, с помощью калиброванного дозатора с повторяемостью доз.

12.9 Встряхивают образец в течение 3 мин, а затем выключают двигатель встряхивающего устройства.

12.10 Оставляют лабораторный стакан для осаждения шлама в течение не менее 30 с. При испытании негранулированного технического углерода может потребоваться более длительное время осаждения шлама. Время осаждения может изменяться в связи с дополнительным периодом времени, необходимым для завершения предыдущего титрования в реакционной ёмкости, в течение которого устройство для подготовки образца будет бездействовать.

12.11 Принимают надлежащие меры для полной очистки дозирующего устройства и ёмкости для титрования. Пример процедуры очистки приведён в ПРИМЕЧАНИИ 5.

12.12 Дозируют аликвотную часть раствора йода в ёмкость для титрования, используя калиброванное дозирующее устройство с повторяемостью доз (дозирующую систему), снабжённое съёмным фильтром (5 мкм) для удаления частиц техуглерода. Промывают стенки ёмкости, стержень и окислительно-восстановительный электрод дистиллированной водой.

12.13 Автоматически титруют раствор йода тиосульфатом натрия (0,0394 N).

ПРИМЕЧАНИЕ 12 – По имеющимся данным срок службы съёмного фильтра рассчитан на проведение испытаний 50 образцов, но эксплуатационная долговечность фильтра может зависеть от типа и физической формы образцов. В случае замены фильтра необходимо принять надлежащие меры, обеспечивающие насыщение фильтра, как описано в ПРИМЕЧАНИИ 7.



12.14 Регистрируют объём йода при достижении эквивалентной точки с точностью до не менее 0,01 см³ и вычисляют показатель адсорбции йода с точностью до 0,1 мг/г.

12.15 Поскольку результаты испытаний по методу В могут незначительно отличаться от результатов испытаний по методу А, образцы термообработанного стандартного эталонного технического углерода серий SRB HT или INR, характеризующегося стабильными показателями адсорбции йода, необходимо подвергать испытанию при переходе на каждую новую партию растворов йода и тиосульфата натрия. Если при испытании трёх образцов SRB HT или INR не получают значения, соответствующие допустимым пределам на х-карте, следует выполнить нормализацию (как описано в Раздел 8) для всех результатов испытаний, используя образцы SRB HT или INR.

13 Вычисления

13.1 Вычисляют показатель адсорбции йода с точностью до 0,1 г/кг:

$$I = [(B - S)/B] \times (V/W) \times N \times 126,91 \quad (5)$$

где:

I – показатель адсорбции йода, г/кг (граммы йода на килограммы технического углерода);

B – объём тиосульфата натрия, израсходованного в холостом опыте, см³;

S – объём тиосульфата натрия, израсходованного на титрование образца, см³;

V – калиброванный объём пипетки или дозатора для йода (ёмкость 25 см³);

W – масса образца технического углерода, г;

N – нормальность раствора йода, миллиэквиваленты/см³;

126,91 – эквивалентная масса йода, мг/миллиэквиваленты.

При использовании вышеуказанных единиц измерения получают результаты, выраженные в миллиграммах йода/граммы технического углерода, которые эквивалентны результатам, выраженным в граммах йода/килограммы технического углерода.

14 Протокол испытания

14.1 В протокол испытания вносят нижеуказанные данные.

14.1.1 Надлежащую идентификацию образца.

14.1.2 Массу образца.

14.1.3 Результат, полученный при отдельном определении, с точностью до 0,1 г/кг.

15 Прецизионность и отклонение

15.1 Настоящий раздел по прецизионности и отклонению подготовлен по методике D4483, в которой приведены терминология и другие статистические данные.

15.2 Информация о проведении межлабораторной программы по прецизионности указана в Таблице 3. Сходимость и воспроизводимость представлены для краткосрочных испытаний (дни). В каждой лаборатории в программе принимали участие два оператора, выполнявшие по одному испытанию в каждый из двух дней (всего 4 испытания). Результат испытания представляет собой значение, полученное при однократном определении. Приемлемые значения расхождения не оценивали. Компонента изменчивости при проведении испытания разными операторами включена в вычисленные значения *r* и *R*.



Таблица 3 – Информация о программе межлабораторных испытаний SRB8

Материал SRB8	Марка	Производитель	Период проведения испытания	Число лабораторий (M/H/L) D1510
SRB-8A	N326	Continental	Март 2008	61 (0/2/1)
SRB-8A2	N326	Continental	Март 2013	71 (1/1/2)
SRB-8B	N134	Cabot	Июнь 2009	66 (1/2/2)
SRB-8B2	N134	Cabot	Март/Апрель 2014	39 (3/3/4)
SRB-8C	HS Tread	Columbian	Сентябрь 2010	64 (1/2/5)
SRB-8D	LS Carcass	Cabot	Март 2009	67 (1/2/2)
SRB-8E	N660	Orion	Сентябрь 2008	57 (0/3/0)
SRB-8F	N683	Orion	Март 2010	68 (1/1/0)
SRB-8F2	N683	Orion	Март 2015	60 (1/2/2)
SRB-8G ^A	N990	Cancarb	Вторая половина 1996	неприменимо

^A Материал SRB-8G был получен и утверждён во второй половине 1996 года как SRB-5G и с тех пор включается в каждую последующую серию SRB. В то время, когда этот материал был впервые получен и утверждён, Комитет D24 публиковал только среднеквадратическое отклонение SR и связанные с ним предельные значения. Межлабораторное среднеквадратическое отклонение SR никогда не публиковалось. Поскольку данных нет, нельзя вычислить и опубликовать значения SR и соответствующие предельно допустимые значения. SRB-G использовали только в испытаниях по определению NSA, STSA, OAN по версиям методов, существовавшим в 1996 году.

15.3 Результаты по прецизионности в настоящем разделе по прецизионности и отклонению дают оценку прецизионности данного метода испытания при использовании материалов, применявшихся в межлабораторной программе, описанной в 15.2. Параметры прецизионности не должны использоваться для испытаний с целью приёмки или отказа в приёмке любой группы материалов без документального подтверждения их применимости к этим конкретным материалам и специальных протоколов испытаний по данному методу. Любое подходящее значение из Таблицы 4 может быть использовано.

15.4 Была проведена межлабораторная программа по определению прецизионности Типа 1. Сходимость и воспроизводимость представлены для условий краткосрочных испытаний (дни). В каждой лаборатории, принимавшей участие в программе, 2 оператора выполняли по одному испытанию каждого материала в каждый из двух дней (всего 4 испытания). Количество лабораторий-участниц указано в Таблице 3.

15.4 Результаты вычисления прецизионности данного метода испытания представлены в Таблице 3 с указанием материалов в порядке возрастания среднего уровня.

Таблица 4 – Параметры прецизионности метода испытания D1510 – Определение адсорбции йода методом А и В (Прецизионность Типа 1) ^A

Материал	Единицы измерения		г/кг					(R)
	Средний уровень	Sr	r	(r)	SR	R		
SRB-8B2	146,3	0,57	1,61	1,1	1,70	4,80	3,3	
SRB-8C	138,8	0,68	1,92	1,4	2,11	5,96	4,3	
SRB-8B	135,6	0,68	1,91	1,4	1,93	5,47	4,0	
SRB-8A	80,5	0,36	1,03	1,3	0,88	2,49	3,1	
SRB-8A2	78,1	0,88	2,49	3,2	1,33	3,78	4,8	
SRB-8F	35,9	0,32	0,89	2,5	0,57	1,61	4,5	
SRB-8E	35,8	0,32	0,91	2,5	0,60	1,71	4,8	
SRB-8D	21,7	0,28	0,80	3,7	0,55	1,55	7,1	
Среднее по средним уровням	84,1							
Усреднённые значения		0,48	1,35	1,6	1,32	3,72	4,4	

^A Предпочтительные значения прецизионности выделены жирным шрифтом.



ASTM D1510 – 16

15.6 *Сходимость* – Усреднённая относительная сходимость, (r), данного метода испытания установлена как 1,6 %. Любое другое подходящее значение из Таблицы 4 может быть использовано для оценки сходимости. Разность между двумя результатами однократных испытаний (или определениями), полученными при использовании идентичных материалов в условиях сходимости, установленных для данного испытания, может превышать сходимость в среднем не более одного раза из 20 случаев при правильном выполнении метода испытания в нормальных условиях. Если разность между двумя результатами однократных испытаний превышает соответствующее значение из Таблицы 4, то это может свидетельствовать о том, что они были получены при использовании разных совокупностей. В этом случае требуется принятие надлежащих мер.

ПРИМЕЧАНИЕ 13 – Под надлежащими мерами имеется в виду проверка правильности выполнения процедуры метода испытания и правильности функционирования испытательной аппаратуры. Кроме того, необходимо выяснить, насколько идентичны два материала, образца и т.п., которые были использованы для получения двух результатов испытания.

15.7 *Воспроизводимость* – Усреднённая относительная воспроизводимость, (R), данного метода испытания установлена как 4,4 %. Любое другое подходящее значение из Таблицы 4 может быть использовано для оценки воспроизводимости. Разность между двумя результатами однократных и независимых испытаний, полученными двумя операторами в разных лабораториях в установленных условиях воспроизводимости и при использовании идентичных испытуемых материалов, не должна превышать воспроизводимость в среднем более одного раза из 20 случаев при точном выполнении метода в нормальных условиях. Если разность между двумя результатами однократных испытаний, полученными в разных лабораториях, превышает соответствующее значение из Таблицы 4, то это может свидетельствовать о том, что они были получены при использовании разных совокупностей. В этом случае требуется проведение надлежащей проверки или принятие соответствующих технических/коммерческих мер.

15.8 *Отклонение* – По терминологии методов испытаний отклонение представляет собой разность между средним значением, полученным при испытании, и опорным (истинным) значением анализируемого свойства. Для настоящего метода испытания опорных значений не существует, так как значение или уровень определяемого свойства оценивают исключительно методом испытания. Поэтому отклонение не может быть определено.

16 Ключевые слова

16.1 Технический углерод; показатель адсорбции йода.



Приложения (обязательная информация)

A1 Приготовление растворов

ПРИМЕЧАНИЕ A1.1 – Принятая концентрация раствора йода для проведения испытания составляет 0,04728 N, который приготовлен из более концентрированного (10 X) раствора йода.

ПРИМЕЧАНИЕ A1.2 – Стандартизация рабочего раствора йода концентрацией 0,04728 N необходима всегда и должна проводиться при использовании тиосульфата натрия, служащего в качестве вторичного эталона (7.2).

A1.1 Раствор йода (0,4728 N)

A1.1.1 Помещают около 1200 г иодида калия (KI) в стеклянный лоток и высушивают в термостате при 125 °C в течение 1 ч. Охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

A1.1.2 Взвешивают $1140 \pm 0,2$ г ($\pm 0,02\%$) высушенного KI в лабораторный стакан вместимостью 1000 см³.

A1.1.3 Переносят около 300 г KI из лабораторного стакана вместимостью 1000 см³ в другой лабораторный стакан вместимостью 500 см³.

A1.1.4 Добавляют воду в количестве, достаточном для покрытия 300 г KI, (приблизительно 400 см³).

A1.1.5 Добавляют воду в количестве, достаточном для покрытия KI, оставшегося в лабораторном стакане вместимостью 1000 см³, (приблизительно 700 см³).

A1.1.6 Помещают чистый стержень для перемешивания в каждый лабораторный стакан и перемешивают содержимое в аппарате для встряхивания до полного растворения KI (на растворение может потребоваться достаточно длительное время). По своему усмотрению лабораторные стаканы можно разместить на водяных банях (от 40 °C до 45 °C) с перемешиванием для ускорения растворения KI.

A1.1.7 Извлекают оба лабораторных стакана из аппаратов для встряхивания (или водяных бань). Выдерживают растворы, пока они не достигнут температуры окружающей среды (если нагревательная водяная баня не использовалась, раствор будет холодным и тоже должен быть выдержан для достижения температуры окружающей среды).

A1.1.8 Определяют массу пустой высокой склянки для взвешивания вместимостью 1000 см³, снабжённой притёртой стеклянной пробкой, с точностью трёх десятичных знаков (W_1). Извлекают пробку из склянки и тарируют весы, установив на них склянку.

A1.1.9 Используя только фарфоровую ложку, переносят ($120,00 \pm 0,07$) г ($\pm 0,06\%$) йода (I_2) в склянку для взвешивания, установленную на весы. Закрывают склянку пробкой.

A1.1.10 Снимают склянку с йодом с весов и тарируют весы. Взвешивают склянку с йодом, закрытую пробкой, с точностью до трёх десятичных знаков (W_2). Вычисляют массу йода как ($W_2 - W_1$).

A1.1.11 Если масса йода выше/ниже ($120,00 \pm 0,07$) г, регулируют её, а затем повторно взвешивают склянку с йодом, закрытую пробкой, с точностью до трёх десятичных знаков (W_2). Повторно вычисляют массу йода как ($W_2 - W_1$). Повторяют процедуру до тех пор, пока значение массы йода не будет соответствовать допустимому пределу изменения.

A1.1.12 Количественно переносят раствор KI из химического стакана вместимостью 1000 см³ в склянку для взвешивания, в которой находятся кристаллы I_2 . Используя 50 см³ деионизированной воды, количественно смывают остаток раствора KI в склянку для взвешивания, в которой находятся кристаллы I_2 . Повторяют смывание 3 раза.



A1.1.13 Устанавливают магнитный стержень в склянку для взвешивания вместимостью 1000 см³, закрывают склянку пробкой и встряхивают содержимое в течение 30 мин. Рекомендуют обернуть склянку алюминиевой фольгой во избежание разложения I₂ под действием окружающего света.

A1.1.14 Используя чистую воронку, количественно переносят весь раствор I₂ из склянки для взвешивания в чистую мерную колбу вместимостью 2000 см³. Весь раствор KI, содержащийся в химическом стакане вместимостью 500 см³, используют для количественного смывания остатка раствора I₂ в мерную колбу. Свежей деионизированной водой в количестве 50 см³ смывают весь остаток раствора KI из химического стакана вместимостью 500 см³ и с магнитного стержня в мерную колбу вместимостью 2000 см³. Повторяют смывание водой 3 раза.

A1.1.15 Доводят объём раствора в мерной колбе вместимостью 2000 см³ до отметки, добавив деионизированную воду. Переворачивают колбу один или два раза и выдерживают 1 – 2 мин для стекания раствора из горла колбы. Для доведения объёма раствора до отметки может потребоваться дополнительно приблизительно 1 см³ – 2 см³ деионизированной воды.

A1.1.16 Обёртывают мерную колбу алюминиевой фольгой во избежание разложения I₂ под действием окружающего света. Поместив чистый магнитный стержень в колбу, ставят её в аппарат для встряхивания. Встряхивают содержимое колбы со средней скоростью не менее 2 ч.

A1.1.17 Выдерживают раствор в колбе в течение ночи. Встряхивают на протяжении 5 мин.

A1.1.18 Если нужно приготовить 20 дм³ рабочего раствора йода (0,04728 N), переходят к выполнению процедуры, описанной в A1.2.

A1.1.19 Если требуется приготовить рабочий раствор йода (0,04728 N) в объёме менее 20 дм³, раствор переносят в бутылку из жёлтого стекла и хранят в прохладном тёмном месте. Для приготовления разбавленных растворов в точном соотношении 1:10 используют мерные пипетки и мерные колбы.

A1.2 Раствор йода (0,04728 N)

A1.2.1 Для приготовления 20 дм³ йодного раствора (0,04728 N) используют йодный раствор (0,4728 N), по A1.1.18.

A1.2.2 Крепят чистый градуированный кувшин вместимостью 20 дм³ в аппарате для встряхивания, который должен быть рассчитан на массу самой ёмкости и 20 дм³ жидкости.

A1.2.3 Берут чистый градуированный стеклянный цилиндр вместимостью 1 дм³ и заполняют его свежей деионизированной водой до отметки 1 дм³. Из этого цилиндра добавляют воду, необходимую для разбавления раствора в соотношении 1:10.

A1.2.4 Через чистую воронку количественно переносят весь раствор I₂ из мерной колбы вместимостью 2000 см³ в чистый градуированный кувшин вместимостью 20 дм³, не допуская потери раствора.

A1.2.5 Добавляют приблизительно 200 см³ деионизированной воды из градуированного цилиндра в мерную колбу. Тщательно взбалтывают для смывания раствора I₂ со стенок колбы. Осторожно переносят весь смываемый раствор в кувшин вместимостью 20 дм³. Продолжают смывать раствор I₂ водой из градуированного цилиндра, пока вода в колбе и воронке не станет бесцветной. Переливают любое количество воды, оставшейся в градуированном цилиндре, в кувшин вместимостью 20 дм³.

A1.2.6 Общее количество воды, которую необходимо налить в кувшин вместимостью 20 дм³, составляет 18 дм³. Повторяют процедуру, описанную в A1.2.2, пока не будет добавлена вся вода, включая воду, используемую для смывания раствора I₂ со стенок колбы. Для обеспечения добавления в кувшин воды в точном объёме важно использовать градуированный цилиндр и вести подсчёт количества добавлений воды. Градуировка на мерной колбе может служить только в качестве ориентира, позволяющего обеспечить надлежащее количество добавлений воды. Для измерения добавленного объёма воды нельзя полагаться только на градуировочные метки, т.к. они недостаточно точны, чтобы использовать их в данной процедуре.

A1.2.7 Помещают большой чистый стержень для перемешивания в кувшин, закрыв его пробкой или крышкой из материала, стойкого к воздействию йода (например, из тефлона или полипропилена).



A1.2.8 Обёртывают мерную колбу алюминиевой фольгой с внешней стороны во избежание разложения йода под действием окружающего света. Перемешивают со средней скоростью не менее 2 ч. Иногда бывает трудно инициировать процесс перемешивания. Перемешивание можно начать вручную с помощью чистого длинного тefлонового или стеклянного стержня.

ПРИМЕЧАНИЕ A1.3 – Следует иметь в виду, что раствор йода, оставшийся на стержне, нельзя смывать в кувшин!

A1.2.9 Оставляют кувшин на ночь. Встряхивают в течение 30 мин. Хранят в прохладном тёмном месте.

A1.3 Раствор тиосульфата натрия (0,0394 N)

A1.3.1 Добавляют приблизительно 4 дм³ воды в стеклянный кувшин вместимостью 20 дм³ (калиброванный для 16 дм³), установленный на магнитную мешалку.

ПРИМЕЧАНИЕ A1.4 – Калибровку кувшина вместимостью 20 дм³ по массе или отмериванием порций по 2 дм³ из градуированного цилиндра проводят как можно тщательнее для того, чтобы минимизировать число стандартизационных титрований.

A1.3.2 Взвешивают 156,5 г тиосульфата натрия (Na₂S₂O₃·5H₂O) и смывают через наполнительную воронку в кувшин.

A1.3.3 Добавляют в кувшин 80 см³ н-амилового спирта.

A1.3.4 Перемешивают до растворения кристаллов.

A1.3.5 Доливают воду до отметки 16 дм³.

A1.3.6 Устанавливают кувшин на магнитную мешалку и перемешивают содержимое в течение 1–2 ч.

A1.3.7 Выдерживают раствор 1–2 дня. Перед применением перемешивают в течение 0,5 ч.

A1.4 10%-ный раствор йодида калия (KI)

A1.4.1 Взвешивают приблизительно 10 г йодида калия в небольшую колбу или в склянку с пробкой.

A1.4.2 Наливают в градуированный цилиндр 90 см³ воды и переливают её в небольшую колбу или склянку с пробкой.

A1.4.3 Тщательно перемешивают до растворения KI.

ПРИМЕЧАНИЕ A1.5 – Раствор KI может окисляться и выделять йод. Если раствор KI приобретает жёлтый цвет, его выбрасывают.

A1.5 10%-ный раствор серной кислоты

A1.5.1 Наливают в градуированный цилиндр 90 см³ деионизированной воды и переливают её в коническую колбу вместимостью 250 см³.

A1.5.2 Наливают приблизительно 7 см³ концентрированной серной кислоты в небольшой градуированный цилиндр или химический стакан.

A1.5.3 Очень осторожно выливают кислоту в колбу вместимостью 250 см³, в которую налита вода, и плавными круговыми движениями взбалтывают для смешения. Ополаскивают градуированный цилиндр разбавленной кислотой из колбы вместимостью 250 см³.

A1.5.4 Перед применением дают кислоте остыть до температуры окружающей среды.



A1.6 1%-ный раствор растворимого крахмала

A1.6.1 В лабораторный стакан вместимостью 100 см³ взвешивают приблизительно 1 г растворимого крахмала и 0,002 г салициловой кислоты.

A1.6.2 Добавляют, перемешивая стержнем, воду в количестве, достаточном для получения негустой пасты.

A1.6.3 Наливают приблизительно 100 см³ воды в химический стакан вместимостью 250 см³ и доводят до кипения на нагревательной плитке.

A1.6.4 Добавляют в воду крахмальную пасту, перемешивают и продолжают кипятить в течение 2-3 мин.

A1.6.5 Дают крахмальному раствору остыть. Добавляют 2 – 3 г KI и перемешивают до растворения.

A1.7 Раствор йодата/йодида калия, 0,0394 N (первичный эталон)

A1.7.1 Высушивают надлежащее количество йодата калия, предназначенного для анализа, в течение 1 ч в термостате, установленном на 125 °С. Дают остыть в эксикаторе до температуры окружающей среды.

A1.7.2 Растворяют 45 г йодида калия в приблизительно 200 см³ воды, налитой в мерную колбу вместимостью 1000 см³.

A1.7.3 Взвешивают 1,4054 г свежесушенного йодата калия и добавляют в раствор йодида в колбе вместимостью 1000 см³.

A1.7.4 Доливают до отметки и закрывают колбу.

A1.8 Раствор бихромата калия, 0,0394 N (первичный эталон)

ПРИМЕЧАНИЕ A1.6 – Бихромат калия поставляют как аттестованный оксидиметрический первичный эталон в тонко измельченной гранулированной форме. Для обеспечения точности приготовления раствора следует соблюдать все меры предосторожности.

A1.8.1 Высушивают надлежащее количество бихромата калия в течение 1 ч в термостате, установленном на 125 °С. Дают остыть в эксикаторе до температуры окружающей среды.

A1.8.2 Взвешивают 0,9660 г высушенного бихромата калия (K₂Cr₂O₇) и переносят его с помощью воронки со стандартным коническим шлифом в мерную колбу вместимостью 500 см³.

A1.8.3 Добавляют 200 см³ воды в мерную колбу.

A1.8.4 Закрытую пробкой колбу встряхивают до полного растворения кристаллов.

A1.8.5 Добавляют воду до отметки и энергично встряхивают.

A1.8.6 Закрывают колбу пробкой и выдерживают раствор в течение 30 мин перед использованием.



A2 Определение содержания йодида калия⁵

A2.1 Данный метод распространяется на определение содержания йодида калия путём выпаривания воды и йода. Поскольку концентрация йодида калия (и йода) имеет критическое значение для получения точных результатов определения адсорбции йода, эта методика даёт возможность проверить точность концентрации KI, (57,0±0,5) г/л, указанной в 6.3.

A2.2 Аппаратура

A2.2.1 *Лабораторный стакан* вместимостью 50 см³ (50 мл).

A2.2.2 *Эксикатор*.

A2.2.3 *Дозатор с повторяемостью доз* вместимостью 25 см³, с воспроизводимостью ±0,1%. Калиброван с точностью до ± 0,003 см³.

A2.2.4 *Пипетка* вместимостью 25 см³ (25 мл) класса А (альтернатива дозатору по A2.3.3)

A2.2.5 *Вытяжной шкаф*.

A2.2.6 *Нагревательная плитка*.

A2.2.7 *Аналитические весы* с чувствительностью 0,1 мг.

A2.3 Методика

A2.3.1 Помещают два чистых лабораторных стакана вместимостью 50 см³ (50 мл) в термостат при 125 °С на 1 ч.

A2.3.2 Извлечённые из термостата лабораторные стаканы охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин.

A2.3.3 Взвешивают лабораторные стаканы и регистрируют массу (m_1).

A2.3.4 Дозируют 25,0 см³ (25 мл) раствора йода (0,04728N) в каждый лабораторный стакан.

A2.3.5 Устанавливают лабораторные стаканы на нагревательную плитку в вытяжном шкафу. Нагревают при температуре ниже точки кипения воды для медленного выделения воды и йода в виде пара. В случае разбрызгивания или выкипания раствора его выбрасывают и начинают процедуру заново.

ПРИМЕЧАНИЕ A2.1 – Когда выпаривание приближается к завершению, коричневый цвет (йод) оставшихся твёрдых частиц меняется на белый (йодид калия).

A2.3.6 После полного испарения жидкости лабораторные стаканы помещают в термостат, в котором поддерживается температура 125 °С, на 1 ч.

A2.3.7 Извлечённые из термостата лабораторные стаканы охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин.

A2.3.8 Взвешивают лабораторные стаканы с оставшимися твёрдыми частицами и регистрируют массу (m_2).

⁵ Подтверждающие данные хранятся в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены путём запроса научно-исследовательского отчета RR: D24–1041.



A2.4 Вычисляют концентрацию йодида калия:

$$KI = (m_2 - m_1)/0,025, \quad (A2.1)$$

где:

KI – содержание йодида калия, г/дм³ (г/л);

m_1 – масса лабораторного стакана, г;

m_2 – масса лабораторного стакана с твёрдым остатком, г;

0,025 – объём раствора йода/йодида калия, использованного в испытании, дм³ (л).

A2.5 Регистрируют среднее значение по результатам однократных определений с точностью до 0,1 г/дм³ (г/л).

Международное Американское общество по испытаниям и материалам (ASTM International) не придерживается какой-либо конкретной позиции в отношении законности любых патентных прав, отстаиваемых в связи с каким-либо положением, упомянутым в данном стандарте. Ответственность за определение законности таких патентных прав, а также риска их нарушения полностью лежит на тех, кто использует настоящий стандарт.

Настоящий стандарт подлежит пересмотру ответственным техническим комитетом в любое время и пересматривается каждые пять лет; в противном случае, он утверждается заново или аннулируется. Любые комментарии будут учтены как в процессе пересмотра данного стандарта, так и в процессе составления дополнительных стандартов. Направляйте Ваши комментарии в штаб-квартиру ASTM International. Все они будут тщательно рассмотрены собранием ответственного технического комитета, на котором Вы также можете присутствовать. Если Вы считаете, что Ваши комментарии не прошли объективного рассмотрения, Вы можете поставить об этом в известность Комитет по стандартам ASTM, обратившись по адресу, указанному ниже.

Настоящий стандарт охраняется авторским правом Международного Американского общества по испытаниям и материалам (адрес: 100 Barr Harbor Drive, P0 Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States). Индивидуальные копии (одну или нескольких копий) настоящего стандарта можно заказать, обратившись в ASTM по вышеуказанному адресу, а также по телефону 610-832-9585, факсу 610-832-9555, по e-mail service@astm.org или на сайт ASTM (www.astm.org/COPYRIGHT/).