

**ИНГРЕДИЕНТЫ РЕЗИНОВОЙ СМЕСИ
ТЕХНИЧЕСКИЙ УГЛЕРОД****ГОСТ
25699.3—90****Определение йодного числа**Rubber compounding ingredients Carbon black
Determination of iodine adsorption number
Titrimetric method**(ИСО 1304—85,
СТ СЭВ 2129—89)**

ОКСТУ 2166

Дата введения 01.07.91**1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

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

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

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

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

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

3. РЕАКТИВЫ

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

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

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

3.1. Крахмальный индикатор, раствор

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

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

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

3.2. Йодат/йодид калия, стандартный раствор концентрации $c(1/2\text{I}_2) = 0,03941$ моль/дм³.

Высушивают достаточное количество йодата калия в сушильном шкафу при температуре $(125 \pm 1)^\circ\text{C}$ в течение 1 ч. Охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды.

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

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

3.3. Тиосульфат натрия, раствор концентрации $c(1/2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,03941$ моль/дм³

3.3.1. Приготовление

Растворяют 9,79 г пятигидрата тиосульфата натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), взвешенного с точностью до 0,005 г, приблизительно в 500 см³ воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³ с одной меткой

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

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

3.3.2. Установление концентрации раствора

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

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

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

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

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

Примечание Коэффициент концентрации принят $25/V_1$, но при желании его можно привести к 100

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

3.4.1. Приготовление

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

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

3.4.2. Установление концентрации раствора

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

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

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

$$C_2 = \frac{V_1 \cdot C_1}{25},$$

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

C_1 — определена в п. 3.3.2.

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

$$\frac{V_3 \cdot C_2}{C_3} - V_2,$$

где V_3 — объем раствора йода, оставшийся перед регулированием, см^3 (см. примечание 1);

C_2 — концентрация раствора йода перед регулированием, моль/ дм^3 ;

C_3 — требуемая концентрация раствора йода ($0,04728$ моль/ дм^3).

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

Примечания

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

2. Раствор йода должен быть оттитрован с точностью до $\pm 0,00005$ моль/ дм^3 , т. е. концентрация должна быть в пределах $0,04723$ — $0,04733$ моль/ дм^3 .

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

Растворы йода и тиосульфата натрия следует приготовить заранее, установить концентрацию и хранить при температуре $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ или $(27 \pm 2)^\circ\text{C}$ (см. также разд. 6).

4. Титрованный раствор йода следует вылить, если его концентрация отличается от установленной более чем на $0,0004$ моль/ дм^3 .

4. АППАРАТУРА

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

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

4.2. Сушильный шкаф, предпочтительно гравитационно-конвекционного типа, отрегулированный на температуру $(125 \pm 1)^\circ\text{C}$.

4.3. Сушильный шкаф, предпочтительно гравитационно-конвекционного типа, отрегулированный на температуру $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$.

4.4. Мерные колбы вместимостью 1000 см^3 с пробками, с одной меткой, с допуском $0,20$ см^3 .

4.5. Мерные пипетки высокой точности вместимостью $(20 \pm \pm 0,015)$ и $(25 \pm 0,02)$ см^3 .

4.6. Бюретки высокой точности вместимостью $(25 \pm 0,025)$ и $(50 \pm 0,04)$ см^3 .

Примечание. Бюретки и пипетки высокой точности должны быть откалиброваны с точностью до $0,01$ см^3 дистиллированной водой. При необходимости проводят корректировку на температуру, чтобы при любом объеме их фактическая вместимость измерялась с точностью до $0,01$ см^3 . Фактический объем — это отсчитанный объем плюс (или минус) калибровочная корректировка при этом объеме. Для очень точного определения объема (см. пп. 7.2, 7.4 и 7.6), рекомендуется, чтобы пипетки вместимостью 20 см^3 и 25 см^3 имели калибровочную корректировку той же величины и знака.

4.7. Бутыли желтого стекла вместимостью 250 и 500 см^3 со стеклянными притертыми пробками.

4.8. Бутыли из темного стекла вместимостью 1 дм^3 с притертыми пробками.

4.9. Пробирки для центрифугирования вместимостью 50 см³ с завинчивающимися крышками и полиэтиленовыми вкладышами.

Примечание Не допускается использовать корковые, резиновые или алюминиевые пробки

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

4.11. Центрифуга с частотой вращения более 1000 мин⁻¹.

5. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦА

Высушивают необходимое количество образца технического углерода в течение 1 ч при температуре $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ или $(125 \pm 1)^\circ\text{C}$ в соответствии с ГОСТ 25699.7. Охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды. Высушенный образец хранят в эксикаторе до начала испытания.

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

6. УСЛОВИЯ ИСПЫТАНИЯ

Предпочтительно испытание следует проводить в помещении, имеющем температуру $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ при относительной влажности $(50 \pm 5)\%$ или $(27 \pm 2)^\circ\text{C}$ при относительной влажности $(65 \pm 5)\%$.

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

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

7. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

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

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

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

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

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

Закрывают пробирку для центрифугирования крышкой до момента добавления раствора йода.

7.2. Используя мерную пипетку высокой точности (п. 4.5), добавляют точно 25 см³ раствора йода (п. 3.4) в пробирку для центрифугирования, содержащую испытуемую пробу технического углерода, и сразу закрывают крышкой. Устанавливают пробирку для центрифугирования в держатель механического встряхивателя (п. 4.10). Встряхивают смесь йод/технический углерод в течение 1 мин с частотой 240 колебаний в минуту.

7.3. Сразу после встряхивания центрифугируют с частотой вращения более 1000 мин⁻¹ гранулированный технический углерод в течение 1 мин, негранулированный — 3 мин, считая время с момента, когда частота вращения центрифуги достигнет 1000 мин⁻¹.

Примечание Пробирки для центрифугирования держат закрытыми до удаления раствора

7.4. Сразу после центрифугирования раствор йода полностью декантируют одним плавным движением в химический стакан вместимостью 50 см³, оставляя испытуемую пробу технического углерода на дне пробирки для центрифугирования. Сразу после декантирования, используя пипетку высокой точности (п. 4.5), переносят точно 20 см³ раствора в коническую колбу вместимостью 250 см³.

Можно отобрать пипеткой 20 см³ раствора йода непосредственно из пробирки для центрифугирования без взмучивания технического углерода.

7.5. Используя бюретку высокой точности (п. 4.6), титруют раствор йода раствором тиосульфата натрия (п. 3.3) до бледно-желтого цвета. Добавляют приблизительно 5 см³ раствора крахмального индикатора (п. 3.1) и продолжают титрование до тех пор, пока с последней каплей раствора тиосульфата натрия не произойдет обесцвечивание синей окраски раствора. Снимают показания бюретки с точностью до 0,01 см³.

7.6. Проводят контрольный опыт с 25 см³ раствора йода (п. 3.4) и после встряхивания и центрифугирования выливают раствор в химический стакан, из которого отбирают для титрования 20,00 см³ или отбирают пипеткой непосредственно из пробирки, в соответствии с п. 7.4.

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

- где V_4 — объем раствора тиосульфата натрия, необходимый для титрования раствора йода в контрольном опыте, см³;
 V_5 — объем раствора тиосульфата натрия, необходимый для титрования раствора йода, в опыте с испытуемой пробой технического углерода, см³;
 C_1 — концентрация раствора тиосульфата натрия, рассчитанная по п. 3.3.2, моль/дм³;
 m — масса испытуемой пробы технического углерода, г.

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

9. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен включать следующие данные:

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

ДОПОЛНЕНИЯ И ИЗМЕНЕНИЯ, ДОПУСКАЕМЫЕ В НАРОДНОМ ХОЗЯЙСТВЕ

- Пункт 3 1 (дополнительные пункты)
- 3 1 1 Крахмал водорастворимый порошкообразный по ГОСТ 1010
- 3 1 2 Ртутный йодид
- 3 1 3 Допускается использовать свежеприготовленные крахмальные индикаторы без йодида ртути
- Пункт 3 2 (дополнительные пункты)
- 3 2 1 Калия йодад по ГОСТ 4202
- 3 2 2 Калия йодид по ТУ 6—09—3909
- Пункт 3 3 1 (дополнительные пункты)
- 3 3 1 1 Натрия тиосульфат 5 водный по ГОСТ 27068
- 3 3 1 2 Пентанол 1 по ТУ 6—09—3467
- Пункт 3 3 2 Исключить слова «Снимают показания с точностью до 0 01 см³»
- Пункт 3 3 2 (дополнительные пункты)
- 3 3 2 1 Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20%
- 3 3 2 2 Допускается определять концентрацию тиосульфата натрия по раствору бихромата калия с концентрацией $c(\frac{1}{2}K_2Cr_2O_7) = 0,1$ моль/дм³.
- Пункт 3 4 1 (дополнительный пункт)
- 3 4 1 1 Иод кристаллический по ГОСТ 4159
- Пункт 3 4 2 Третий абзац Заменить значение 1 на 5 см³
- Примечание 3
- «3 Все реактивы до использования должны храниться в темном месте в бутылках темного стекла с пробками (п 4 8)
- Растворы иода и тиосульфата натрия следует приготовить заранее и контролировать их концентрацию и хранить при 20—26°C не более 10 сут. Допускается использовать раствор йода свыше 10 сут, если его концентрация находится в пределах 0 04723—0 04733»
- Примечание 4 допускается не применять
- Раздел 4**

4 Аппаратура и материалы

- 4 1 Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2 го гла 1 1 1 1 с наибольшим пределом взвешивания 200 г
- 4 2 Шкаф сушильный по ОСТ 16 0 801 397, отрегулированный на (125 ± 2) °С
- 4 3 Шкаф сушильный по ТУ 25 02 210718, отрегулированный на (105 ± 2) °С
- 4 4 Колба 1(2)—1000 по ГОСТ 1770
- 4 5 Пипетки 2—1(2)—5, 2—1(2)—10, 2—1(2)—20, 2—1(2)—25 по ГОСТ 20292
- 4 6 Бюретки 1(2)—2—25, 1(3)—2—50 по ГОСТ 20292
- 4 7 Бутыли из темного стекла вместимостью 250, 500 и 1000 см³ с шлифованными пробками по ОСТ 6—09—108
- 4 8 Пробирки для центрифугирования вместимостью 50 см³ с закрывающимися крышками и полиэтиленовыми вкладышами
- Примечание** Не допускается использовать корковые резиновые или ацетиленовые пробки
- 4 9 Аппарат для встряхивания по ТУ 38 44810256
- 4 10 Центрифуга с частотой вращения не менее 1000 мин⁻¹

- 4 11 Секундомер по ГОСТ 5072
 4 12 Воронка В 75—80(110) по ГОСТ 25336
 4 13 Колбы Кн-1—50, 1—100, 1—250 по ГОСТ 25336
 4 14 Ложка 1(2) по ГОСТ 9147
 4 15 Палочка стеклянная
 4 16 Стаканы В 1—50, В 1—1000 по ГОСТ 25336
 4 17. Стаканчик СН-60/14 по ГОСТ 25336 или бюкса диаметром 58 мм высотой 50 мм с крышкой.
 4 18 Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный твердым осушителем.
 4 19 Отраслевые стандартные образцы свойств технического углерода ОСО № 46(П514), ОСО № 47(П234), ОСО № 48(П245), ОСО № 49(П324), утвержденные в установленном порядке
- Раздел 5 (дополнительное примечание)
 Примечания Для испытания берут 3—5 г технического углерода и тщательно перемешивают
- Раздел 7

7. Проведение испытания

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

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

Аналогично проводят контрольный опыт без технического углерода

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

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

Раздел 8

8. Обработка результатов испытания

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

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

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

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

C_1 — концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм³,

m — масса пробы технического углерода, г,

V_6 — объем раствора йода, отобраный для титрования, см³

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

С. 10 ГОСТ 25699.3—90

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

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

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

Раздел 9 стандарта допускается не применять.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

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

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

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

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

5. Стандарт полностью соответствует международному стандарту ИСО 1304—85

6. ВЗАМЕН ГОСТ 25699.3—83

7. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела и пункта приложения
ГОСТ 25699 7—90	5
ГОСТ 1770—74	4 4
ГОСТ 4159—79	3 1 1
ГОСТ 4202—75	3 2 1
ГОСТ 4204—77	3 3 2 1
ГОСТ 5072—79	4 1 1
ГОСТ 9147—80	4 1 4
ГОСТ 10163—76	3 1 1
ГОСТ 20292—74	4 5, 4 6
ГОСТ 24104—88	4 1
ГОСТ 25336—82	4 1 2, 4 1 3, 4 1 6, 4 1 7, 4 1 8
ГОСТ 27068—86	3 3 1 1
ОСТ 6—09—108—85	4 7
ОСТ 16 0 801 397—87	4 2
ТУ 6—09—3467—79	3 3 1 2
ТУ 6—09—3909—88	3 2 3
ТУ 25—02 210718—78	4 3
ТУ 38 44810256—89	4 9