

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO 1656

Четвертое издание
2014-10-15

Каучук натуральный и каучуковый латекс натуральный. Определение содержания азота

*Rubber, raw natural, and rubber latex, natural — Determination of
nitrogen content*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.itech.ai)

ISO 1656:2014

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/af111dae-5667-4c21-8ae3-edd928e3819c/iso-1656-2014>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 1656:2014(R)

© ISO 2014

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1656:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af111dae-5667-4c21-8ae3-edd928e3819c/iso-1656-2014>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2014

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Принцип	1
4 Макрометод.....	2
4.1 Реактивы.....	2
4.2 Аппаратура	3
4.3 Отбор проб и подготовка образца для испытания.....	3
4.4 Проведение испытания	3
4.5 Холостой опыт.....	4
4.6 Обработка результатов.....	4
5 Полумикрометод.....	4
5.1 Реактивы.....	4
5.2 Аппаратура	5
5.3 Отбор проб и подготовка образца для испытания.....	6
5.4 Проведение испытания	6
5.5 Холостой опыт.....	7
5.6 Обработка результатов.....	7
6 Прецизионность.....	7
7 Протокол испытания.....	8
Приложение А (информативное) Руководство по применению показателей прецизионности.....	17
Приложение В (информативное) Прецизионность.....	18

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. Что касается стандартизации в области электротехники, ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Процедуры, используемые для разработки данного документа, и процедуры, предусмотренные для его дальнейшего ведения, описаны в Директивах ISO/IEC Directives, Part 1. В частности, следует отметить различные критерии утверждения, требуемые для различных типов документов ISO. Проект данного документа был разработан в соответствии с редакционными правилами Директив ISO/IEC Directives, Part 2. www.iso.org/directives .

Необходимо обратить внимание на возможность того, что ряд элементов данного документа могут быть предметом патентных прав. Международная организация ISO не должна нести ответственность за идентификацию таких прав, частично или полностью. Сведения о патентных правах, идентифицированных при разработке документа, будут указаны во Введении и/или в перечне полученных ISO объявлений о патентном праве. www.iso.org/patents .

Любое торговое название, использованное в данном документе, является информацией, предоставляемой для удобства пользователей, а не свидетельством в пользу того или иного товара или той или иной компании.

Для пояснения значений конкретных терминов и выражений ISO, относящихся к оценке соответствия, а также информация о соблюдении Международной организацией ISO принципов ВТО по техническим барьерам в торговле (ТБТ), см. следующий унифицированный локатор ресурса (URL): [Foreword - Supplementary information](#)

Технический комитет, несущий ответственность за данный документ, ISO/TC 45, *Резина и резиновые изделия*, Подкомитетом SC 2, *Испытания и анализ*.

Настоящее четвертое издание отменяет и заменяет третье издание (ISO 1656:1996) после технического пересмотра.

Каучук натуральный и каучуковый латекс натуральный. Определение содержания азота

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Пользователи данного международного стандарта должны быть хорошо знакомы с обычной лабораторной практикой. Данный международный стандарт не преследует цели отразить все проблемы безопасности, связанные с его использованием. На пользователях стандарта лежит ответственность по установлению необходимых правил безопасности и охраны здоровья и по обеспечению соответствия их национальным правилам и предписаниям.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает макрометод и полумикрометод для определения азота в натуральном каучуке и натуральном каучуковом латексе, пользуясь вариантами процесса Кьельдаля.

ПРИМЕЧАНИЕ Определение азота в натуральном каучуке обычно осуществляют, чтобы оценить содержание белка. Также присутствуют незначительные количества непротеиновых азотсодержащих составляющих. В то же время в сухих твердых веществах, полученных из природного каучукового латекса, эти материалы могут внести значительный вклад в общее содержание азота.

2 Нормативные ссылки

ISO 1656:2014

Приведенные ниже ссылочные документы необходимы для использования настоящего стандарта. При наличии датированных ссылок применяют только указанное издание документа. При недатированных ссылках необходимо использовать самое последнее издание документа (включая дополнения).

ISO 123, *Латекс каучуковый. Отбор проб*

ISO 124, *Латекс каучуковый. Определение общего содержания сухого остатка*

ISO 1795, *Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры*

ISO/TR 9272, *Резина и резиновые изделия. Определение показателей прецизионности для стандартов на методы испытания*

3 Принцип

Известную массу пробы переваривают со смесью серной кислоты, сульфата калия и каталитическим количеством сульфата меди и селена или селената натрия, преобразуя, таким образом, соединения азота в гидросульфат аммония, из которого извлекают аммиак после подщелачивания смеси.

Извлеченный аммиак абсорбируется в стандартном волкуметрическом растворе серной кислоты, с последующим титрованием избытка кислоты стандартным волкуметрическим основным раствором, или в растворе борной кислоты с последующим титрованием стандартным волкуметрическим кислотным раствором (поскольку борная кислота является слабой кислотой, она не влияет на индикатор, используемый для такого титрования).

4 Макрометод

4.1 Реактивы

В ходе анализа, если нет иных указаний, пользуются реактивами только признанной аналитической чистоты и только дистиллированной водой или водой эквивалентного качества.

4.1.1 Каталитическая смесь или раствор катализатора

ВНИМАНИЕ! – При работе с селеном необходимо избегать вдыхания паров и/или попадания на кожу или одежду. Работать надо только в хорошо вентилируемом помещении.

4.1.1.1 Каталитическая смесь

Готовят однородную смесь тонкого помола, содержащую

- 30 частей по массе безводного сульфата калия (K_2SO_4);
- четыре части по массе пентагидрата сульфата меди ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$);
- одну часть по массе порошка селена или две части по массе декагидрата селената натрия ($Na_2Se_2O_4 \cdot 10H_2O$).

4.1.1.2 Раствор катализатора

Растворяют при нагревании

- 110 г безводного сульфата калия);
- 14,7 г пентагидрата сульфата меди;
- 3,7 г селена или 7,49 г селената натрия в 600 см³ серной кислоты (4.1.2)..

4.1.2 Серная кислота, $\rho = 1,84$ г/см³.

4.1.3 Стандартный волюметрический раствор серной кислоты, $c(H_2SO_4) = 0,1$ моль/дм³.

4.1.4 Стандартный волюметрический раствор гидроксида натрия, $c(NaOH) = 0,1$ моль/дм³.

4.1.5 Раствор гидроксида натрия, $c(NaOH) =$ приблизительно 10 моль/дм³.

Растворяют 400 г твердого гидроксида натрия в 600 см³ воды и разбавляют до 1000 см³.

4.1.6 Раствор борной кислоты, $c(H_3BO_3)$ приблизительно 0,17 моль/дм³.

Растворяют 10,5 г твердой борной кислоты в воде при нагревании, если необходимо, и доводят до 1000 см³, затем охлаждают раствор до комнатной температуры.

4.1.7 Раствор смеси индикаторов

Растворяют 0,1 г метилового красного и 0,05 г метиленового синего в 100 см³ этанола концентрацией не менее 95 % по объему.

Этот индикатор при хранении может испортиться, поэтому его необходимо готовить перед применением.

4.2 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и дигестор Кьельдаля с колбой для переваривания (минерализации) вместимостью 800 см³.

4.3 Отбор проб и подготовка образца для испытания

Для определения азота в твердом натуральном каучуке образец для анализа необходимо брать от гомогенизированной пробы, отобранной и подготовленной в соответствии с ISO 1795.

Для определения азота в латексе представительную пробу (в соответствии с ISO 123) тщательно перемешанного латекса, содержащего примерно 2 г твердого вещества, необходимо высушить до постоянной массы в соответствии с ISO 124.

4.4 Проведение испытания

4.4.1 Разрезают примерно 2 г каучука или высушенного латекса, взвешивают с точностью до 0,5 мг, на мелкие кусочки и помещают их в колбу (см. 4.2). Добавляют примерно 13 г каталитической смеси (4.1.1.1) и 60 см³ серной кислоты (4.1.2) или, в другом варианте, 65 см³ раствора катализатора (4.1.1.2). Перемешивают содержимое колбы круговыми движениями, а затем осторожно кипятят, пока раствор не станет прозрачным. Кипячение продолжают в течение 1 ч.

ПРИМЕЧАНИЕ Пары кислоты, выделяющиеся во время переваривания, улавливают щелочным раствором и нейтрализуют перед сливом.

Дают колбе с содержимым остыть до комнатной температуры, затем осторожно добавляют 200 см³ воды и перемешивают круговыми движениями.

Помещают приемник, содержащий абсорбирующий раствор, в нужное положение, соединяют с перегонной установкой, а затем медленно добавляют 150 см³ раствора гидроксида натрия (4.1.5) в колбу для переваривания из капельной воронки.

4.4.2 Выполняют абсорбирование и титрование выделенного аммиака методом, описанным в 4.4.2.1 или 4.4.2.2. Температура колбы-приемника должна поддерживаться на уровне ниже 30 °C, чтобы предотвратить потери аммиака.

ПРИМЕЧАНИЕ Необходимо обеспечить надлежащую утилизацию селенсодержащих отходов из перегонной колбы.

4.4.2.1 С помощью пипетки переносят 75 см³ воды, 25 см³ стандартного волюметрического раствора серной кислоты (4.1.3) в колбу-приемник перегонной установки, добавив 2 капли смешанного индикаторного раствора (4.1.7). Помещают колбу-приемник так, чтобы конец отводной трубки из холодильника был погружен в абсорбирующий раствор. Удерживая пробку в колбе для переваривания на месте, тщательно перемешивают содержимое круговыми движениями. Сразу же начинают перегонку и продолжают ее с постоянной скоростью, пока не наберется 200 см³ дистиллята. Если цвет индикатора изменится, это указывает на щелочность абсорбирующего раствора. Прекращают процедуру и повторяют заново, используя большее количество серной кислоты или меньший размер пробы для анализа.

Когда перегонка завершается (обычно, когда объем в колбе достигает примерно 300 см³), титруют содержимое раствором гидроксида натрия (4.1.4), считывая показание бюретки с точностью до 0,02 см³.

4.4.2.2 Помещают 100 см³ раствора борной кислоты (4.1.6) в колбу-приемник перегонной установки, добавив 2 капли смешанного индикаторного раствора (4.1.2). Выполняют перегонку в соответствии с 4.4.2.1 и титруют дистиллят раствором серной кислоты (4.1.3), считывая показание бюретки с точностью до 0,02 см³.

ПРИМЕЧАНИЕ Если концентрации используемого стандартного волюметрического раствора в точности не соответствуют установленным в перечне реактивов значениям, необходимо внести соответствующие поправки.

4.5 Холостой опыт

Параллельно с определением выполняют холостой опыт, используя такие же количества реактивов, в таких же условиях, но без пробы для анализа.

4.6 Обработка результатов

4.6.1 Если в качестве абсорбирующего раствора используется серная кислота, как установлено в 4.4.2.1, содержание азота в каучуке, выраженное в процентах по массе, задается формулой (1):

$$\frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0,014}{m} \times 100 \quad (1)$$

где

V_1 объем, в кубических сантиметрах, раствора гидроксида натрия (4.1.4), потребовавшегося на титрование;

V_2 объем, в кубических сантиметрах, раствора гидроксида натрия (4.1.4), потребовавшегося на титрование в холостом опыте;

c концентрация гидроксида натрия;

m масса, в граммах, пробы для анализа.

Результаты представляют с точностью до 0,01 %.

4.6.2 Если в качестве абсорбирующего раствора используется борная кислота, как установлено в 4.4.2.2, содержание азота в каучуке, выраженное в процентах по массе, задается формулой (2):

$$\frac{(V_3 - V_4) \times c \times 0,028}{m} \times 100 \quad (2)$$

где

V_3 объем, в кубических сантиметрах, раствора серной кислоты (4.1.3), потребовавшегося на титрование;

V_4 объем, в кубических сантиметрах, раствора серной кислоты (4.1.3), потребовавшегося на титрование в холостом опыте;

c концентрация серной кислоты;

m масса, в граммах, пробы для анализа.

Результаты представляют с точностью до 0,01 %.

5 Полумикрометод

5.1 Реактивы

В ходе анализа, если нет иных указаний, пользуются реактивами только признанной аналитической чистоты и только дистиллированной водой или водой эквивалентного качества.

5.1.1 Каталитическая смесь

ВНИМАНИЕ! – При работе с селеном необходимо избегать вдыхания паров и/или попадания на кожу или одежду. Работать надо только в хорошо вентилируемом помещении.

Готовят однородную смесь тонкого помола, содержащую

- 30 частей по массе безводного сульфата калия (K_2SO_4);
- четыре части по массе пентагидрата сульфата меди ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$);
- одну часть по массе порошка селена или две части по массе декагидрата селената натрия ($Na_2Se_2O_4 \cdot 10H_2O$).

5.1.2 Серная кислота, $\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$.

5.1.3 Стандартный волюметрический раствор серной кислоты, $c(H_2SO_4) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$.

5.1.4 Раствор гидроксида натрия, $c(NaOH)$ приблизительно 10 моль/дм^3 .

Растворяют 400 г твердого гидроксида натрия в 600 см^3 воды и разбавляют до 1000 см^3 .

5.1.5 Раствор гидроксида натрия, стандартный волюметрический, $c(NaOH) = 0,02 \text{ моль/дм}^3$, не содержащий карбонатов.

5.1.6 Раствор борной кислоты, $c(H_3BO_3)$ приблизительно $0,17 \text{ моль/дм}^3$.

Растворяют 10,5 г твердой борной кислоты в 200 см^3 воды при нагревании, если необходимо, и доводят до 1000 см^3 , затем охлаждают раствор до комнатной температуры.

5.1.7 Раствор смеси индикаторов

Растворяют 0,1 г метилового красного и 0,05 г метиленового синего в 100 см^3 этанола концентрацией не менее 95 % по объему.

Этот индикатор при хранении может испортиться, поэтому его необходимо готовить перед применением.

5.2 Аппаратура

Обычная лабораторная установка, а также следующее.

5.2.1 Дигестор Кьельдаля для полумикрометода

5.2.1.1 Колбы для переваривания вместимостью 30 см^3 и 10 см^3 (пример типового дигестора показан на Рисунках 1, 2 и 3).

5.2.1.2 Автоматический блок для переваривания (блок-дигестор) (для примера см. типовой аппарат на Рисунке 10).

5.2.2 Перегонная установка Кьельдаля для полумикрометода, с холодильником из серебра, боросиликатного стекла или олова (например, см. Рисунок 4 – 9).

5.2.3 Полумикробюретка вместимостью 5 см^3 или 10 см^3 , градуированная, цена деления $0,02 \text{ см}^3$.

5.3 Отбор проб и подготовка образца для испытания

Для определения азота в твердом натуральном каучуке образец для анализа необходимо брать от гомогенизированной пробы, отобранной и подготовленной в соответствии с ISO 1795.

Для определения азота в латексе представительную пробу (в соответствии с ISO 123) тщательно перемешанного латекса, содержащего примерно 2 г твердого вещества, необходимо высушить до постоянной массы в соответствии с ISO 124.

5.4 Проведение испытания

5.4.1 Берут навеску с точностью до 0,1 мг, массой от 0,1 г до 0,2 г каучука или высушенного латекса и помещают в колбу для переваривания (5.2.1.1).. Добавляют примерно 0,65 г каталитической смеси (5.1.1) и 3,0 см³ серной кислоты (5.1.2) и осторожно нагревают содержимое до точки кипения. Кипячение продолжают еще 30 мин после того, как перевар станет прозрачным и зеленым без желтого оттенка.

ПРИМЕЧАНИЕ Пары кислоты, выделяющиеся во время минерализации, улавливают щелочным раствором и нейтрализуют перед сливом.

Необходимо избегать избыточного кипячения, поскольку перевар имеет тенденцию застывать при охлаждении, а это может привести к потере азота.

Доводят воду в парогенераторе перегонной установки до кипения и пропускают пар через установку Кьельдаля для полумикрометода (5.2.2), включая колбу-приемник, в течение не менее 2 мин. Водяная рубашка холодильника должна быть пустой при продувке установки паром. Тем временем охлаждают колбу для переваривания до комнатной температуры или ниже, добавляют 10 см³ воды и сразу же переносят содержимое в перегонную колбу по завершении пропускания пара. Перенос завершают трехкратным споласкиванием порциями по 3 см³ воды и тщательной сушкой колбы после каждого переноса.

ISO 1656:2014

5.4.2 Конденсат, если он собрался в приемнике, выливают и выполняют перегонку и титрование аммиака в соответствии с процедурами, описанными в 5.4.1.1 или 5.4.2.2. Температуру приемника необходимо поддерживать на уровне ниже 30 °С, чтобы предотвратить потери аммиака.

ПРИМЕЧАНИЕ Необходимо обеспечить надлежащую утилизацию селенсодержащих отходов из перегонной колбы.

5.4.2.1 Из полумикробюретки (5.2.3) добавляют в пропаренный приемник перегонной установки отмеренный объем раствора серной кислоты (5.1.3), используя не менее 5 см³ (точный объем зависит от количества ожидаемого азота), добавив 2 капли смешанного индикаторного раствора (5.1.7) и примерно 5 см³ воды. Помещают колбу-приемник так, чтобы конец отводной трубки из холодильника был погружен в абсорбирующий раствор. Можно для увеличения глубины жидкости слегка наклонить приемник.

Мерным цилиндром добавляют 15 см³ раствора гидроксида натрия (5.1.4) в перегонную колбу и пропускают пар из парогенератора через перегонную колбу в течение от 10 мин до 12 мин с такой скоростью, чтобы конечный объем жидкости в приемнике составлял примерно 70 см³. Если цвет индикатора изменяется, это указывает на щелочность абсорбирующего раствора. Прекращают процедуру и повторяют заново, используя большее количество серной кислоты или меньший размер пробы для анализа.

Когда перегонка завершается, опускают приемник, так чтобы конец трубки холодильника оказался выше поверхности кислоты и продолжают перегонку еще в течение 1 мин, а затем споласкивают конец трубки холодильника несколькими кубическими сантиметрами воды, которую добавляют в дистиллят. Сразу же титруют содержимое раствором гидроксида натрия (5.1.5), считывая показание бюретки с точностью до 0,02 см³.

5.4.2.2 Помещают 10 см³ раствора борной кислоты (5.1.6) в пропаренную колбу-приемник, добавив 2 капли смешанного индикаторного раствора (5.1.7). Выполняют перегонку в соответствии с 5.4.2.1 и отмечают, что в присутствии борной кислоты, цвет индикатора должен измениться сразу же в начале перегонки аммиака. Титруют дистилят раствором серной кислоты (5.1.3), считывая показание бюретки с точностью до 0,02 см³.

5.5 Холостой опыт

Параллельно с определением выполняют холостой опыт, используя такие же количества реактивов, в таких же условиях, но без пробы для анализа.

5.6 Обработка результатов

5.6.1 Если в качестве абсорбирующего раствора используется серная кислота, как установлено в 5.4.2.1, содержание азота в каучуке, выраженное в процентах по массе, задается формулой (3):

$$\frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0,014}{m} \times 100 \quad (3)$$

где

V_1 объем, в кубических сантиметрах, раствора гидроксида натрия (5.1.5), потребовавшегося на титрование;

V_2 объем, в кубических сантиметрах, раствора гидроксида натрия (5.1.5), потребовавшегося на титрование в холостом опыте;

c концентрация гидроксида натрия;

m масса, в граммах, пробы для анализа.

Результаты представляют с точностью до 0,01 %.

5.6.2 Если в качестве абсорбирующего раствора используется борная кислота, как установлено в 5.4.2.2, содержание азота в каучуке, выраженное в процентах по массе, задается формулой (4):

$$\frac{(V_3 - V_4) \times c \times 0,028}{m} \times 100 \quad (4)$$

где

V_3 объем, в кубических сантиметрах, раствора серной кислоты (5.1.3), потребовавшегося на титрование;

V_4 объем, в кубических сантиметрах, раствора серной кислоты (5.1.3), потребовавшегося на титрование в холостом опыте;

c концентрация серной кислоты;

m масса, в граммах, пробы для анализа.

Результаты представляют с точностью до 0,01 %.

6 Прецизионность

См. Приложение В.