

تماس تلفنی جهت دریافت مشاوره:

۱. مشاور دفتر تهران (آقای محسن ممیز)

تلفن: ۰۹۱۲ ۹۶۳ ۹۳۳۶

۲. مشاور دفتر اصفهان (سرکار خانم لیلاممیز)

تلفن: ۰۹۱۳ ۳۲۲ ۸۲۵۹



مجموعه سیستم مدیریت ایزو با هدف بهبود مستمر عملکرد خود و افزایش رضایت مشتریان سعی بر آن داشته، کلیه استانداردهای ملی و بین المللی را در فضای مجازی نشر داده و اطلاع رسانی کند، که تمام مردم ایران از حقوق اولیه شهروندی خود آگاهی لازم را کسب نمایند و از طرف دیگر کلیه مراکز و کارخانه جات بتوانند به راحتی به استانداردهای مورد نیاز دسترسی داشته باشند.

این موسسه اعلام می دارد در کلیه گرایشهای سیستم های بین المللی ISO پیشگام بوده و کلیه مشاوره های ایزو به صورت رایگان و صدور گواهینامه ها تحت اعتبارات بین المللی سازمان جهانی IAF و تامین صلاحیت ایران می باشد.

هم اکنون سیستم خود را با معیارهای جهانی سازگار کنید...





INSO
12482

1st. Revision
2017

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۱۲۴۸۲
تجدیدنظر اول
۱۳۹۶

کربن بلک (دوده) – تعیین عدد جذب یُد

**Carbon Black – Determination of
Iodine adsorption number**

ICS:83.040.20

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران- ایران

تلفن: ۸۸۸۷۹۴۶۱-۵

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج ، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: (۰۲۶) ۳۲۸۰۶۰۳۱-۸

دورنگار: (۰۲۶) ۳۲۸۰۸۱۱۴

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیته‌ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقمند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهای ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد^۱ (ISO)، کمیسیون بین‌المللی الکترونیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی^۳ (OIML) است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی^۵ (CAC) در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرفکنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیستمحیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباریکند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی‌سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیستمحیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاه، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Métrologie Legale)

4-Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«کربن بلک (دوده) - تعیین عدد جذب یُد»

(تجدیدنظر اول)

سمت و / یا محل اشتغال:

رئیس:

سلطانی، صدیقه
(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

دبیر:

اسماعیل پور، سوسن
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ارشادی، ناصر
شرکت لاستیک پارس
(کارشناسی ارشد شیمی)

بابایی، علی اصغر
شرکت یزد تایر
(کارشناسی مهندسی پلیمر)

بساکزاده، امید
شرکت کربن ایران
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

پازوکی، علیرضا
شرکت ایران یاسا
(کارشناسی شیمی)

تحصیلی، محمد
شرکت کربن سیمرغ
(کارشناسی شیمی کاربردی)

جلالی، غلامرضا
گروه صنعتی بارز
(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

حسنوند، مراد
شرکت لاستیک پارس
(کارشناسی مهندسی پلیمر)

سالاروند، زهره
پژوهشگاه استاندارد
(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

سمت و/یا محل اشتغال:

اعضا:(اسامی به ترتیب حروف الفبا)

شرکت کربن ایران

شهنی، کامبیز

(کارشناسی مهندسی شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

غفارزاده، فاطمه

(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

شرکت دوده صنعتی پارس

فاطمی، محمد

(کارشناسی مهندسی شیمی)

شرکت مهندسی و تحقیقات صنایع لاستیک

فتوحی، فرسا

(کارشناسی شیمی)

شرکت ایران تایر

قربانی گلپرور، مرتضی

(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

شرکت کویر تایر

نوروزی، فاطمه

(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

ویراستار:

پژوهشگاه استاندارد

سالاروند، زهره

(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

فهرست مندرجات

صفحه

عنوان

ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ نمونه‌برداری
۲	۴ اهمیت و کاربرد
۲	۵ اصول آزمون
۲	۱-۵ روش الف
۲	۲-۵ روش ب
۳	۶ مواد و / یا واکنش‌گرها
۳	۷ وسایل
۵	۸ نرمال کردن با استفاده از استانداردهای ید SRB HT یا INR
۶	۹ آزمون شاهد
۶	۱۰-۹ اندازه‌گیری شاهد ید- روش الف
۷	۱۰-۹ اندازه‌گیری شاهد ید- روش ب
۱۰	۱۰ روش انجام آزمون
۱۰	۱۰-۱۰ روش الف
۱۳	۱۰-۱۰ روش ب
۱۵	۱۱ محاسبات
۱۶	۱۲ گزارش آزمون
۱۷	پیوست الف الزامی (تهیه و استاندارد کردن محلول‌ها)
۲۸	پیوست ب آگاهی‌دهنده (دقت و اربیبی روش آزمون)

پیش‌گفتار

استاندارد «کربن بلک (دوده) - تعیین عدد جذب یُد» که نخستین بار در سال ۱۳۸۸ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یک‌هزار و پانصد و نود و نهمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۶/۲/۳ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط موردنظر قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۴۸۲: سال ۱۳۸۸ می‌شود.

منبع و مأخذی که برای تهییه و تدوین این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM D 1510: 2016, Standard Test Method for Carbon Black –Iodine Adsorption Number

کربن بلک (دوده) – تعیین عدد جذب یُد

هشدار – در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارایه دو روش (الف و ب) برای تعیین عدد جذب یُد کربن بلک است. روش الف، روش متداول و روش ب، روش نمونه برداری و اندازه گیری خودکار است.

بررسی ها نشان داده است که عدد جذب یُد کربن بلک در اثر گذشت زمان (زمان مندی^۱)، کاهش می یابد. استانداردهای ید HT^۲ SRB جدید تولید شده اند که عدد جذب یُد آنها با گذشت زمان ثابت می ماند. برای اطمینان از این که، نتایج در محدوده کنترل استانداردهای منفرد هستند، استفاده از یک یا چند استاندارد SRB HT، برای پایش روزانه (x-chart) توصیه می شود. هنگامی که دست یابی به مقادیر هدف^۳ ممکن نباشد، از همه استانداردهای ید HT SRB، برای استانداردسازی (نرمال کردن آزمون یُد (به بند ۸ مراجعه کنید)، استفاده کنید.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه های بعدی برای این استاندارد الزام آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱- استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه- ویژگی ها و روش آزمون

۲- استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۷۲۴، کربن بلک (دوده)- نمونه برداری از محموله های فله

1-Aging

۲- استانداردهای کربن بلک که برای اندازه گیری عدد جذب یُد استفاده می شوند.

3-Target value

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۷۲۷، کربن بلک(دوده) - نمونه برداری از محموله های بسته بندی شده

۲-۴ ASTM D 4483, Practice for Evaluating Precision of Test Method Standards in the Rubber and Carbon Black Manufacturing Industries

۲-۵ ASTM D 4821, Guide for Carbon Black – Validation of Test Method Precision and Bias

۲-۶ ASTME 969, Specification for Glass Volumetric (Transfer) Pipets

۲-۷ ISO/EN/DIN 8655-3, Piston-operated volumetric apparatus- Part 3: Piston buretts

۳ نمونه برداری

نمونه برداری از کربن بلک باید طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۷۲۴ یا استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۷۲۷ انجام شود.

۴ اهمیت و کاربرد

عدد جذب ید در تعیین مشخصه های کربن بلک ها مفید است. این عدد وابسته به مساحت سطح کربن بلک است و به طور معمول، مساحت سطح تعیین شده با جذب نیتروژن را تایید می کند. وجود مواد فرار، تخلخل سطح یا مواد قابل استخراج، بر مقدار عدد جذب ید تأثیرگذار است. همچنین زمان مندی، می تواند بر عدد جذب ید کربن بلک تأثیر بگذارد.

۵ اصول آزمون

۵-۱ روش الف

وزن معینی از کربن بلک با محلول ید استاندارد، مخلوط، به هم زده شده و سانتریفوژ می شود. سپس اضافی ید با محلول استاندارد سدیم تیوسولفات تیتر می شود. مقدار یدی که در سطح کربن بلک جذب شده به صورت کسری از جرم کل کربن بلک، بیان می شود.

۵-۲ روش ب

وزن معینی از کربن بلک با محلول ید استاندارد، با استفاده از دستگاه تیتراسیون و تزریق خودکار نمونه، واکنش می دهد، که در آن مخلوط به هم زده شده، تهنیشن می شود و بخشی از آن برای تیتراسیون برداشته می شود. اضافی ید با محلول استاندارد سدیم تیوسولفات تیتر می شود. مقدار یدی که در سطح کربن بلک جذب شده به صورت کسری از جرم کل کربن بلک، بیان می شود.

۶ مواد و / یا واکنش‌گرها

۱-۶ در کلیه مراحل آزمون، از مواد نوع واکنش‌گر^۱ استفاده کنید، مگر در مواردی که نوع دیگری از مواد توصیه شده باشد.

۲-۶ طرز تهیه محلول‌های زیر در پیوست الف شرح داده شده است. محلول آماده استاندارد ید ۰/۰۲۳۶۴ mol/dm³ و سدیم‌تیوسولفات^۳ ۰/۰۳۹۴ mol/dm³ را می‌توان به طور تجاری تهیه کرد. توصیه می‌شود، در صورت استفاده از محلول آماده، پیش از استفاده، غلظت آن تصدیق شود.

۳-۶ محلول ید، $c(I_2) = ۰/۰۲۳۶۴ \text{ mol}/\text{dm}^3$, دارای $۵۷/۰ \text{ g}/\text{dm}^3$ پتاسیم‌یدید

۴-۶ محلول پتاسیم‌یدات، دارای $۰/۰۳۹۴ \text{ N}$ $c(KIO_3) = ۰/۰۰۶۵۷ \text{ mol}/\text{dm}^3$ پتاسیم‌یدات

۵-۶ محلول پتاسیم‌دی‌کرومات، $c(k_2Cr_2O_7) = ۰/۰۰۶۵۶۷ \text{ mol}/\text{dm}^3$, دارای $۱/۹۳۲ \text{ g}/\text{dm}^3$ پتاسیم‌دی‌کرومات (استاندارد اولیه گواهی شده / قابل ردیابی)

هشدار - پتاسیم‌دی‌کرومات، سرطان‌زا است.

۶-۶ محلول سدیم‌تیوسولفات، دارای $۰/۰۳۹۴ \text{ N}$ $c(Na_2S_2O_3) = ۰/۰۳۹۴ \text{ mol}/\text{dm}^3$ نرمال آمیل‌الکل

۷-۶ محلول سولفوریک اسید، ۱۰٪ (کسر جرمی)

۸-۶ محلول نشاسته قابل حل، ۱٪، دارای $۰/۰۰۲ \text{ g}/\text{dm}^3$ سالیسیلیک اسید

۹-۶ محلول پتاسیم‌یدید (KI)، ۱۰٪ (کسر جرمی - حجمی)

۱۰-۶ محلول پتاسیم‌یدید / پتاسیم‌یدات (KI/KIO_3)، استاندارد اولیه $۰/۰۳۹۴ \text{ mol}/\text{dm}^3$, $۰/۰۳۹۴ \text{ N}$

۱۱-۶ آب، مطابق آب درجه ۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸

۷ وسایل

A-۱ لوازم شیشه‌ای کلاس A

۲-۷ ظرف شیشه‌ای، با گنجایش ۴۵ cm^3 ، شفاف در برابر نور، با درپوش پلی‌اتیلنی

۳-۷ آون، با قابلیت نگهداری دما در $125\pm 5^{\circ}\text{C}$

۴-۷ بورت، یکی از انواع زیر:

۱-۴-۷ بورت دیجیتالی، با گنجایش 1 cm^3 ، 25 cm^3 ، دارای شمارشگر افزایش $0\text{--}1\text{ cm}^3$ و تنظیم‌کننده صفر

۲-۴-۷ بورت شیشه‌ای (معمولی یا اتوماتیک) کلاس A، با گنجایش 25 cm^3 ، با درجه‌بندی $0\text{--}5\text{ cm}^3$

۵-۷ توزیع‌کننده تکرارپذیر^۱، با گنجایش 25 cm^3 و تجدیدپذیری $1\%\pm 0.1\%$ و کالیبره شده با صحت $\pm 0.3\text{ cm}^3$

۶-۷ ترازوی تجزیه‌ای، با حساسیت 0.1 mg

۷-۷ سانتریفوژ، با سرعت حداقل 105 rad/s (1000 r/min)

۸-۷ بالن حجمی، با گنجایش 2000 cm^3 ، دارای درپوش مخروطی استاندارد

۹-۷ قیف بزرگ، با اتصال مخروطی متناسب با بالن 2000 cm^3

۱۰-۷ بطری شیشه‌ای تیره، با گنجایش 2000 cm^3 ، دارای درپوش مخروطی استاندارد

۱۱-۷ بطری توزین بلند، با گنجایش 20 dm^3 ، دارای در شیشه‌ای سمباده‌ای

۱۲-۷ همزن مغناطیسی با ابعاد $300\text{ mm}\times 300\text{ mm}$ ، برای بههم‌زندن

۱۳-۷ همزن مغناطیسی با ابعاد $100\text{ mm}\times 100\text{ mm}$ ، برای تیتر کردن

۱۴-۷ دسیکاتور

۱۵-۷ تکان‌دهنده مکانیکی، با حداقل دامنه حرکت 25 cm و 240 stokes/min

۱۶-۷ تیترکننده خودکار

1-Repetitive dispenser

2- Ceramic frit

۱۷-۷ الکترود کاوش، الکترود حلقه‌ای پلاتینی ترکیبی با یک الکترود مرجع Ag/AgCl/KCl و یک صفحه مشبك سرامیکی^۲

۱۸-۷ بالن حجمی، با گنجایش 500 cm^3 ، دارای درپوش مخروطی استاندارد

۱۹-۷ ارلن، با گنجایش 250 cm^3 ، دارای درپوش سمباوهای

۲۰-۷ دستگاه تیتراسیون و تزریق خودکار نمونه، مجهز به صافی یکبار مصرف^۱

۸ نرمال کردن با استفاده از استانداردهای ید INR^۲ یا SRB HT

۱-۸ هنگامی که آزمایشگاه نتواند برای هرسه استاندارد ید INR SRB HT یا SRB HT^۱، مقادیر هدف را در بازه رواداری تعیین شده (x-Chart)، به دست آورده، کاربر باید توصیه‌های ارایه شده در استاندارد ASTM D4821 را به کار گیرد.. اگر یکی از سه استاندارد ید SRB HT همچنان خارج از محدوده قابل قبول باشد، باید تمام نتایج آزمون مطابق روش شرح داده شده در زیربند ۲-۸ تا ۵-۸ نرمال شوند.

۲-۸ هریک از سه استاندارد ید SRB HT را چهاربار آزمون کنید.

۳-۸ منحنی مقدارهای ید SRB HT (محور y ها) را نسبت به مقادیر اندازه‌گیری شده مجزا (محور x ها) رسم کنید.

۴-۸ مقادیر کلیه نتایج آزمون را با استفاده از معادله (۱) نرمال کنید.

$$\text{مقدار نرمال شده} = (x \times s) + (y - y_a) \quad (1)$$

که در آن:

x مقدار اندازه‌گیری شده؛

s شب منحنی کالیبراسیون؛

y مقدار استاندارد؛

y_a عرض از مبدأ.

1- Disposable filter
2-Iodine Number Reference

۵-۸ به جای رسم منحنی، برای یافتن رابطه بین مقدار اندازه‌گیری شده و مقدار نرمال شده، می‌توان با استفاده از مقادیر به دست آمده از معادله خط، جدولی تهیه کرد.

۶-۸ در صورت به کارگیری دستگاه جدید یا بهر^۱ جدید محلول ید و/یا سدیم تیوسولفات، نیاز به نرمال کردن، باید دوباره بررسی شود (به بند ۱-۸ مراجعه کنید).

۹ آزمون شاهد

۱-۹ اندازه‌گیری شاهد ید - روش الف

۱-۱-۹ برای انجام تیتراسیون شاهد، 20 cm^3 از محلول ید (زیربند ۳-۶) را با پیپت حجمی، یا 25 cm^3 از آن را با توزیع کننده (زیربند ۵-۷) به یک ارلن با گنجایش 125 cm^3 منتقل کرده و با محلول سدیم تیوسولفات (زیربند ۶-۶) طبق زیربند ۱۰-۱-۱۰-۱-۱۰-۲-۱۰-۱-۱۰-۱-۱۰-۳ تیتر کنید.

۲-۱-۹ برای استفاده در معادله ۳ (بند ۱۱)، حجم سدیم تیوسولفات مصرفی برای تیتراسیون cm^3 محلول ید، باید در عدد $8/0$ ضرب شود.

۳-۱-۹ آزمون شاهد را یکبار دیگر تکرار و از میانگین دو نتیجه، در محاسبه استفاده کنید.
پادآوری- تکرار آزمون شاهد، یکبار در روز کافی است، مگر این‌که در طول یک روز، از محلول‌های جدید استفاده شود.

۴-۱-۹ اگر غلظت هر دو محلول (ید و سدیم تیوسولفات) در محدوده قابل قبول باشد، حجم سدیم تیوسولفات مصرفی برای شاهد باید cm^3 $(24,00 \pm 0,9)$ باشد. در غیراین صورت، غلظت هر دو محلول باید دوباره بررسی شود. اگر پس از بررسی مجدد محلول‌ها، غلظت‌ها باز هم خارج از محدوده قابل قبول بود، برای تنظیم محلول ید به زیربند الف-۲-۲-۴ مراجعه کنید. رواداری‌های مربوط به شاهد در جدول ۱ ارایه شده است.

۱-۹-۵ رواداری شاهد برای 20 cm^3 محلول ید از مجموع رواداری پی‌پت توزیع کننده کلاس A با حجم 20 cm^3 و انحراف حجم تیتراسیون برای انحراف قابل قبول در غلظت محلول‌های سدیم تیوسولفات و ید، به دست می‌آید.

جدول ۱- رواداری‌های مربوط به شاهد(حجم 20cm^3)

رواداری شاهد(cm^3)	رواداری توزیع کننده(cm^3)	انحراف محلول(cm^3)	حجم شاهد(cm^3)
$\pm 0,09$	$\pm 0,03$	$\pm 0,06$	$20,00$

۱-۶-۶ انحراف محلول براساس حداکثر انحراف در غلظت محلول زیربندهای الف-۱-۲ و الف-۲-۲ تعیین شده است. رواداری برای پی‌پت‌های حجمی کلاس A از استاندارد ASTM E969 به دست آمده است.

۲-۹ اندازه‌گیری شاهد ید- روش ب

۱-۲-۹ برای انجام تیتراسیون شاهد، یک میله مغناطیسی را داخل بشر خالی انداخته و آن را درون دستگاه تیتراسیون و تزریق خودکار نمونه (زیربند ۷-۲۰) قرار دهید.

۲-۲-۹ دستگاه تیتراسیون و تزریق خودکار نمونه را به کار بیندازید.

۳-۲-۹ حجم مناسبی از محلول ید (زیربند ۶-۳) درون بشر بریزید. آزمون شاهد را مانند نمونه، مطابق زیربند ۱۰-۲ انجام دهید.

یادآوری- برای اطمینان از این‌که محلول خوب بهم زده می‌شود، اندازه میله مغناطیسی باید طوری باشد که کف بشر را به طور کامل بپوشاند.

۴-۲-۹ پیش از افزودن حجم نهایی محلول برای تیتراسیون، باید اقدامات لازم برای اطمینان از پاکسازی کافی کل سامانه به عمل آید.

یادآوری- به عنوان مثال، پاکسازی کافی سامانه با ۲ بار شستشو با محلول شاهد و به دنبال آن شستشو با آب، حاصل می‌شود. این کار به روش زیر انجام می‌شود: ۱) بوسیله بشر، مخزن دستگاه مجهز به صافی یکبار مصرف را از محلول شاهد پر کنید. کل محلول را به لوله تیتراسیون پمپ و به ظرف پساب منتقل کنید. ۲) مرحله قبل را دوباره تکرار کنید و مخزن دستگاه را از محلول شاهد نهایی برای تیتراسیون پر کنید (این مقدار باید کمی بیشتر باشد تا برای خارج کردن حباب‌های هوا استفاده شود. مقدار محلول مورد نیاز برای تیتراسیون می‌تواند از 7 cm^3 تا 20cm^3 متغیر باشد). ۳) با اطمینان از این‌که محلول کافی برای تیتراسیون در مخزن باقی‌مانده است، مقدار کمی از محلول شاهد را به ظرف واکنش (تیتراسیون) منتقل کنید. ۴) ظرف واکنش (تیتراسیون) را با آب شسته و آب حاصل از شستشو را به بیرون پمپ کنید.

۵-۲-۹ آخرین بخش از محلول شاهد را به ظرف واکنش (تیتراسیون) منتقل کنید و دیواره ظرف، همزن و الکترود کاهش را با آب بشویید تا مطمئن شوید، محلول یدی که ممکن است روی آنها پاشیده شده باشد، به داخل محلول انتقال پیدا کرده است.

۶-۲-۹ محلول ید را به طور خودکار با محلول سدیم تیوسولفات (زیربنده ۶) تیتر کنید.

۷-۲-۹ اندازه‌گیری شاهد را تکرار کنید. برای محاسبه، باید میانگین دو اندازه‌گیری استفاده شود.

۸-۲-۹ اندازه‌گیری شاهد، به ویژه هنگامی که مقدار خیلی کم از محلول‌ها در آزمایشگاه تهیه می‌شود، باید روزانه انجام شود. در مواردی که محلول با حجم زیاد خریداری می‌شود و هنگامی که اندازه‌گیری‌های متعدد برای پایش آزمون انجام می‌شود، اندازه‌گیری شاهد می‌تواند برای هر بهره محلول یا در فواصل زمانی دیگر، انجام شود. مانند استفاده روزانه برای بررسی منحنی تغییرات (x-chart) استانداردهای HT یا INR.

یادآوری ۱- برای شاهدهای روزانه، لازم است در هر روز، فقط دو اندازه‌گیری انجام شود، مگر این‌که در طول روز محلول شاهد جدیدی مورد استفاده قرار گیرد.

یادآوری ۲- هنگامی که صافی تعویض می‌شود، باید اندازه‌گیری‌های کافی برای اشباع‌شدن آن با محلول ید انجام شود. برای مثال یکی از اقداماتی که ثابت شده برای این‌منظور کافی است، اندازه‌گیری حداقل ۵ محلول شاهد است. میانگین مقادیر مربوط به محلول چهارم و پنجم به عنوان مقدار نهایی در محاسبات استفاده می‌شود. اگر صافی تعویض نشده باشد، در محاسبات، از میانگین شاهدهای اول و دوم استفاده کنید.

۹-۲-۹ رواداری شاهدها برای حجم‌های مختلف محلول ید، در جدول ۲ ارایه شده است. رواداری شاهد برای حجم محلول ید، از مجموع رواداری ابزار توزیع‌کننده حجمی پیستونی و انحراف حجم تیتراسیون برای انحراف قابل قبول در غلظت محلول‌های سدیم تیوسولفات و ید، به دست می‌آید.

جدول ۲- رواداری محلول‌های شاهد (حجم‌های مختلف)

حجم شاهد (cm ³)	انحراف محلول (cm ³)	رواداری توزیع‌کننده (cm ³)	رواداری شاهد (cm ³)
۲۰,۰۰	±۰,۰۶۴	±۰,۰۵۴	±۰,۱۱۸
۱۰,۰۰	±۰,۰۳۲	±۰,۰۲۷	±۰,۰۵۹
۶,۰۰	±۰,۰۱۹	±۰,۰۲۴	±۰,۰۴۳
۱,۰۰	±۰,۰۰۳	±۰,۰۰۷	±۰,۰۱۰

۱۰-۲-۹ رواداری شاهد را می‌توان از معادله ۲ (معادله خط) محاسبه کرد:

$$Y = 0.0056x + 0.0059 \quad (2)$$

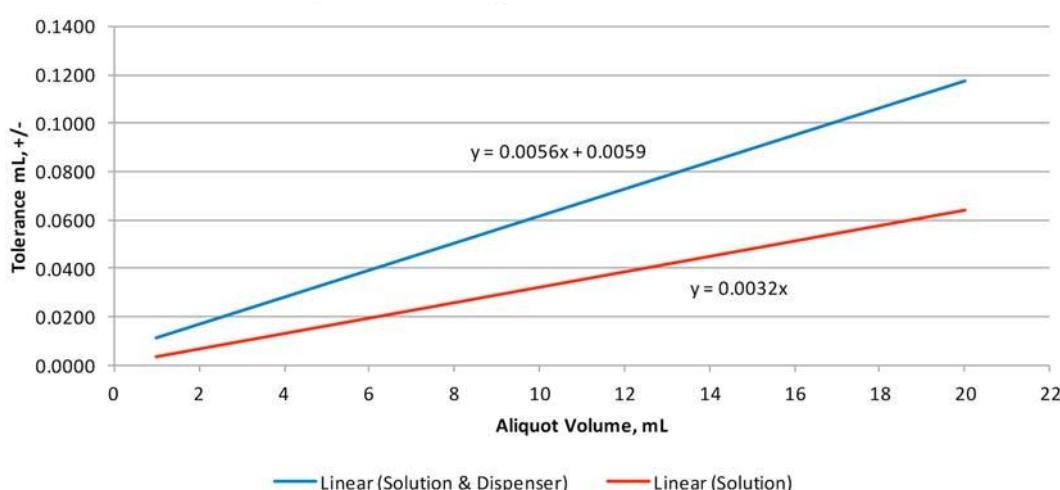
که در آن:

$\pm Y$ رواداری،

X حجم محلول، به cm^3

۱۱-۲-۹ رواداری‌های محلول شاهد برای روش ب، در شکل ۱ نیز نشان داده شده است. شکل، شامل تابع انحراف محلول به تنها ی و تابع انحراف محلول به علاوه رواداری‌های توزیع‌کننده است.

۱۲-۲-۹ انحراف محلول براساس حداکثر انحراف در غلظت محلول زیربنده‌های الف-۱-۲ و الف-۲-۲ تعیین شده است. رواداری برای ابزار توزیع‌کننده حجمی پیستونی، از ISO/EN/DIN8655-3 به دست آمده است.



شکل ۱- رواداری‌های محلول شاهد به عنوان تابعی از حجم محلول، برای روش ب

۱۰ روش انجام آزمون

۱-۱۰ آماده‌سازی نمونه و تعیین عدد جذب ید- روش الف

۱-۱-۱۰ مقدار کافی از نمونه کربن‌بلک را درون ظرفی با ابعاد مناسب بریزید، به‌طوری‌که ضخامت کربن‌بلک درون ظرف، بیشتر از ۱۰ mm نشود. سپس آن را به‌مدت ۱ h درون آون (زیربند ۷-۳) در دمای $^{\circ}\text{C}$ (125 ± 5) خشک کرده، درون دسیکاتور قرار دهید تا به‌دامای محیط برسد.

۱-۱-۱۱ درون ظرف (زیربند ۷-۲)، مقداری از کربن‌بلک خشک شده (زیربند ۱-۱-۱)، را مطابق جدول ۳ وزن کنید. تمام توزین‌ها باید برای اعداد جذب‌یدی بین صفر تا $520/9$ با تقریب g $0,001$ و برای اعداد جذب‌یدی $521/0$ و بیشتر، با تقریب g $0,0001$ انجام شود.

جدول ۳- جرم نمونه‌ها برای 25cm^3 محلول ید برای روش الف

جرم نمونه: حجم محلول ید	جرم نمونه(g)	عدد جذب ید
۵۰ : ۱	۰,۵۰۰۰	۰ - ۱۳۰,۹
۱۰۰ : ۱	۰,۲۵۰۰	۱۳۱,۰ - ۲۸۰,۹
۲۰۰ : ۱	۰,۱۲۵۰	۲۸۱,۰ - ۵۲۰,۹
۴۰۰ : ۱	۰,۰۶۲۵	۵۲۱,۰ و بیشتر

۱-۱-۱۲ جرم نمونه را براساس عدد جذب ید مورد انتظار، انتخاب کنید. چنان‌چه نتیجه به‌دست‌آمده در گستره نشان‌داده شده برای آن مقدار نبود، آزمون را با تغییر مقدار نمونه، برای گستره‌ای که در آن قرار گرفته، تکرار کنید.

یادآوری- کربن‌بلک‌های غیرساقمه‌ای و پودری، بهتر است قبل از خشک‌کردن و توزین، کمی فشرده شوند.

۱-۱-۱۳ جرم‌هایی که در جدول ۳ داده شده، برای 25cm^3 محلول ید طبق زیربند ۱-۱-۵ است. حجم‌های متفاوت محلول ید و سایر مقادیر نمونه، فقط در صورتی می‌تواند استفاده شود که نسبت حجم محلول ید به جرم نمونه، همان مقادیر جدول ۳ باشد. جرم نمونه باید بیش از g $1,000$ باشد. اگر از جرم نمونه و حجم ید بیشتری استفاده شد، باید ظرفی با گنجایش حداقل ۲ برابر حجم محلول ید مورد استفاده، انتخاب شود تا امکان بههم‌زنن کافی وجود داشته باشد.

۱-۱-۱۴ 25cm^3 از محلول ید (زیربند ۳-۶) را با پی‌پت حجمی (یا توزیع‌کننده تکرارپذیر کالیبره) به ظرف محتوی نمونه (زیربند ۱-۱-۲) منتقل کرده و در آن را بیندید.

۱-۱-۶ ظرف محتوی نمونه و ید (زیربند ۱-۱۰-۵) را در تکاندهنده مکانیکی (زیربند ۷-۱۵) محکم کرده و به مدت ۱ min با حداقل ۲۴۰ stokes/min تکان دهید.

۱-۱-۷ بلافاصله آن را سانتریفیوز کنید. مدت سانتریفیوز، برای کربن بلک‌های ساقمه‌ای ۱ min و برای کربن بلک‌های غیرساقمه‌ای، ۳ min است.

۱-۱-۸ اگر بیش از یک نمونه مورد آزمون قرار می‌گیرد، خیلی سریع، محلول را به بالنهای کوچک یا ظروف تمیز و خشک منتقل کرده، در آن را بیندید.

۱-۱-۹ از محلول (زیربند ۱-۱۰-۸) را با استفاده از پیپت حجمی، به اrlen با گنجایش 20 cm^3 منتقل کرده و آنرا با محلول سدیم‌تیوسولفات (زیربند ۶-۶) به‌وسیله بورت دیجیتالی یا بورت شیشه‌ای، طبق زیربند ۱-۱۰-۱-۱۰-۱-۱۰-۱-۲، تیتر کنید.

۱۰-۱ تیتراسیون محلول ید

۱۰-۱-۱ تیتراسیون با استفاده از بورت دیجیتالی

۱-۱-۱۰-۱ بورت (زیربند ۷-۴-۱) را در وضعیت «پرکردن» قرار داده و مخزن آن را با محلول سدیم‌تیوسولفات (زیربند ۶-۶) پر کنید. لوله‌های ورودی و تخلیه را با پر و خالی کردن، شستشو دهید.

۱-۱-۱۰-۲ بورت را در وضعیت «تیترکردن» قرار داده، شمارشگر را صفر کنید و نوک بورت را با دستمال کاغذی تمیز کنید.

۱-۱-۱۰-۳ با استفاده از محلول سدیم‌تیوسولفات داخل بورت، محلول ید (زیربند ۹-۱-۱۰) را تغییر رنگ به زردکمرنگ تیتر کنید. نوک بورت و دیواره اrlen را با آب بشویید.

۱-۱-۱۰-۴ پنج قطره از محلول نشاسته (زیربند ۶-۸) به اrlen اضافه کنید.

۱-۱-۱۰-۵ افزودن سدیم‌تیوسولفات را قطره‌قطره ادامه دهید تا رنگ آبی یا آبی-بنفش محلول، تقریباً از بین برود.

۱-۱-۱۰-۶ نوک بورت و دیواره اrlen را با آب شسته و بورت را طوری تنظیم کنید که افزایش سدیم‌تیوسولفات با مقادیر 1 cm^3 ادامه پیدا کند تا رنگ محلول، به‌طور کامل از بین برود.

۱-۱-۱۰-۷ حجم سدیم‌تیوسولفات مصرفی را با تقریب 1 cm^3 یادداشت کنید.

۱۰-۱-۲-۲- تیتراسیون با استفاده از بورت شیشه‌ای

۱۰-۱-۲-۱- یک بورت شیشه‌ای (زیربند ۴-۷) را از محلول سدیم‌تیوسولفات (زیربند ۶) پر کنید. با چندین مرتبه تماس ملایم نوک بورت با دیواره یک ارلن تمیز، قطرات محلول اضافی را پاک کنید. پیش از شروع تیتراسیون، ممکن است از تماس ملایم دیواره تمیز ارلن با نوک بورت برای حذف قطرات محلول اضافی استفاده شود.

۱۰-۱-۲-۳- با استفاده از محلول سدیم‌تیوسولفات داخل بورت، محلول ید (زیربند ۹-۱۰) را تا تغییر رنگ به زرد کمرنگ، تیتر کنید. نوک بورت و دیواره ارلن را با آب بشویید.

۱۰-۱-۲-۴- پنج قطره از محلول نشاسته (زیربند ۶-۸) به ارلن اضافه کنید.

۱۰-۱-۲-۵- افزایش سدیم‌تیوسولفات را قطره‌قطره ادامه دهید تا رنگ محلول، به طور کامل از بین برود.

۱۰-۱-۲-۶- حجم سدیم‌تیوسولفات مصرفی را با تقریب $۰,۰۲۵\text{ cm}^3$ یادداشت کنید.

۱۰-۱-۳- تیتراسیون با استفاده از تیترکننده خودکار

۱۰-۱-۳-۱- دو روش تیتراسیون نقطه اکی‌والان کاهش، باید در تیترکننده خودکار (زیربند ۷-۱۶) برنامه‌ریزی شود.

الف- روشی برای استفاده از مقدار میانگین حاصل از اندازه‌گیری دو محلول شاهد؛

ب- روشی برای اندازه‌گیری عدد جذب‌یدی در نمونه‌ها.

یادآوری- برای تنظیم کردن دستگاه از توصیه‌های سازنده، استفاده کنید. برای این‌که روش، تکرارپذیری خوبی داشته باشد، باید در تعریف حدود تشخیص نقطه اکی‌والان، دقت شود.

۱۰-۱-۳-۲- از محلول مورداًزمون (بند ۱-۱۰-۸) را با استفاده از پی‌پت حجمی، به یک ظرف مناسب منتقل کنید و آنرا روی تیترکننده خودکار (زیربند ۷-۱۶) قرار دهید. دیواره ظرف، همزن و الکترود کاهش (زیربند ۷-۱۷) را با آب بشویید.

۱۰-۱-۳-۳- تیتراسیون را با استفاده از محلول سدیم‌تیوسولفات (زیربند ۶-۶) انجام دهید.

۱۰-۱-۳-۴- روش باید حجم نقطه اکی‌والان حداقل ۱ cm^3 و $۰,۰۱\text{ cm}^3$ را گزارش دهد.

۲-۱۰ آماده‌سازی نمونه و تعیین عدد جذب ید- روش ب

۱-۲-۱۰ مقدار کافی از نمونه کربن‌بلک را درون ظرفی با ابعاد مناسب بریزید، به‌طوری‌که ضخامت کربن‌بلک درون ظرف، بیشتر از ۱۰ mm نشود. سپس آن را به‌مدت ۱ h درون آون (زیربند ۷-۳) در دمای $^{\circ}\text{C}$ (125 ± 5) خشک کرده، درون دسیکاتور قرار دهید تا به‌دمای محیط برسد.

۲-۲-۱۰ درون ظرف (زیربند ۷-۲)، مقداری از کربن‌بلک خشک شده (بند ۱-۲-۱۰)، را مطابق جدول ۴ وزن کنید. تمام توزین‌ها باید با تقریب g $0,001$ انجام شود و جرم نمونه باید حداکثر g $0,0001$ باشد. جدول ۴ برای 50 cm^3 محلول ید، مناسب است.

جدول ۴- جرم نمونه‌ها برای 50 cm^3 محلول ید برای روش ب

جرم نمونه: حجم محلول ید	جرم نمونه (g)	عدد جذب ید
۵۰ : ۱	۱,۰۰۰۰	-۱۳۰,۹
۱۰۰ : ۱	۰,۵۰۰	۱۳۱,۰ - ۲۸۰,۹
۲۰۰ : ۱	۰,۲۵۰	۲۸۱,۰ - ۵۲۰,۹
۴۰۰ : ۱	۰,۱۲۵	۵۲۱,۰ و بیشتر

۳-۲-۱۰ حجم‌های متفاوت محلول ید و سایر مقادیر نمونه، فقط در صورتی می‌تواند استفاده شود که نسبت حجم محلول به جرم نمونه، همان مقدار جدول ۴ باشد. جرم‌های نمونه برای 25 cm^3 محلول ید، در جدول ۵ ارایه شده است. جرم نمونه باید حداکثر g $0,5$ باشد.

جدول ۵- جرم نمونه‌ها برای 25 cm^3 محلول ید برای روش ب

جرم نمونه: حجم محلول ید	جرم نمونه (g)	عدد جذب ید
۵۰ : ۱	۰,۵۰۰	-۱۳۰,۹
۱۰۰ : ۱	۰,۲۵۰	۱۳۱,۰ - ۲۸۰,۹
۲۰۰ : ۱	۰,۱۲۵	۲۸۱,۰ - ۵۲۰,۹
۴۰۰ : ۱	۰,۰۶۲۵	۵۲۱,۰ و بیشتر

۴-۲-۱۰ جرم نمونه را براساس عدد جذب ید مورد انتظار، انتخاب کنید. چنان‌چه نتیجه به‌دست‌آمده در گستره نشان‌داده شده برای آن مقدار نبود، آزمون را با تغییر مقدار نمونه مطابق جدول ۴ یا ۵، برای گستره‌ای که در آن قرار گرفته، تکرار کنید.

یادآوری- کربن‌بلک‌های غیرساقمه‌ای و پودری، بهتر است قبل از خشک‌کردن و توزین، کمی فشرده شوند.

۵-۲-۱۰ دو روش تیتراسیون نقطه اکی والان کاهش، باید در دستگاه تیتراسیون و تزریق خودکار نمونه (زیربند ۷-۲۰) برنامه ریزی شود.

الف- روشی برای استفاده از مقدار میانگین حاصل از اندازه‌گیری دو محلول شاهد، مطابق زیربند ۹-۲؛

ب- روشی برای اندازه‌گیری عدد جذب‌یدی در نمونه‌ها با استفاده‌از محاسبات، مطابق بند ۱۱.
یادآوری- ممکن است، کاربرجم‌های مختلفی از شاهد و نمونه را برای تیتراسیون انتخاب کند. همچنین ممکن است، ساختار دستگاه‌ها متفاوت باشد. برای تنظیم کارهای مختلف دستگاه مانند زمان شستشو، سرعت پرکردن، حجم‌های آغاز و پایان تیتراسیون و از توصیه‌های سازنده دستگاه استفاده کنید. برای این‌که روش، تکرارپذیری خوبی داشته باشد، باید در تعریف حدود تشخیص نقطه اکی والان، دقیق شود. تنظیم معیار نقطه‌پایان^۱ در ۲۵ و تشخیص نقطه‌پایان^۲ در «بیشترین» مناسب است.

۶-۲-۱۰ یک میله‌معناطیسی درون بشر حاوی نمونه خشک‌شده بیندازید و آن را روی دستگاه تیتراسیون و تزریق خودکار نمونه قراردهید. دقیق کنید که نمونه از بشر، بیرون نریزد.

۷-۲-۱۰ دستگاه تیتراسیون و تزریق خودکار نمونه را به کار بیندازید.

۸-۲-۱۰ با استفاده‌از توزیع‌کننده تکرارپذیر کالیبره (زیربند ۷-۵)، 50 cm^3 یا هر مقدار مناسب دیگر از محلول ید (زیربند ۶-۳) را به بشر (زیربند ۱۰-۲) منتقل کنید.

۹-۲-۱۰ نمونه را به مدت 3 min به هم‌بزنید. سپس همزن را خاموش کنید.

۱۰-۲-۱۰ بگذارید دوغاب به مدت حداقل 5 s تهشین شود. برای کربن‌بلک‌های غیرساقمه‌ای ممکن است زمان تهشینی بیشتری لازم باشد. زمان لازم برای تکمیل‌شدن تیتراسیون قبلی در ظرف واکنش دستگاه تیتراسیون و تزریق نمونه، ممکن است منجر به بیشتر شدن زمان تهشینی شود.

۱۱-۲-۱۰ سامانه تزریق نمونه و ظرف واکنش را تمیز کنید. مثالی از روش تمیزکردن در یادآوری زیربند ۹-۲-۴ ارایه شده است.

۱۲-۲-۱۰ با استفاده‌از توزیع‌کننده تکرارپذیر (زیربند ۵-۷) مجهز به صافی قابل تعویض با اندازه سوراخ‌های $5\text{ }\mu\text{m}$ ، آخرین بخش از محلول را برای انجام تیتراسیون، به ظرف واکنش منتقل کنید. صافی برای حذف ذرات کربن‌بلک است. دیواره ظرف، همزن و الکترود کاهش را با آب بشویید.

۱۳-۲-۱۰ محلول ید را با محلول سدیم‌تیوسولفات (زیربند ۶-۶) به‌طور خودکار، تیتر کنید.

1- End-point criterion

2- End-point (EP) recognition

یادآوری- عمر مفید یک صافی تعویض‌پذیر، حدود ۵۰ نمونه گزارش شده است ولی ممکن است با تغییر نوع و شکل فیزیکی نمونه، این زمان تغییر کند. پس از تعویض صافی، همواره مطمئن شوید که اندازه‌گیری‌های کافی برای اشباع آن انجام شده است (به یادآوری زیربند ۸-۲-۹ مراجعه کنید).

۱۰-۲-۱۴ حجم نقطه اکی‌والان را با تقریب 1 cm^3 گزارش کنید و عدد جذب‌ید را با تقریب 1 mg/g محاسبه کنید.

۱۰-۲-۱۵ از آنجایی که نتایج حاصل از روش الف و ب اندکی باهم تفاوت دارند، استانداردهای SRB HT یا INR، باید برای هر بهر محلول ید و سدیم‌تیوسولفات، اندازه‌گیری شوند. چنان‌چه نتایج اندازه‌گیری سه استاندارد SRB HT یا INR در محدوده رواداری قابل قبول (x-chart) نباشد، باید تمام نتایج آزمون با استفاده از استانداردهای SRB HT یا INR نرمال شوند (به بند ۸ مراجعه کنید).

۱۱ محاسبات

$$I = \left(\frac{B - S}{B} \right) \times \left(\frac{V}{W} \right) \times M \times 253,82 \quad (3)$$

کنید: kg/g از معادله (۳) محاسبه
عدد جذب‌ید را با تقریب

که در آن:

I عدد جذب‌ید، به kg/g ؛

B حجم سدیم‌تیوسولفات مصرفی برای شاهد، به cm^3 ؛

S حجم سدیم‌تیوسولفات مصرفی برای نمونه، به cm^3 ؛

V حجم پی‌پت 25 cm^3 یا توزیع‌کننده کالیبره شده، به cm^3 ؛

W جرم نمونه کربن بلک، به g ؛

M غلظت محلول ید، به mol/cm^3 ؛

$.mg/m mol$ ۲۵۳,۸۲ جرم مولی ید، به

با استفاده از یکاهای فوق، یکای عدد جذب‌ید در معادله (۳) mg/g و معادل g/kg است.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل موارد زیر باشد:

۱-۱۲ مشخصات کامل نمونه

۲-۱۲ ارجاع به شماره این استاندارد ملی

۳-۱۲ روش مورد استفاده برای اندازه‌گیری (الف یا ب)

۴-۱۲ جرم نمونه

۵-۱۲ نتیجه آزمون حاصل از اندازه‌گیری های منفرد (با تقریب $0,1 \text{ g/kg}$)

۶-۱۲ تاریخ انجام آزمون

پیوست الف

(الزامی)

تهیه و استاندارد کردن محلول‌ها

الف-۱ تهیه محلول‌ها

یادآوری ۱- قدرت محلول ید تعیین شده برای انجام آزمون $c(I_2) = ۰/۰۴۷۲۸ \text{ N}$ است که از یک محلول ۱۰ برابر غلیظتر تهیه می‌شود.

یادآوری ۲- همواره لازم است محلول کاری ید $c(I_2) = ۰/۰۴۷۲۸ \text{ N}$ با استفاده از استاندارد ثانویه محلول سدیم تیوسولفات استاندارد شود.

الف-۱-۱ محلول ید $۰/۰۴۷۲۸ \text{ N}$ $c(I_2) = ۰/۰۴۷۲۸ \text{ mol/dm}^3$

الف-۱-۱-۱ حدود ۱۲۰ g پتاسیم یدید (KI) را درون ظرف شیشه‌ای، به مدت ۱ h داخل آون در دمای $۱۲۵ \pm ۵^\circ\text{C}$ خشک کنید. سپس آنرا درون دسیکاتور قرار دهید تا به دمای محیط برسد.

الف-۱-۱-۲ $۱۱۴۰ \pm ۰/۲ \text{ g}$ یدیدپتاسیم خشک (زیربند الف-۱-۱-۱) را وزن کرده، به بشری با گنجایش ۱۰۰۰ cm^3 منتقل کنید.

الف-۱-۱-۳ حدود ۳۰۰ g از یدیدپتاسیم زیربند الف-۱-۱-۲ را به یک بشر دیگر با گنجایش ۵۰۰ cm^3 منتقل کنید.

الف-۱-۱-۴ مقدار کافی آب (حدود ۴۰۰ cm^3) به آن بیفزایید تا روی KI را بپوشاند.

الف-۱-۱-۵ مقدار کافی آب (حدود ۷۰۰ cm^3) به بشر زیربند الف-۱-۱-۲ بیفزایید تا روی KI را بپوشاند.

الف-۱-۱-۶ درون هریک از بشرها (زیربند الف-۱-۱-۴) و (زیربند الف-۱-۱-۵) یک میله مغناطیسی تمیز قرار دهید و آن‌ها را روی همزن مغناطیسی بهم بزنید تا KI به طور کامل حل شود (این کار ممکن است زیاد طول بکشد). برای تسريع انحلال، درصورت تمایل می‌توانید بشرها را در حالی که محتويات آن‌ها همزده می‌شود، درون حمام آب در دمای $۴۰-۴۵^\circ\text{C}$ قرار دهید.

الف-۱-۱-۷ هر دو بشر را از روی همزن (یا حمام آب) برداشته و اجازه دهید تا دمای محلول‌ها به دمای محیط برسد (درصورتی که از حمام آب گرم استفاده نکرده‌اید، محلول‌ها خنک هستند و بازهم لازم است صبر کنید تا دمای آن‌ها به دمای محیط برسد).

الف-۱-۱-۸ بطری توزین (زیربند ۱۱-۷) را با در بسته تا ۳ رقم اعشار وزن کنید (w_1). در حالی که بطری روی ترازو قرار دارد در آن را بردارید و ترازو را صفر کنید.

الف-۱-۱-۹ با استفاده از یک اسپاتول چینی، $g (\pm 0.07)$ ید (I_2) را درون بطری (زیربند الف-۱-۸) بریزید و در آن را بیندید.

الف-۱-۱-۱۰ بطری حاوی ید (زیربند الف-۱-۱-۹) را از روی ترازو بردارید و ترازو را صفر کنید. در بطری را بسته و آن را تا ۳ رقم اعشار وزن کنید (w_2). وزن ید را از (w_2-w_1) محاسبه کنید.

الف-۱-۱-۱۱ چنان‌چه وزن ید محاسبه شده (زیربند الف-۱-۱-۱۰) خارج از بازه $g (\pm 0.07)$ بود، وزن ید را تغییر داده و دوباره بطری حاوی ید را همراه با در، تا ۳ رقم اعشار توزین (w_2) و وزن جدید ید (w_2-w_1) را محاسبه کنید. این کار را آنقدر تکرار کنید تا وزن ید در بازه صحیح قرار گیرد.

الف-۱-۱-۱۲ محلول KI (زیربند الف-۱-۵) را به‌طور کامل به بطری حاوی بلورهای I_2 (زیربند الف-۱-۱-۱۱) منتقل کنید. بشر را با 50 cm^3 آب (به زیربند ۱-۶ مراجعه کنید) بشویید و به بطری حاوی بلورهای I_2 منتقل کنید. شستشو را ۳ بار تکرار کنید.

الف-۱-۱-۱۳ یک میله مغناطیسی تمیز درون بطری (زیربند الف-۱-۱-۱۲) بیندازید، در آن را بیندید و روی همزن مغناطیسی، حدود 30 min به‌هم بزنید. برای پیشگیری از واکنش I_2 با نور، بهتر است که اطراف بطری، با فویل آلومینیوم پوشانده شود.

الف-۱-۱-۱۴ با به‌کارگیری یک قیف تمیز، محلول ید (زیربند الف-۱-۱-۱۳) را به‌طور کامل و به‌دققت، به یک بالن حجمی با گنجایش 2000 cm^3 منتقل کنید. با استفاده از تمام محلول I_2 (زیربند الف-۱-۱-۴)، KI باقی‌مانده در بشر را شسته و به بالن حجمی، منتقل کنید. سپس بشر و میله مغناطیسی را با 50 cm^3 آب (به زیربند ۱-۶ مراجعه کنید) بشویید و به بالن حجمی، منتقل کنید. شستشو با آب را ۳ بار تکرار کنید.

الف-۱-۱-۱۵ بالن حجمی حاوی KI و I_2 (بند الف-۱-۱-۱۴) را با آب (به بند ۱-۶ مراجعه کنید) به حجم برسانید. پس از بستن در بالن، آن را یک یا دو بار سروته کنید و $1-2 \text{ min}$ به‌حال خود بگذارید تا محلول موجود در گردن بالن به پایین بریزد. ممکن است به حجم رساندن مجدد نیاز باشد (حدود 1 cm^3 تا 2 cm^3 آب).

الف-۱-۱-۱۶ اطراف بالن (زیربند الف-۱-۱-۱۵) را با فویل آلومینیوم بپوشانید تا از تجزیه ید به‌وسیله نور پیشگیری شود. یک میله مغناطیسی تمیز درون بالن انداخته و آن را روی همزن مغناطیسی قرار دهید. همزن را حداقل به مدت 2 h با سرعت متوسط ادامه دهید.

الف-۱-۱-۱۷ بگذارید بالن حاوی محلول (زیربند الف-۱-۱۶) یک شب بماند. قبل از برداشتن محلول از این بطری، آن را ۵ min بهم بزنید.

الف-۱-۱-۱۸ اگر می خواهید dm^3 از محلول کاری ید mol/dm^3 $0/0\cdot ۲۳۶۴$ ($N\cdot ۰/۰\cdot ۴۷۲۸$) تهیه کنید، به زیربند الف-۱-۲ مراجعه کنید.

الف-۱-۱-۱۹ اگر می خواهید، کمتر از dm^3 از محلول کاری ید mol/dm^3 $0/0\cdot ۲۳۶۴$ ($N\cdot ۰/۰\cdot ۴۷۲۸$) تهیه کنید، محلول (زیربند الف-۱-۱۷) را به بطری تیره با گنجایش $۲۰۰۰ cm^3$ منتقل کنید و در محل تاریک و خنک نگه دارید. برای رقیق سازی دقیق یک به ۵، از بالنهای و پی پت های حجمی استفاده کنید.

الف-۱-۲-۱ محلول ید mol/dm^3 $0/0\cdot ۲۳۶۴$ ($N\cdot ۰/۰\cdot ۴۷۲۸$) =

الف-۱-۲-۱-۱ برای تهیه dm^3 از محلول کاری ید mol/dm^3 $0/0\cdot ۲۳۶۴$ ($N\cdot ۰/۰\cdot ۴۷۲۸$) از محلول ید mol/dm^3 $0/0\cdot ۲۳۶۴$ (زیربند الف-۱-۱-۱) استفاده کنید.

الف-۱-۲-۲-۱ یک ظرف مدرج با گنجایش dm^3 ۲۰ را روی صفحه همزن مغناطیسی قرار دهید. مطمئن شوید که صفحه همزن، به طور ایمن، توانایی نگه داری وزن ظرف و dm^3 محلول را دارد.

الف-۱-۲-۲-۲ آب (dm^3 ۱ به زیربند ۱-۶ مراجعه کنید) درون یک استوانه مدرج شیشه ای با گنجایش dm^3 ۱ بریزید. برای افزودن آب به منظور رقیق سازی های مورد نیاز، از این استوانه استفاده کنید.

الف-۱-۲-۳-۱ با استفاده از یک قیف تمیز، محلول I_2 (زیربند الف-۱-۱-۱) را به طور کامل و به دقت، از بالن حجمی cm^3 ۲۰۰۰ به یک ظرف مدرج تمیز با گنجایش dm^3 ۲۰ منتقل کنید. دقت کنید که در این مرحله، محلول هدر نرود.

الف-۱-۲-۳-۲ حدود cm^3 ۲۰۰ آب را از استوانه مدرج (زیربند الف-۱-۲-۳) به بالن حجمی (زیربند الف-۱-۴-۲) اضافه کنید و به دقت بچرخانید تا محلول I_2 از دیواره بالن به طور کامل شسته شود. این محلول شستشو را به طور کامل به ظرف مدرج dm^3 ۲۰ (زیربند الف-۱-۴-۲) منتقل کنید. با استفاده از آب درون استوانه مدرج، شستشو را تا بی رنگ شدن محلول داخل بالن و قیف، ادامه دهید. بقیه آب موجود در استوانه مدرج را به محتویات ظرف مدرج dm^3 ۲۰ اضافه کنید.

الف-۱-۲-۴-۱ باید در کل dm^3 ۱۸ آب به ظرف مدرج dm^3 ۲۰ اضافه شود. زیربند الف-۱-۲-۴ را تکرار کنید تا تمام آب، شامل آب مورد مصرف برای شستشوی بالن حجمی حاوی محلول ید، به ظرف اضافه شود. برای اطمینان از صحیح بودن مقدار آب اضافه شده، مهم است که از استوانه مدرج استفاده شود و توالی دفعات افزودن آب رعایت شود. از نشانهای درجه بندی روی ظرف فقط به عنوان

مرجعی برای اطمینان از صحیح بودن دفعات افزودن آب استفاده کنید. از این نشان‌ها برای اندازه‌گیری حجم، استفاده نکنید، زیرا این درجه‌بندی از صحت کافی برای انجام آزمون، برخوردار نیست.

الف-۱-۲-۷ یک میله مغناطیسی بزرگ درون ظرف بیندازید و در آن را با استفاده از یک درپوش مقاوم به ید (برای مثال تفلون یا پلی‌پروپیلن) بیندید.

الف-۱-۲-۸ اطراف بالن (زیربند الف-۱-۲-۷) را با فویل آلومینیوم بپوشانید تا از تجزیه ید به وسیله نور پیشگیری شود. به مدت حداقل $h = 2$ بهم بزنید. بهم زدن را می‌توان به‌طور دستی با یک میله بلند تفلون یا شیشه‌ای شروع کرد.

یادآوری - محلول ید باقی‌مانده روی میله را درون ظرف نشویید.

الف-۱-۲-۹ بگذارید بالن حاوی محلول (زیربند الف-۱-۲-۸) یک شب بماند. سپس به مدت 30 min بهم بزنید. در محل تاریک و خنک نگهداری کنید.

یادآوری - برای تصدیق غلظت صحیح پتاسیم‌یدید، به زیر بند الف-۳ مراجعه کنید.

الف-۱-۳ محلول سدیم تیوسولفات، $\text{c}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.0394 \text{ mol/dm}^3$

الف-۱-۳-۱ حدود 4 dm^3 آب، درون یک ظرف شیشه‌ای با گنجایش 20 dm^3 (کالیبره شده برای حجم 16 dm^3) که روی هم زن مغناطیسی (زیربند ۱۲-۷) قرار دارد، بریزید.

یادآوری - کالیبراسیون ظرف شیشه‌ای می‌تواند با وزن کردن آب یا افزودن آب به وسیله استوانه‌مدرج 2 dm^3 ، با دقت کافی انجام شود تا تعداد تیتراسیون‌های استانداردسازی را به‌حداقل برساند.

الف-۱-۳-۲ 156.5 g سدیم‌تیوسولفات $5\text{ آبه} (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$ را وزن کرده و به وسیله قیف و به کمک آب، به ظرف (زیربند الف-۱-۳-۱) منتقل کنید.

الف-۱-۳-۳ $3-3-1$ 80 cm^3 نرمال آمیل‌الکل به محلول (زیربند الف-۱-۳-۲) بیفزایید.

الف-۱-۳-۴ تا حل شدن کامل بلورها، محلول را بهم بزنید.

الف-۱-۳-۵ تا خط نشانه 16 dm^3 ظرف، آب اضافه کنید.

الف-۱-۳-۶ ظرف (زیربند الف-۱-۳-۵) را روی همزن مغناطیسی قرار دهید و $h = 1\text{ cm}$ بهم بزنید.

الف-۱-۳-۷ بگذارید محلول یک تا دو روز بماند. پیش از استفاده، آن را به مدت $h = 5\text{ cm}$ بهم بزنید.

الف-۱-۴ محلول پتاسیم‌یدید (KI)، 10% (کسر جرمی-حجمی)

الف-۱-۴-۱ حدود ۱۰ g پتاسیمیدید را درون یک بطری یا بالن کوچک دردار، وزن کنید.

الف-۱-۴-۲ بهوسیله یک استوانه مدرج، 90 cm^3 آب درون بطری یا بالن (زیربند الف-۱-۴-۱) بریزید.

الف-۱-۴-۳ محلول را بهم بزنید تا پتاسیمیدید حل شود.

یادآوری- ممکن است، پتاسیمیدید اکسید شده و ید آزاد کند. در صورت مشاهده رنگ زرد در محلول، آن را دور بریزید.

الف-۱-۵ محلول سولفوریک اسید، ۱۰٪ (کسر جرمی)

الف-۱-۵-۱ بهوسیله یک استوانه مدرج، 90 cm^3 آب درون یک ارلن با گنجایش 250 cm^3 بریزید.

الف-۱-۵-۲ با استفاده از یک استوانه مدرج یا بشر کوچک، 7 cm^3 از سولفوریک اسید غلیظ بردارید.

الف-۱-۵-۳ خیلی با احتیاط، اسید غلیظ (زیربند الف-۱-۵-۲) را درون ارلن حاوی آب (زیربند الف-۱-۵-۱) بریزید و بهم بزنید تا مخلوط شود. با اسید رقیق درون ارلن، استوانه مدرج یا بشر کوچک را شستشو دهید.

الف-۱-۵-۴ پیش از استفاده، بگذارید اسید تا دمای محیط خنک شود.

الف-۱-۶ نشاسته قابل حل، محلول ۱٪ (کسر جرمی- حجمی)

الف-۱-۶-۱ درون یک بشر با گنجایش $cm^3 ۱۰۰$ ، حدود g ۱ نشاسته قابل حل و g $۰,۰۰۲$ سالیسیلیک اسید وزن کنید.

الف-۱-۶-۲ در حال بهم زدن، مقدار کافی آب بیفزایید تا خمیر نرمی تشکیل شود.

الف-۱-۶-۳ حدود $cm^3 ۱۰۰$ آب را درون بشری با گنجایش 250 cm^3 حرارت دهید تا بهجوش آید.

الف-۱-۶-۴ خمیر نشاسته (زیربند الف-۱-۶-۲) را به آب در حال جوش (زیربند الف-۱-۶-۳) اضافه کرده و به هم بزنید. جوشاندن را min (۲-۳) ادامه دهید.

الف-۱-۶-۵ پس از خنک شدن محلول نشاسته (زیربند الف-۱-۶-۴) حدود g (۲-۳) پتاسیمیدید به آن بیفزایید و به هم بزنید تا حل شود.

الف-۱-۷ محلول پتاسیمیدید / پتاسیمیدات (K₁/KIO₃)، (N)= (0/0.۳۹۴ mol/dm³) استاندارد اولیه

الف-۱-۷-۱ مقدار کافی پتاسیمیدات را به مدت ۱ h درون آون (زیربند ۳-۷) در دمای 125 ± 5 °C خشک کرده، داخل دسیکاتور قرار دهید تا به دمای محیط برسد.

الف-۱-۷-۲ درون یک بالن حجمی با گنجایش 1000 cm^3 ، ۴۵ g پتاسیم یدید را در 200 cm^3 آب حل کنید.

الف-۱-۷-۳ ۱/۴۰۵۴ g از پتاسیمیدات تازه خشک شده (زیربند الف-۱-۷-۱) را توزین و به محلول پتاسیم یدید درون بالن (زیربند الف-۱-۷-۲) اضافه کرده، بهم بزنید تا حل شود.

الف-۱-۷-۴ محلول را به حجم برسانید، در آن را ببندید و بهم بزنید.

الف-۱-۸ محلول پتاسیم دیکرومات، mol/dm^3 $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,006567$ (استاندارد اولیه گواهی شده)

یادآوری - پتاسیم دیکرومات به صورت استاندارد اولیه گواهی شده، به شکل گرانول های ریز، قابل تهیه است. برای اطمینان از صحت محلول تهیه شده، باید تمام اقدامات لازم به عمل آید.

الف-۱-۸-۱ مقدار کافی پتاسیم دیکرومات را به مدت ۱ h درون آون (بند ۳-۷) در دمای 125 ± 5 °C خشک کرده، داخل دسیکاتور قرار دهید تا به دمای محیط برسد.

الف-۱-۸-۲ ۰/۹۶۶۰ g از پتاسیم دیکرومات تازه خشک شده (زیربند الف-۱-۸-۱) را توزین و با استفاده از یک قیف، آن را درون یک بالن حجمی با گنجایش 500 cm^3 بریزید.

الف-۱-۸-۳ حدود 200 cm^3 آب به بالن حجمی اضافه کنید.

الف-۱-۸-۴ در بالن را ببندید و خوب تکان دهید تا تمام بلورها حل شوند.

الف-۱-۸-۵ محلول را به حجم برسانید و خوب بهم بزنید.

الف-۱-۸-۶ در بالن را ببندید و پیش از استفاده، بگذارید 30 min بماند.

الف-۲ استاندارد کردن محلول ها

الف-۲-۱ محلول سدیم تیوسولفات، mol/dm^3 $c=(0,0394 \pm 0,0008)$

الف-۲-۱-۱ از محلول پتاسیم دیکرومات به ترتیب زیر استفاده کنید:

الف-۲-۱-۱-۱ حدود 20 cm^3 از محلول پتاسیم یدید (زیربند ۹-۶) را به وسیله استوانه مدرج کوچک، به یک ارلن در سمباده ای با گنجایش 250 cm^3 ، منتقل کنید.

الف-۱-۲-۲ حدود 20 cm^3 از محلول سولفوریک اسید (زیربند ۷-۶) را به وسیله استوانه مدرج کوچک، به ارلن حاوی محلول KI (زیربند الف-۱-۲-۱) اضافه کنید. محلول باید بی رنگ باقی بماند.
یادآوری - اگر رنگ زرد در محلول ایجاد شد، آنرا دور بریزید.

الف-۱-۲-۳ با استفاده از پی پت حجمی، 20 cm^3 از محلول استاندارد پتاسیم دی کرومات (زیربند ۵-۶) را به ارلن حاوی محلول KI (زیربند الف-۱-۲-۲) اضافه کنید. در ارلن را بسته و پس از به هم زدن، به مدت 15 min در جای تاریک قرار دهید.

الف-۱-۲-۴ محلول درون ارلن (زیربند الف-۱-۲-۳) را با محلول سدیم تیوسولفات تهیه شده، طبق زیربند الف-۱-۲-۳ یا الف-۱-۲-۴ تیتر کنید.

الف-۲-۱-۲ از محلول پتاسیم یدید / پتاسیم یدات به ترتیب زیر استفاده کنید:

الف-۲-۱-۱ با استفاده از پی پت حجمی، 20 cm^3 از محلول پتاسیم یدید / پتاسیم یدات (زیربند ۶-۱۰) را به یک ارلن در سمباده ای با گنجایش 250 cm^3 ، منتقل کنید.

الف-۲-۱-۲ حدود 5 cm^3 از محلول سولفوریک اسید (زیربند ۶-۷) را به وسیله استوانه مدرج کوچک، به ارلن حاوی محلول پتاسیم یدید / پتاسیم یدات (زیربند الف-۱-۲-۱) اضافه کنید.

الف-۲-۱-۲-۳ بلا فاصله در ارلن را ببنديد و خوب به هم بزنيد.

الف-۲-۱-۲-۴ محلول درون ارلن (زیربند الف-۱-۲-۲) را با محلول سدیم تیوسولفات تهیه شده، طبق زیربند الف-۱-۲-۳ یا الف-۱-۲-۴ تیتر کنید.

الف-۲-۱-۳ تیتراسیون با استفاده از بورت دیجیتال

الف-۲-۱-۳-۱ بورت را در وضعیت «پر کردن» قرار داده و مخزن آن را با محلول سدیم تیوسولفات (زیربند الف-۱-۳) پر کنید. لوله های ورودی و تخلیه را با پر و خالی کردن، شستشو دهید.

الف-۲-۱-۳-۲ بورت را در وضعیت «تیتر کردن» قرار داده و شمارشگر را صفر کنید.

الف-۲-۱-۳-۳ با استفاده از محلول سدیم تیوسولفات داخل بورت، محلول پتاسیم یدید / پتاسیم یدات (زیربند الف-۱-۲-۳-۲) را تا تغییررنگ به زرد کمرنگ یا محلول پتاسیم دی کرومات (زیربند الف-۱-۱-۳) را تا تغییر رنگ به سبز متمایل به زرد تیتر کنید. نوک بورت و دیواره ارلن را با آب بشویید.

الف-۲-۱-۳-۴ پنج قطره از محلول نشاسته (زیربند ۶-۸) به ارلن اضافه کنید.

الف-۱-۲-۳-۵ افرودن سدیم‌تیوسولفات را قطره‌قطره ادامه دهید تا رنگ آبی یا آبی-بنفس محلول، تقریباً از بین برود.

الف-۱-۲-۳-۶ نوک بورت و دیواره ارلن را با آب شسته و بورت را طوری تنظیم کنید که افزایش سدیم‌تیوسولفات با مقدار $۰,۰۱\text{ cm}^3$ ادامه پیدا کند تا رنگ محلول پتابسیم‌یدید/ پتابسیم‌یدات به‌طور کامل از بین برود و محلول پتابسیم‌دی‌کرمات به‌رنگ سبز-آبی درآید.

الف-۱-۲-۳-۷ حجم سدیم‌تیوسولفات مصرفی را یادداشت و زیربند الف-۱-۱-۲ یا الف-۲-۱-۲ را تکرار کنید.

الف-۱-۲-۳-۸ غلظت سدیم‌تیوسولفات را طبق معادله الف-۱ (زیربند الف-۱-۲-۵) محاسبه کنید.

الف-۲-۱-۲-۴ تیتراسیون با استفاده از بورت شیشه‌ای

الف-۱-۲-۴-۱ یک بورت شیشه‌ای معمولی را از محلول سدیم‌تیوسولفات (زیربند الف-۱-۳) پر کنید. آن را از لوله تخلیه، خالی کنید. cm^3 (۲-۳)

الف-۲-۴-۲-۲ پس از تنظیم سطح محلول در صفر بورت، با استفاده از محلول سدیم‌تیوسولفات داخل بورت، محلول پتابسیم‌یدید/ پتابسیم‌یدات (زیربند الف-۲-۱-۲-۳) را تا تغییررنگ به زرد کمرنگ یا محلول پتابسیم‌دی‌کرمات (زیربند الف-۱-۱-۲-۳) را تا تغییر رنگ به سبز متمایل به زرد، تیتر کنید.

الف-۲-۴-۲-۳ نوک بورت و دیواره ارلن را با آب بشویید.

الف-۲-۴-۱-۲-۴ پنج قطره از محلول نشاسته (زیربند ۶-۸) به ارلن اضافه کنید.

الف-۲-۴-۱-۲-۵ افزایش سدیم‌تیوسولفات را قطره‌قطره ادامه دهید تا رنگ محلول پتابسیم‌یدید/ پتابسیم‌یدات به‌طور کامل از بین برود یا محلول پتابسیم‌دی‌کرمات به‌رنگ سبز-آبی درآید.

الف-۲-۴-۱-۲-۶ حجم سدیم‌تیوسولفات مصرفی را با تقریب $۰,۰۲۵\text{ cm}^3$ یادداشت و زیربند الف-۱-۱-۲ را تکرار کنید.

یادآوری - برای کسب حداقل کارایی از یک بورت شیشه‌ای و خواندن با تقریب $۰,۰۲۵\text{ cm}^3$ ، لازم است از یک ذره‌بین کوچک استفاده شود.

الف-۲-۱-۲-۵ غلظت محلول سدیم‌تیوسولفات را با استفاده از معادله (الف-۱) محاسبه کنید :

$$M = \frac{20 \times 0,0394}{T} \quad (\text{الف-۱})$$

که در آن:

M غلظت محلول سدیم تیوسولفات، به mol/dm^3

T حجم سدیم تیوسولفات مصرفی، به cm^3

الف-۱-۲-۶ اگر غلظت به دست آمده (زیربند الف-۵-۱-۲) $0,0394 \text{ mol}/\text{dm}^3$ نباشد، به روش زیر عمل کنید:

در صورت غلیظتر بودن محلول، به ازای هر $1 \text{ mol}/\text{dm}^3$ بیشتر بودن از $0,0394$ ، برای هر dm^3 محلول سدیم تیوسولفات، $2,5 \text{ cm}^3$ آب اضافه کنید و در صورت رقیق‌تر بودن، به ازای هر $0,0001 \text{ mol}/\text{dm}^3$ کمتر بودن از $0,0394$ ، برای هر dm^3 محلول سدیم تیوسولفات، $0,025 \text{ g}$ سدیم تیوسولفات جامد اضافه کنید.

الف-۲-۲ محلول ید، mol/dm^3

استاندارد کردن این محلول را می‌توان با استفاده از محلول استاندارد ثانویه سدیم تیوسولفات (زیربند الف-۱-۳) که مطابق زیربند الف-۲-۱ استاندارد شده، انجام داد.

الف-۲-۲-۱ از محلول سدیم تیوسولفات، به ترتیب زیر استفاده کنید:

الف-۲-۲-۲ 20 cm^3 از محلول ید (زیربند ۶-۶) را با پی‌پت حجمی به یک اrlen 250 cm^3 منتقل کرده، در آن را بیندید و مطابق زیربند الف-۱-۲-۳-۳ یا الف-۱-۲-۴ عمل کنید.

الف-۲-۲-۳ غلظت محلول ید (زیربند ۶-۶) را با استفاده از معادله (الف-۲) محاسبه کنید.

$$M = \frac{0,0394 \times T}{20} \quad (\text{الف-۲})$$

که در آن:

M غلظت محلول ید، به mol/dm^3

T حجم سدیم تیوسولفات مصرفی، به cm^3

الف-۲-۲-۴ اگر غلظت به دست آمده (زیربند الف-۲-۲-۳) $0,02364 \text{ mol}/\text{dm}^3$ نباشد، به روش زیر عمل کنید:

در صورت غلیظتر بودن محلول، به ازای هر $1 \text{ mol}/\text{dm}^3$ بیشتر بودن از $0,02364$ ، برای هر dm^3 محلول ید، $2,1 \text{ cm}^3$ آب اضافه کنید و در صورت رقیق‌تر بودن، به ازای هر $0,0001 \text{ mol}/\text{dm}^3$ کمتر بودن از $0,02364$ ، برای هر dm^3 محلول ید 127 mg جامد، اضافه کنید (می‌توان از محلول ید غلیظتر نیز استفاده کرد).

الف-۳ تعیین مقدار پتاسیم یدید

الف-۳-۱ کلیات

در این روش، مقدار پتاسیم یدید با تبخیر آب و ید تعیین می‌شود. از آن جایی که برای به دست آوردن نتایج صحیح در تعیین عدد جذب ید، غلظت پتاسیم یدید (و ید) بسیار اهمیت دارد، این روش امکان تصدیق غلظت صحیح پتاسیم یدید $57.0 \pm 0.5 \text{ g/l}$ را فراهم می‌کند.

الف-۳-۲ وسایل

الف-۳-۲-۱ بشر، با گنجایش 50 cm^3

الف-۳-۲-۲ دسیکاتور

الف-۳-۲-۳ توزیع کننده تکرار پذیر، با گنجایش 25 cm^3 و تجدیدپذیری $1\% \pm 0.1\%$ و کالیبره شده با صحت $\pm 0.003 \text{ cm}^3$

الف-۳-۲-۴ پیپت، با گنجایش 25 cm^3 ، کلاس A (جایگزین زیربند الف-۳-۲)

الف-۳-۵ هود

الف-۳-۶ اجاق

الف-۳-۷ ترازوی تجزیه‌ای، با حساسیت 0.1 mg

الف-۳-۸ آون، با قابلیت نگهداری دما در ${}^\circ\text{C} (125 \pm 5)$

الف-۳-۳ روش اجرای آزمون

الف-۳-۱-۳ دو عدد بشر (زیربند الف-۳-۱) را به مدت ۱ h درون آون در دمای ${}^\circ\text{C} (125 \pm 5)$ قرار دهید.

الف-۳-۲-۳ بشرها را از آون خارج کنید و به مدت ۳۰ min درون دسیکاتور قرار دهید تاخنک شوند.

الف-۳-۳-۳ بشرها را توزین و وزن آنها را یادداشت کنید (m_1).

الف-۳-۴-۳ درون هریک از بشرها، 25 cm^3 از محلول ید (زیربند ۳-۶) بریزید.

الف-۳-۳-۵ بشرها را روی اجاق، زیر هود، قرار دهید. در دمای کمتر از نقطه جوش حرارت دهید تا آب و ید به آرامی، به صورت بخار، خارج شوند. اگر محلول بیرون ریخت یا جوشید، آنرا دور بریزید و کار را دوباره شروع کنید.

یادآوری- هنگامی که تبخیر نزدیک به کامل شدن است، ماده جامد باقیمانده از قهوه‌ای (ید) به سفید (پتابسیمیدید) تغییر رنگ می‌دهد.

الف-۳-۳-۶ پس از خارج شدن (تبخیر) کامل مایع، بشرها را به مدت ۱ h درون آون در دمای $^{\circ}\text{C}$ (125 ± 5) قرار دهید.

الف-۳-۳-۷ بشرها را از آون خارج کنید و به مدت min ۳۰ درون دسیکاتور قرار دهید تا خنک شوند.

الف-۳-۳-۸ بشرها را همراه مواد جامد باقیمانده، توزین و وزن آن‌ها را یادداشت کنید (m_2).

الف-۳-۴ محاسبه

غلظت پتابسیمیدید را از معادله الف-۳ محاسبه کنید:

$$A = (m_2 - m_1) / 0,025 \quad (\text{الف-۳})$$

که در آن:

A مقدار پتابسیمیدید (KI)، به g/dm^3

m_1 جرم بشر، به g

m_2 جرم بشر و مواد باقیمانده، به g

.dm³ ۰,۰۲۵ نسبت حجم محلول ید به محلول پتابسیمیدید مورد استفاده در آزمون، به

میانگین دو اندازه‌گیری مجزا را با تقریب 10 g/dm^3 گزارش کنید.

پیوست ب

(آگاهی دهنده)

دقت و اریبی^۱ روش آزمون

ب-۱ دقت این روش براساس استاندارد ASTM D 4483 تهیه شده است. برای جزئیات آماری بیشتر به آن استاندارد مراجعه کنید.

ب-۲ یک برنامه دقت بین‌آزمایشگاهی مطابق جدول ب-۱ اجرا شده است. تکرارپذیری و تجدیدپذیری، معرف شرایط آزمون کوتاه‌مدت (روزانه) هستند. آزمون، توسط دو آزمایشگر در هر آزمایشگاه، که آزمون را در دو روز و هر روز یکبار روی هر ماده (کلا ۴ بار)، انجام می‌دهند، اجرا شده است. نتیجه آزمون، مقداری است که از یک اندازه‌گیری منفرد به دست آمده است. مقادیر اختلاف قابل قبول اندازه‌گیری نشده است. اختلاف مربوط به تفاوت آزمایشگرها، در مقادیر محاسبه شده برای r و R لحاظ شده است.

ب-۳ نتایج دقت ارایه شده در این استاندارد، تخمینی از دقت روش آزمون با استفاده از موادی است که در یک برنامه بین‌آزمایشگاهی خاص استفاده شده است. برای این‌که پارامترهای دقت برای پذیرش یا عدم پذیرش آزمون دسته‌ای از مواد، به کار گرفته شوند، باید قابل استفاده بودن آن‌ها برای آن مواد و روش‌های آزمون توافق شده، اثبات شده باشد. مقادیر مناسب را می‌توان از جدول ب-۲ به دست آورد.

جدول ب-۱- اطلاعات برنامه دقت بین آزمایشگاهی SRB8

تعداد آزمایشگاهها (M/H/L)	زمان انجام آزمون	تولیدکننده	نوع	ماده SRB
۶۱ (۰/۲/۱)	۲۰۰۸ مارس	Continental	N326	SRB-8A
۷۱ (۱/۱/۲)	۲۰۱۳ مارس	Continental	N326	SRB-8A2
۶۶ (۱/۲/۲)	۲۰۰۹ ژوئن	Cabot	N134	SRB-8B
۳۹ (۳/۳/۴)	۲۰۱۴ مارس/آوریل	Cabot	N134	SRB-8B2
۶۴ (۱/۲/۵)	۲۰۱۰ سپتامبر	Columbian	HS Tread	SRB-8C
۶۷ (۱/۲/۲)	۲۰۰۹ مارس	Cabot	LS Carcass	SRB-8D
۵۷ (۰/۳/۰)	۲۰۰۸ سپتامبر	Orion	N660	SRB-8E
۶۸ (۱/۱/۰)	۲۰۱۰ مارس	Orion	N683	SRB-8F
۶۰ (۱/۲/۲)	۲۰۱۵ مارس	Orion	N683	SRB-8F2
N/A	۱۹۹۶ نیمه‌دوم	Cancarb	N990	SRB-8G ^a

SRB-8G^a در نیمه دوم سال ۱۹۹۶ با عنوان SRB-5G تولید و تایید شد و از آن زمان در زمرة سری SRB های متداول قرار گرفت. در زمان تولید و تایید این استاندارد، تنها انحراف استاندارد درون آزمایشگاهی (S_{r}) و حدود مربوط به آن براساس ASTM D24 منتشر شد. انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی (S_{R}) هیچ گاه منتشر نشد و از آنجایی که داده‌ها، دیگر در دسترس نیستند، محاسبه و انتشار مقادیر S_{R} و حدود مربوط به آن، امکان‌پذیر نیست. استاندارد G SRB فقط برای NSA, STSA, OAN براساس روش آزمون موجود در سال ۱۹۹۶، مورد آزمون قرار گرفت.

ب-۴ نتایج محاسبات دقت برای این آزمون در جدول ب-۲ ارایه شده‌است. مواد به ترتیب صعودی «سطح میانگین» مرتب شده‌اند.

جدول ب-۲- پارامترهای دقت اندازه گیری عدد جذب ید برای روش‌های الف و ب (دقت نوع ۱)^a

g/kg							یکاهای
(R)	R	S _R	(r)	r	S _r	سطح میانگین	مواد
۳/۳	۴/۸۰	۱/۷۰	۱/۱	۱/۶۱	۰/۵۷	۱۴۶/۳	SRB-8B2
۴/۳	۵/۹۶	۲/۱۱	۱/۴	۱/۹۲	۰/۶۸	۱۳۸/۸	SRB-8C
۴/۰	۵/۴۷	۱/۹۳	۱/۴	۱/۹۱	۰/۶۸	۱۳۵/۶	SRB-8B
۳/۱	۲/۴۹	۰/۸۸	۱/۳	۱/۰۳	۰/۳۶	۸۰/۵	SRB-8A
۴/۸	۳/۷۸	۱/۳۳	۳/۲	۲/۴۹	۰/۸۸	۷۸/۱	SRB-8A2
۴/۵	۱/۶۱	۰/۵۷	۲/۵	۰/۸۹	۰/۳۲	۳۵/۹	SRB-8F
۴/۸	۱/۷۱	۰/۶۰	۲/۵	۰/۹۱	۰/۳۲	۳۵/۸	SRB-8E
۷/۱	۱/۵۵	۰/۵۵	۳/۷	۰/۸۰	۰/۲۸	۲۱/۷	SRB-8D
						۸۴/۱	میانگین
۴/۴	۳/۷۲	۱/۳۲	۱/۶	۱/۳۵	۰/۴۸		مقادیر ادغام شده

^a مقادیر دقتی که ترجیح داده می‌شوند پررنگ شده‌اند.

ب-۵ تکرارپذیری

تکرارپذیری نسبی ادغام شده (r) این روش، ۱/۶٪ است. در صورت لزوم مقادیر دیگر جدول ب-۲ می‌تواند به عنوان تخمینی از تکرارپذیری استفاده شود. در صورت اجرای صحیح و معمول روش، اختلاف بین دو نتیجه آزمون (یا دو اندازه گیری) منفرد که از مواد یکسان، در شرایط تکرارپذیر، به دست می‌آید. به طور متوسط نباید در بیش از یک مورد از هر ۲۰ مورد، از مقدار تکرارپذیری تجاوز کند. اگر دو نتیجه آزمون منفرد، بیش از مقادیر جدول ب-۲ با هم اختلاف داشته باشند، باید مشکوک شد که به جمعیت‌های مختلف تعلق دارند و در مورد آن‌ها اقدام مناسب به عمل آورد.

یادآوری- اقدام مناسب می‌تواند بازرسی روش اجرای آزمون یا وسایل، یا اعلام وجود یک اختلاف فاحش در نمونه‌ها و ... باشد، که منجر به آن دو نتیجه شده‌است.

ب-۶ تجدیدپذیری

تجدیدپذیری نسبی ادغام شده (R) این روش، ۴٪ است. در صورت لزوم مقادیر دیگر جدول ب-۲ می‌تواند به عنوان تخمینی از تجدیدپذیری استفاده شود. در صورت اجرای صحیح و معمول روش، اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل که توسط دو آزمایشگر، در شرایط تجدیدپذیر، در آزمایشگاه‌های مختلف، روی مواد یکسان به دست می‌آید، به طور متوسط نباید در بیش از یک مورد از هر ۲۰ مورد، از مقدار تجدیدپذیری تجاوز کند. اگر دو نتیجه آزمون منفرد، بیش از مقادیر جدول ب-۲ با هم اختلاف داشته باشند، باید مشکوک شد که به جمعیت‌های مختلف تعلق دارند و در مورد آن‌ها اقدامات فنی / اقتصادی یا بازرگانی مناسب به عمل آورد.

ب-۷ اربی

در واژه‌نامه روش آزمون، اربی عبارت از اختلاف بین یک مقدار میانگین حاصل از آزمون و مقدار مرجع (صحیح) است. مقادیر مرجع برای این روش وجود ندارد، زیرا مقدار یا سطح مشخصه مورد آزمون، منحصرًا توسط روش آزمون تعریف شد است. بنابراین اربی نمی‌تواند تعیین شود.