



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standards Organization



استاندارد ملی ایران

۱۲۴۸۲

تجدیدنظر دوم

۱۴۰۲

INSO

12482

2nd Revision

2024

Identical with
ASTM D 1510:
2023

کربن بلک (دوده) - اندازه‌گیری عدد
برجذب ید - روش‌های آزمون

Carbon Black – Determination of
iodine adsorption number –
Test methods



دارای محتوای رنگی

ICS: 83.040.20

استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۴۸۲ (تجدیدنظر دوم): سال ۱۴۰۲

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج - شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@inso.gov.ir

وب‌گاه: <http://www.inso.gov>

Iran National Standards 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@inso.gov.ir

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

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفه تعیین، تدوین، به‌روزرسانی و نشر استانداردهای ملی را بر 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 پیشنهادهای در کمیته ملی 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 علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی 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 (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ 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، اجباری کند. 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 استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های 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 یکاها، 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 of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«کربن بلک (دوده) – اندازه‌گیری عدد برجذب ید – روش‌های آزمون»

رئیس:

سید شالچی، افروز
(دکتری مهندسی پلیمر)

عضو مستقل

دبیر:

بهروزی، سحر
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

کارشناس استاندارد - شرکت صنایع پلاستیک جهاد زمزم

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

امام جمعه‌زاده، سلمان
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

مدیر تکنولوژی - مجتمع صنعتی آرتاویل تاپر

افضلی، اویس
(دکتری سازه)

مدیر تحقیق و توسعه - شرکت رنگدانه سیرجان

بیگدلی‌فر، ام البنین
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

کارشناس آزمایشگاه - شرکت صنایع پلاستیک جهاد زمزم

تحصیلی، محمد
(کارشناسی شیمی کاربردی)

رئیس کنترل کیفیت - شرکت دوده صنعتی کربن سیمرغ

جهان فروغ نادر، میلاد
(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

مدیر فنی - آزمایشگاه آریانام

حسینی‌مهر، سید علی
(کارشناسی ارشد مهندسی صنایع لاستیک)

مدیر واحد کامپاندینگ - شرکت لاستیک دنا

خالقی‌مقدم، ماهرو
(دکتری شیمی آلی)

رئیس کمیته فنی مواد اولیه (از جمله لاتکس) برای استفاده در
صنعت لاستیک (ساختار متناظر TC45) - پژوهشگاه استاندارد

دبیر شاه اویسی، فرانک
(کارشناسی شیمی محض)

دبیر کمیته فنی مواد ترموپلاستیک (ساختار متناظر TC 61 در
ایران) - شرکت صنایع پلاستیک جهاد زمزم

سمت و/یا محل اشتغال:

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

مدیر کنترل کیفیت مواد اولیه- شرکت لاستیک بارز	رحیمی، مهدی (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)
سرپرست آزمایشگاه- لاستیک ایران تایر	سیاهپوش، پریا (کارشناسی مهندسی شیمی)
کارشناس هماهنگی امور تدوین استاندارد - اداره کل استاندارد استان خوزستان	شیرالی، لیلا (کارشناسی ارشد شیمی معدنی)
مدیر کنترل کیفیت- شرکت ویژگان بسپار شرق	شفیعی، شبنم (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)
رئیس کنترل کیفیت- شرکت رنگدانه سیمرغ محلات	صمدزاده مهابادی، حسن (کارشناسی شیمی محض)
مدیر فنی آزمایشگاه - شرکت آبراهه گستر نیشابور	ضابطی، مهسا (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)
کارشناس آزمایشگاه- شرکت آمیزه‌های پویا پلیمری مارون	طباطبایی شمس آبادی، سید محمد (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)
سرپرست کنترل کیفیت- شرکت آمیزه‌های پویا پلیمری مارون	علوی، سیده فاطمه (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)
کارشناس استاندارد- بازنشسته پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران	فرهنگ‌زاده، سلوی (کارشناسی مهندسی شیمی)
کارشناس تحقیق و توسعه- شرکت پویا پلیمر تهران	فقیری، سعید (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)
مسئول پژوهش و فناوری- مرکز تحقیقات صنایع لاستیک	کرامتی، طاهره (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)
مدیر فنی آزمایشگاه- شرکت ماهران ساحل جنوب	کمایی، مجتبی (کارشناسی مهندسی پلیمر)
مدیر کنترل کیفیت- شرکت دوده پارس	کیانی راد، داود (کارشناسی مهندسی شیمی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

گودرزی، هادی

(کارشناسی مهندسی مکانیک)

منصوری، عبدالامیر

(دکتری اقتصاد نفت، گاز، پتروشیمی)

مقبولی، یاسر

(دکتری شیمی آلی)

ملائکه، پدram

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

مشرقی، هانیه

(کارشناسی ارشد مدیریت اجرایی)

محمد پور، مینا

(کارشناسی شیمی محض)

موسی زاده، آرش

(کارشناسی شیمی کاربردی)

هاتف نیا، علی

(کارشناسی مهندسی شیمی)

ویراستار:

فرهنگ زاده، سلوی

(کارشناسی مهندسی شیمی)

سمت و/یا محل اشتغال:

مدیر کنترل کیفیت- شرکت آبان بسیار توسعه

مدیر پروژه های نفت، گاز، پتروشیمی- شرکت رنگدانه سیرجان

رییس توسعه مواد و فرایند- شرکت کویر تایر

مدیر فنی آزمایشگاه- شرکت صنایع پلاستیک جهاد زمزم-

کارخانه مشهد

مدیر کنترل کیفیت- شرکت جهد لوله خراسان

مدیر تضمین کیفیت- شرکت لاستیک بریجستون

مدیر اداره کنترل کیفیت مواد اولیه و آمیزه- شرکت لاستیک بارز

مدیر کنترل و تضمین کیفیت- شرکت صنعتی دوده فام

بازنشسته پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ اهمیت و کاربرد
۲	۵ دستگاه
۴	۶ واکنشگرها و محلول‌ها
۵	۷ استانداردهای محلول‌ها
۸	۸ نرمال کردن با استفاده از مواد مرجع عدد یدی
۹	۹ نمونه‌برداری
۹	۱۰ اندازه‌گیری ید شاهد
۹	۱۰-۱ اندازه‌گیری ید شاهد- روش الف
۱۰	۱۰-۲ اندازه‌گیری ید شاهد- روش ب
۱۲	۱۱ آماده‌سازی نمونه و اندازه‌گیری عدد یدی - روش الف
۱۵	۱۲ آماده‌سازی نمونه و اندازه‌گیری عدد یدی - روش ب
۱۷	۱۳ محاسبات
۱۸	۱۴ گزارش آزمون
۱۸	۱۵ آریبی و دقت
۲۱	پیوست الف (الزامی) تهیه محلول‌ها
۲۷	پیوست ب (الزامی) اندازه‌گیری مقدار پتاسیم یدید

پیش‌گفتار

استاندارد «کربن بلک (دوده) - اندازه‌گیری عدد برجذب ید- روش‌های آزمون» که نخستین بار در سال ۱۳۸۸ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای دومین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یک‌صد و چهل و هفتمین اجلاس هیئت کمیته ملی استاندارد صنایع پلیمر مورخ ۱۴۰۲/۱۰/۳۰ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، 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 مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۴۸۲: سال ۱۳۹۶ می‌شود.

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

ASTM D 1510: 2023, Standard test methods for carbon black – Iodine adsorption number

کربن بلک (دوده) – اندازه‌گیری عدد برجذب ید – روش‌های آزمون

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^۱

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، ارائه دو روش (الف و ب) برای تعیین عدد برجذب ید دوده است.

۱-۱-۱ روش الف، روش آزمون اصلی و روش ب، روش آزمون جایگزین با استفاده از نمونه‌برداری و تیتراژ خودکار است.

۲-۱ نشان داده شده است که عدد برجذب ید دوده با پیرش نمونه کاهش می‌یابد. برای عدد یدی مواد مرجعی تولید شده‌اند که با پیرش نمونه، عدد یدی ثابت نشان می‌دهند. برای اطمینان از اینکه نتایج در محدوده‌های کنترل هر ماده استاندارد باشد، استفاده از یک یا چند ماده مرجع برای پایش‌های روزانه (نمودارهای X) توصیه می‌شود. هنگامی که دستیابی به مقادیر هدف ممکن نباشد، از همه مواد مرجع عدد یدی یک مجموعه استاندارد برای استانداردسازی آزمون ید (به بند ۸ مراجعه شود) استفاده شود.

۳-۱ مقادیر بیان شده برحسب واحدهای SI به‌عنوان استاندارد در نظر گرفته می‌شود. سایر واحدهای اندازه‌گیری مشمول این استاندارد نمی‌شود.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به‌صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند. در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است. استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM D 1799, Practice for carbon black – Sampling packaged shipment

۱- توضیحات تکمیلی در خصوص دامنه کاربرد این استاندارد، در بند اهمیت و کاربرد (به بند ۴ مراجعه شود) ارائه شده است.

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۷۲۷: سال ۱۳۹۳، کربن بلک (دوده) - نمونه برداری از محموله‌های بسته‌بندی شده، با استفاده از استاندارد ASTM D 1799: 2008 تدوین شده است.

2-2 ASTM D 1900, Practice for carbon black — Sampling bulk shipment

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۷۲۴: سال ۱۳۹۳، کربن بلک (دوده) - نمونه برداری از محموله‌های فله، با استفاده از استاندارد ASTM D 1900: 2011 تدوین شده است.

2-3 ASTM D 4483, Practice for evaluating precision for test method standards in the rubber and carbon black manufacturing industries

2-4 ASTM D 4821, Guide for carbon black — Validation of test method precision and bias

2-5 ASTM E 969, Specification for glass volumetric (Transfer) pipets

2-6 ISO/EN/DIN 8655-3, Piston-operated volumetric apparatus — Part 3: Piston buretts

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۵۰۴-۳: سال ۱۳۹۱، ابزارهای حجمی با کارکرد پیستونی - قسمت ۳: بورت‌های پیستونی با استفاده از استاندارد ISO 8655-3: 2002 تدوین شده است.

۳ اصول آزمون

۱-۳ روش آزمون الف، وزن معینی از دوده با بخشی از محلول ید استاندارد مخلوط می‌شود و مخلوط تکان داده شده و سانتیفریوژ می‌شود. سپس ید اضافی با بخشی از محلول استاندارد سدیم تیوسولفات تیترا شده و مقدار ید بر جذب شده به صورت کسری از جرم کل دوده بیان می‌شود.

۲-۳ روش آزمون ب، وزن معینی از دوده با استفاده از نمونه بردار خودکار با بخشی از محلول ید استاندارد مخلوط می‌شود که در آن مخلوط هم‌زده شده، ته‌نشین شده و برای تیترا کردن خودکار تقسیم می‌شود. ید اضافی با محلول استاندارد سدیم تیوسولفات تیترا می‌شود و مقدار ید بر جذب شده به صورت کسری از جرم کل دوده بیان می‌شود.

۴ اهمیت و کاربرد

۱-۴ عدد بر جذب ید در تعیین مشخصه‌های دوده‌ها مفید است. این عدد به مساحت سطح دوده‌ها وابسته است و به‌طور کلی با مساحت سطح تعیین شده بر اساس بر جذب نیتروژن مطابقت دارد. وجود مواد فرار، تخلخل سطح یا مواد قابل استخراج بر عدد بر جذب ید اثرگذار است. همچنین پیرش دوده می‌تواند بر عدد یدی اثر بگذارد.

۵ دستگاه

۱-۵ ظروف شیشه‌ای، شفاف در برابر نور با درپوش پلی‌اتیلنی و گنجایش 45 cm^3 .

۲-۵ آون خشک کن همرفت گرانشی، با قابلیت تثبیت دما در $(5 \pm 125)^\circ\text{C}$.

۳-۵ بورت، یکی از انواع زیر ممکن است استفاده شود:

۱-۳-۵ بورت رقمی، با گنجایش 25-cm^3 ، با شمارنده افزایشی 0.01 cm^3 و کنترل تنظیم مجدد صفر یا

۲-۳-۵ بورت شیشه‌ای، کلاس A با گنجایش 25-cm^3 دارای بازوی جانبی پرکردن، درجه بندی 0.05 cm^3 و صفر خودکار.

۴-۵ توزیع کننده تکرارپذیر^۱، با گنجایش 25-cm^3 ، تجدیدپذیری $\pm 0.1\%$ و کالیبره شده با درستی $\pm 0.03\text{ cm}^3$.

۵-۵ ترازوی تجزیه‌ای، با حساسیت 0.1 mg .

۶-۵ سانتریفوژ، با سرعت حداقل 105 rad/s (1000 r/min).

۷-۵ بالن حجمی، با گنجایش 2000-cm^3 ، دارای درپوش مخروطی استاندارد.

۸-۵ قیف، با قطر بزرگ و اتصال مخروطی استاندارد متناسب با بالن 2000-cm^3 .

۹-۵ بطری شیشه‌ای تیره، با گنجایش 2000-cm^3 و درپوش مخروطی استاندارد.

۱۰-۵ پارچ^۲ شیشه‌ای، با گنجایش تقریبی 20-dm^3 .

۱۱-۵ همزن، با ابعاد تقریبی $300\text{ mm} \times 300\text{ mm}$ برای مخلوط کردن.

۱۲-۵ همزن، با ابعاد تقریبی $100\text{ mm} \times 100\text{ mm}$ برای تیتراژ کردن.

۱۳-۵ خشکانه^۳.

۱۴-۵ ظروف شیشه‌ای متفرقه کلاس A و تجهیزات مورد نیاز انجام آزمون طبق آنچه که درج شده است.

۱۵-۵ تکان دهنده مکانیکی، با حداقل طول ضربه^۴ 2.5 cm و حداقل دامنه حرکت 240 stroke/min .

۱۶-۵ تیتراژ کننده خودکار.

1- Repetitive dispenser
2- Jug
3- Desiccator
4- Stroke length

۵-۱۷ الکتروود اکسایش-کاهش، ترکیب الکتروود حلقه‌ای پلاتینی با یک الکتروود مرجع $\text{Ag}/\text{AgCl}/\text{KCl}$ و خمیر سرامیکی.

۵-۱۸ بالن حجمی، با گنجایش 500 cm^3 دارای درپوش مخروطی استاندارد.

۵-۱۹ ارلن، با گنجایش 250 cm^3 دارای درپوش شیشه‌ای سمباده‌ای.

۵-۲۰ دستگاه نمونه‌برداری و تیتراژ خودکار نمونه مجهز به صافی دفع‌شدنی^۱.

۶ واکنشگرها و محلول‌ها

۶-۱ خلوص واکنشگرها، به جز موارد ذکر شده، کلیه مواد شیمیایی باید دارای خلوص تجزیه‌ای باشند.

۶-۲ عمر نگهداری، محلول ید هنگامی که به شکل مناسبی در ظروف شیشه‌ای، به عنوان مثال بطری شیشه‌ای کهربایی، بدون هوا و دور از نور در دمای $(30-15)^\circ\text{C}$ ذخیره می‌شود، به مدت یکسال پایدار است. محلول سدیم تیوسولفات هنگامی که در ظرف بدون هوا نگهداری می‌شود به مدت یکسال پایدار است.

۶-۳ آماده‌سازی محلول‌های فهرست‌شده در زیر در پیوست الف شرح داده شده است. پیش‌مخلوط محلول ید (0.04728 N) 0.02364 mol/dm^3 و سدیم تیوسولفات (0.0394 N) 0.0394 mol/dm^3 را می‌توان به‌طور تجاری تهیه کرد. توصیه می‌شود، پیش از استفاده از محلول‌های پیش‌مخلوط، نرمالیت آن تصدیق شود.

۶-۴ محلول ید، (0.04728 N) 0.02364 mol/dm^3 $c(\text{I}_2)=0.02364 \text{ mol/dm}^3$ دارای 57.0 g/dm^3 پتاسیم یدید.

۶-۵ محلول پتاسیم یدات، (0.0394 N) 0.0657 mol/dm^3 $c(\text{KIO}_3)=0.0657 \text{ mol/dm}^3$ دارای 45.0 g/dm^3 پتاسیم یدید.

۶-۶ محلول پتاسیم دی‌کرومات، (0.0394 N) 0.06567 mol/cm^3 $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.06567 \text{ mol/cm}^3$ دارای 1.932 g/dm^3 پتاسیم دی‌کرومات (استاندارد اولیه گواهی‌شده/قابل ردیابی).

هشدار - پتاسیم دی‌کرومات سرطان‌زا است.

۶-۷ محلول سدیم تیوسولفات، (0.0394 N) 0.0394 mol/dm^3 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.0394 \text{ mol/dm}^3$ دارای $5 \text{ cm}^3/\text{dm}^3$ آمیل الکل نرمال.

یادآوری - استفاده از محلول سدیم تیوسولفات 0.05 N به جای محلول سدیم تیوسولفات 0.0394 N مجاز است، مشروط به این‌که غلظت واقعی در محاسبات استفاده شود. در این مورد، نتیجه شاهد در زیربندهای ۱۰-۱ یا ۱۰-۲-۱۰ بر این اساس تغییر خواهد کرد.

۸-۶ محلول سولفوریک اسید، ۱۰٪.

۹-۶ محلول نشاسته حل‌پذیر، ۱٪ دارای 0.2 g/dm^3 سالیسیلیک اسید.

۱۰-۶ آب یون‌زدوده.

۷ استانداردهای محلول‌ها

۱-۷ سدیم تیوسولفات، (± 0.0008) (0.394 N) (0.394 mol/dm^3):

۱-۱-۷ پتاسیم دی‌کرومات را به شرح زیر استفاده کنید:

۱-۱-۱-۷ تقریباً 20 cm^3 محلول ۱۰٪ پتاسیم یدید (به بند الف-۴ مراجعه شود) را با یک استوانه مدرج کوچک اندازه‌گیری و به ارلن 250 cm^3 دارای درپوش شیشه‌ای سمباده‌ای منتقل کنید.

۲-۱-۱-۷ حدود 20 cm^3 محلول ۱۰٪ سولفوریک اسید (به بند الف-۵ مراجعه شود) را با یک استوانه مدرج کوچک اندازه‌گیری و به ارلن حاوی محلول پتاسیم یدید اضافه کنید. مخلوط باید بی‌رنگ بماند. یادآوری - اگر رنگ زرد ایجاد شد، این محلول پتاسیم یدید را دور بریزید.

۳-۱-۱-۷ با استفاده از یک پیپت، 20 cm^3 محلول استاندارد (0.394 N) (0.06567 mol/dm^3) پتاسیم دی‌کرومات (به بند الف-۸ مراجعه شود) را به ارلن 250 cm^3 منتقل کنید. درپوش را بگذارید، بچرخانید و به مدت ۱۵ min در محل تاریک قرار دهید.

۴-۱-۱-۷ محتویات ارلن حاوی ید را با محلول سدیم تیوسولفات جدید مطابق با زیر بند ۳-۱-۷ یا ۴-۱-۷ تیترا کنید.

۲-۱-۷ محلول پتاسیم یدید/یدات را به صورت زیر استفاده کنید:

۱-۲-۱-۷ دقیقاً 20 cm^3 از محلول پتاسیم یدید/یدات (0.394 N) (0.0657 mol/dm^3) را با پیپت به ارلن 250 cm^3 منتقل کنید.

۲-۲-۱-۷ تقریباً 5 cm^3 محلول ۱۰٪ سولفوریک اسید را با یک استوانه مدرج کوچک اندازه‌گیری و به ارلن حاوی محلول پتاسیم یدید/یدات اضافه کنید.

۳-۲-۱-۷ بلافاصله درب ارلن را ببندید و کاملاً مخلوط کنید.

۴-۲-۱-۷ محتویات ارلن حاوی ید را با محلول سدیم تیوسولفات جدید مطابق با زیر بند ۳-۱-۷ یا ۴-۱-۷ تیترا کنید.

کنید.

۳-۱-۷ بورت دیجیتالی:

۱-۳-۱-۷ بورت دیجیتالی را در حالت پرکردن قرار دهید، مخزن را با محلول سدیم تیوسولفات استاندارد نشده پر کنید و لوله‌های ورودی و تخلیه را شست‌وشو دهید.

۲-۳-۱-۷ بورت را در حالت تیتراژ قرار دهید و شمارنده را صفر کنید.

۳-۳-۱-۷ سدیم تیوسولفات را تا تغییر رنگ محتویات ارلن به زرد کم‌رنگ (پتاسیم یدات) یا سبز مایل به زرد کم‌رنگ (پتاسیم دی کرومات) اضافه کنید. نوک بورت و دیواره‌های ارلن را با آب شست‌وشو دهید.

۴-۳-۱-۷ پنج قطره از محلول نشاسته را به ارلن اضافه کنید.

۵-۳-۱-۷ افزودن سدیم تیوسولفات را قطره قطره ادامه دهید تا رنگ آبی یا آبی-بنفش محلول تقریباً ناپدید شود.

۶-۳-۱-۷ سر ارلن و دیواره‌های آن را بشویید. سپس شمارنده را با افزایش 0.1 cm^3 جلو ببرید. این ترتیب را تا نقطه پایانی که محلول بی‌رنگ (پتاسیم یدات) یا سبز دریایی (پتاسیم دی کرومات) می‌شود، ادامه دهید.

۷-۳-۱-۷ مقدار تیتراژ (سدیم تیوسولفات مصرفی) را ثبت کنید و زیربند ۱-۱-۷ یا ۲-۱-۷ را دوباره برای تعیین مجدد، انجام دهید.

۸-۳-۱-۷ نرمالیت محلول سدیم تیوسولفات را مطابق با زیربند ۵-۱-۷ محاسبه کنید و مطابق با زیربند ۶-۱-۷ ادامه دهید. اگر تیتراژ برای استاندارد کردن محلول ید مطابق با زیربند ۲-۷ انجام شود، نرمالیت محلول ید را مطابق با زیربند ۲-۱-۲-۷ محاسبه کنید و مطابق با زیربند ۳-۱-۲-۷ ادامه دهید.

۴-۱-۷ بورت شیشه‌ای

۱-۴-۱-۷ یک بورت شیشه‌ای معمولی را با محلول سدیم تیوسولفات استاندارد نشده پر کنید و 2 cm^3 تا 3 cm^3 از محلول را از نوک آن خالی کنید.

۲-۴-۱-۷ سطح محلول را با نشانه صفر بورت تنظیم کنید و محلول ید را تا ظاهر شدن زرد کم‌رنگ (پتاسیم یدات) یا سبز مایل به زرد کم‌رنگ (پتاسیم دی کرومات) تیتراژ کنید.

۳-۴-۱-۷ نوک بورت و دیواره‌های ارلن را با آب شست‌وشو دهید.

استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۴۸۲ (تجدیدنظر دوم): سال ۱۴۰۲

۷-۴-۱-۴ پنج قطره از محلول نشاسته را به ارلن اضافه کنید.

۷-۴-۱-۵ افزودن قطره قطره سدیم تیوسولفات را تا نقطه پایانی که محلول بی‌رنگ (پتاسیم یدات) یا سبز دریایی (پتاسیم دی کرومات) می‌شود، ادامه دهید.

۷-۴-۱-۶ مقدار تیتروکدن (سدیم تیوسولفات مصرفی) را با تقریب 0.1025 cm^3 ثبت کنید و زیربند ۷-۱-۱ یا ۷-۱-۲ را دوباره برای تعیین مجدد، انجام دهید.

یادآوری- برای دستیابی به حداکثر کارایی بورت شیشه‌ای، لازم است از ذره‌بین کوچکی استفاده و خواندن با تقریب 0.1025 cm^3 انجام شود.

۷-۴-۱-۷ نرمالیده محلول سدیم تیوسولفات را مطابق با زیربند ۷-۱-۵ محاسبه کنید و مطابق با زیربند ۷-۱-۶ ادامه دهید. اگر تیتروکدن برای استاندارد کردن محلول ید مطابق با زیربند ۷-۲ انجام شود، غلظت محلول ید مطابق با زیربند ۷-۲-۱-۲ محاسبه کنید و مطابق با زیربند ۷-۲-۳ ادامه دهید.

۷-۱-۵ نرمالیده محلول سدیم تیوسولفات را با استفاده از فرمول ۱ محاسبه کنید:

$$N=20(0.0394)/T \quad (1)$$

که در آن:

N نرمالیده محلول سدیم تیوسولفات؛ و

T حجم سدیم تیوسولفات مصرفی بر حسب cm^3 است.

۷-۱-۶ اگر نرمالیده به دست آمده با 0.10394 برابر نباشد، به روش زیر عمل کنید: اگر محلول خیلی غلیظ باشد، به ازای هر 0.10001 N بیش از 0.10394 به هر dm^3 محلول سدیم تیوسولفات، 2.5 cm^3 آب اضافه کنید. اگر محلول بسیار رقیق باشد، به ازای هر 0.10001 N کمتر از 0.10394 به هر dm^3 محلول سدیم تیوسولفات، 0.1025 g تیوسولفات جامد اضافه کنید.

۷-۲ محلول ید (± 0.10003)، 0.104728 N ، استاندارد کردن این محلول را می‌توان با استفاده از محلول استاندارد ثانویه سدیم تیوسولفات که مطابق با زیربند ۷-۱ استاندارد شده، انجام داد (به بند الف-۳ مراجعه شود).

۷-۲-۱ از محلول سدیم تیوسولفات به صورت زیر استفاده کنید:

۷-۲-۱-۱ دقیقاً 20 cm^3 از محلول ید را با پیپت به یک ارلن 250 cm^3 منتقل کنید و درب آن را ببندید. مطابق با زیربند ۷-۱-۳ یا ۷-۱-۴ ادامه دهید.

۷-۲-۱-۲ نرمالیده محلول ید را با استفاده از فرمول ۲ محاسبه کنید:

$$N = (0.0394) T/20 \quad (۲)$$

که در آن:

N نرمالیتة محلول ید؛ و

T حجم سدیم تیوسولفات مصرفی بر حسب cm^3 است.

۷-۲-۱-۳ اگر نرمالیتة به دست آمده با 0.04728 N برابر نباشد، محلول را به صورت زیر تنظیم کنید: اگر محلول خیلی غلیظ باشد، به ازای هر 0.0001 N بیش از 0.04728 به هر dm^3 محلول ید، 2.1 cm^3 آب اضافه کنید. اگر محلول بسیار رقیق باشد، به ازای هر 0.0001 N کمتر از 0.04728 به هر dm^3 محلول ید، 12.7 mg ید جامد اضافه کنید (از محلول ید غلیظتر نیز می توان استفاده کرد).

۸ نرمال کردن با استفاده از مواد مرجع عدد یدی

۸-۱ مواد مرجع SRB HT (که پیش تر به عنوان استانداردهای ید SRB HT شناخته می شدند) دیگر به طور تجاری دسترس پذیر نیستند، اما ممکن است هنوز در برخی آزمایشگاهها به کار برده شوند. یک بهر^۱ جدید با همان فرایند مواد مرجع SRB HT تهیه و به عنوان استاندارد عدد ید^۲ (INR) شناسه گذاری شد تا با پروتکل نام گذاری مواد مرجع D24 سازگار باشد. هر یک از مواد مرجع SRB HT و INR مجموعه ای از سه ماده با مقادیر مرجع متفاوت هستند. سه ماده از مواد مرجع SRB HT یا INR باید با هم برای نرمال سازی استفاده شوند. با موادی از هر دو مجموعه نرمال سازی نکنید.

۸-۲ هنگامی که آزمایشگاه نتواند مقادیر هدف را برای هر سه ماده مرجع SRB HT یا INR در محدوده کنترل تعیین شده به دست آورد، کاربر باید توصیه های ارائه شده در استاندارد ASTM D 4821 را به کار گیرد. اگر هر یک از سه ماده مرجع SRB HT یا INR همچنان خارج از محدوده کنترل قابل قبول باشد، باید تمام نتایج آزمون مطابق با روش توصیف شده در زیربندهای ۸-۳ تا ۸-۶، نرمال شوند.

۸-۳ هر یک از سه ماده مرجع SRB HT یا INR را چهار بار آزمون کنید.

۸-۴ تجزیه و تحلیل رگرسیون را با استفاده از مقدار هدف مواد مرجع SRB HT یا INR (مقدار y) و مقدار اندازه گیری شده تکی (مقدار x) انجام دهید.

۸-۵ مقادیر همه نتایج آزمون های متوالی را با استفاده از فرمول رگرسیون ۳ نرمال کنید:

$$\text{مقدار نرمال شده} = (x \times s) + (y - y_a) \quad (۳)$$

1- Lot

2- Iodine Number Reference

که در آن:

x مقدار اندازه‌گیری شده؛

s شیب منحنی کالیبره کردن؛

y مقدار استاندارد؛

y_a عرض از مبدأ.

۶-۸ به‌جای رسم منحنی، می‌توان جدولی از اعداد را براساس معادله رگرسیون برای یافتن مطابقت بین مقدار اندازه‌گیری شده و مقدار نرمال شده تهیه کرد.

۷-۸ در صورت به‌کارگیری وسایل جدید یا بهر جدید محلول ید یا سدیم تیوسولفات یا هر دو، نیاز به نرمال کردن را دوباره ارزیابی کنید.

۹ نمونه‌برداری

نمونه‌برداری باید مطابق با استانداردهای ASTM D1799 و ASTM D1900 انجام شود.

۱۰ اندازه‌گیری ید شاهد

۱-۱۰ اندازه‌گیری ید شاهد—روش الف

۱-۱-۱۰ برای اندازه‌گیری ید شاهد، 20 cm^3 از محلول ید (0.04728 N) (0.02364 mol/dm^3) را با پپیت یا 25 cm^3 از این محلول را با توزیع‌کننده به ارلن‌مایر 125 cm^3 منتقل کنید و با محلول سدیم تیوسولفات (0.0394 N) (0.0394 mol/dm^3) مطابق با زیربندهای ۱-۱۰-۱۱، ۱-۱۰-۱۱ یا ۳-۱۰-۱۱ تیترا کنید.

۲-۱-۱۰ برای استفاده در فرمول (۵) (زیربند ۱-۱۳)، حجم سدیم تیوسولفات مصرفی برای تیترا کردن 25 cm^3 محلول شاهد، باید در 0.8 ضرب شود.

۳-۱-۱۰ اندازه‌گیری شاهد را تکرار کنید و از میانگین دو نتیجه در محاسبات استفاده کنید.

یادآوری- تکرار اندازه‌گیری شاهد یکبار در روز کافی است، مگر اینکه در طول روز از محلول‌های جدید استفاده شود.

۴-۱-۱۰ اگر نرمالیت هر دو محلول در محدوده قابل‌قبول باشد، حجم محلول شاهد $(24.00 \pm 0.09) \text{ cm}^3$ خواهد بود. در غیر این صورت توصیه می‌شود، نرمالیت یک یا هر دو محلول باید دوباره بررسی شود. اگر پس از بررسی مجدد محلول‌ها نرمالیت‌ها همچنان خارج از محدوده قابل‌قبول باشند، برای تنظیم محلول ید به زیربند ۳-۱-۲-۷ مراجعه شود. رواداری‌های محلول شاهد در جدول ۱ ارائه شده است.

۱-۱-۱۰ رواداری محلول شاهد برای حجم 20 cm^3 محلول ید به صورت مجموع (۱) انحراف حجم تیتراژ کردن برای تغییرات قابل قبول در غلظت‌های هردو محلول ید و سدیم تیوسولفات و (۲) رواداری توزیع‌کننده برای پیپت 20 cm^3 کلاس A تعریف می‌شود.

۱-۱-۱۰ انحراف محلول بر اساس حداکثر تغییر غلظت محلول تعریف‌شده در زیربندهای ۱-۷ و ۲-۷ است. رواداری‌های پیپت‌های حجمی کلاس A از ویژگی‌های استاندارد ASTM E 969 است.

جدول ۱- رواداری اجزای شاهد

رواداری شاهد (cm^3)	رواداری توزیع‌کننده (cm^3)	انحراف‌های محلول (cm^3)	حجم شاهد (cm^3)
± 0.09	± 0.03	± 0.060	۲۰.۰۰

۱-۲-۱۰ اندازه‌گیری ید شاهد—روش ب

۱-۲-۱۰ برای اندازه‌گیری ید شاهد، یک میله همزن مغناطیسی را درون یک بشر خالی قرار دهید و بشر را در دستگاه نمونه‌برداری و تیتراژ کردن خودکار نمونه بگذارید.

۱-۲-۲-۱۰ دستگاه نمونه‌برداری و تیتراژ کردن خودکار نمونه را به کار اندازید.

۱-۲-۳-۱۰ حجم مناسبی از محلول ید (0.04728 N) 0.02364 mol/dm^3 را به بشر منتقل کنید. آزمون شاهد را مانند نمونه مطابق با بند ۱۲ انجام دهید.

یادآوری- برای مخلوط‌شدن مناسب محلول در بشرهای با اندازه‌های متفاوت، مطمئن شوید که میله همزن کف بشر را پوشش دهد.

۱-۲-۴-۱۰ پیش از افزودن حجم نهایی محلول برای تیتراژ کردن، باید اقدامات لازم برای اطمینان از پاک‌سازی کافی کل سامانه انجام شود (به یادآوری مراجعه شود).

یادآوری- نمونه‌ای از پاک‌سازی کافی سامانه با دو بار شست‌وشو با محلول شاهد و به دنبال آن شست‌وشو با آب مقطر حاصل می‌شود. این کار می‌تواند به روش زیر انجام شود: (۱) وسیله دزبندی^۱ مجهز به صافی دفع‌شدنی را با قسمتی از محلول شاهد بشر پر کنید. کل محلول را درون ظرف تیتراژ کردن توزیع و به ظرف پساب پمپ کنید؛ (۲) مرحله پیشین را دوباره تکرار کنید و وسیله دزبندی را با قسمت نهایی محلول شاهد پر کنید (توصیه می‌شود این بخش مقداری اضافه باشد تا برای خروج حباب‌های هوا استفاده شود که ممکن است طی دو مرحله قبلی ایجاد شده باشد- حجم بخش استفاده‌شده برای تیتراژ کردن به ترجیح کاربر بستگی دارد (7 cm^3 تا 20 cm^3 رضایت‌بخش بوده است)؛ (۳) مقدار کمی از محلول شاهد را به ظرف واکنش منتقل کنید، مطمئن شوید که مقدار کافی از محلول شاهد برای تیتراژ کردن در وسیله دزبندی باقی‌مانده است و (۴) ظرف واکنش (تیتراژ کردن) را با آب مقطر و پمپ کردن پساب بشویید.

۱-۲-۵-۱۰ قسمت نهایی محلول شاهد را به ظرف واکنش منتقل کنید و دیواره‌های ظرف، همزن و الکتروود اکسایش-

کاهش را با آب مقطر شست و شو دهید تا مطمئن شوید پاشیده شده روی آن‌ها به درون مخلوط شسته شود.

۱۰-۲-۶ محلول ید را به‌طور خودکار با سدیم تیوسولفات (۰,۰۳۹۴ N) (۰,۰۳۹۴ mol/dm³) تیترا کنید.

۱۰-۲-۷ اندازه‌گیری‌های شاهد را تکرار کنید. برای محاسبات از میانگین دو اندازه‌گیری استفاده شود.

۱۰-۲-۸ اندازه‌گیری‌های شاهد، به‌ویژه هنگامی که بهرهای کوچک محلول در آزمایشگاه تهیه می‌شود، می‌تواند روزانه انجام شود. در عوض، برای بهرهای بزرگ محلول که خریداری می‌شوند و در مواردی که از معیارهای کافی برای پایش آزمون مانند کاربرد روزانه x-chart استانداردهای HT یا INR استفاده می‌شود، می‌توان شاهد‌ها را یک بار برای هر بهر محلول یا سایر برنامه‌های تعیین‌شده اندازه‌گیری کرد.

یادآوری ۱- برای شاهد‌های روزانه، لازم است در هر روز فقط دو اندازه‌گیری انجام شود، مگر اینکه در طول روز محلول‌های جدید استفاده شوند.

یادآوری ۲- هنگامی که صافی ذرات تعویض می‌شود، باید اندازه‌گیری‌های کافی برای اشیاع آن با محلول ید انجام شود. به‌عنوان مثالی از اندازه‌گیری کافی رضایت‌بخش شامل اجرای حداقل پنج شاهد است. از مقادیر چهارم و پنجم به‌عنوان مقدار نهایی شاهد، میانگین گرفته می‌شود و از میانگین این دو در محاسبات استفاده می‌شود. اگر صافی تعویض نشده باشد، میانگین مقادیر شاهد اول و دوم را در محاسبات به‌کار برید.

۱۰-۲-۹ رواداری‌های شاهد برای حجم‌های مختلف محلول ید در جدول ۲ ارائه شده است. رواداری شاهد به صورت مجموع (۱) انحراف حجم تیترا کردن برای تغییر قابل‌قبول نرمالیت‌های هر دو محلول سدیم تیوسولفات و ید (۲) رواداری توزیع‌کننده برای دستگاه حجمی پیستونی تعریف می‌شود.

۱۰-۲-۱۰ رواداری شاهد می‌تواند با استفاده از فرمول خطی ۴ محاسبه شود:

$$Y = 0.0056x + 0.0059 \quad (۴)$$

که در آن:

Y رواداری \pm

x حجم بخش محلول برحسب cm³ است.

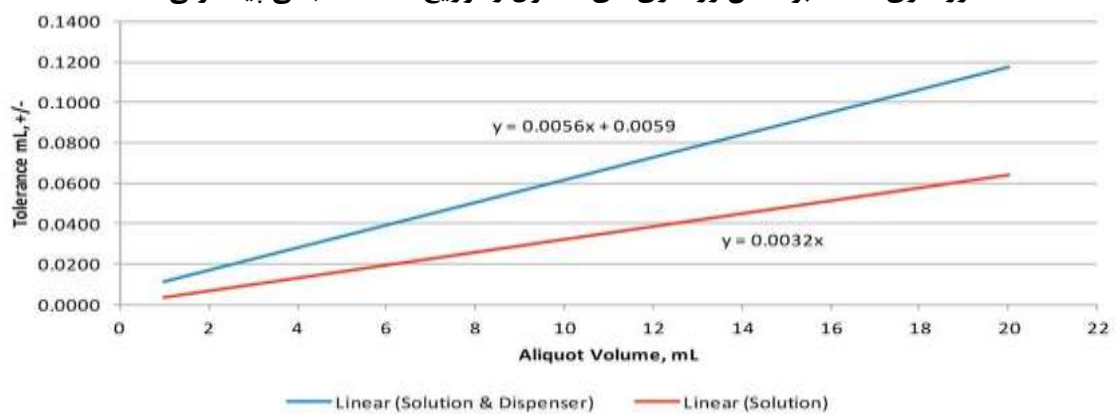
۱۰-۲-۱۱ رواداری‌های شاهد برای روش ب نیز در شکل ۱ نشان داده شده است. تابع انحراف محلول به‌تنهایی و تابع انحراف محلول به‌علاوه رواداری توزیع‌کننده، برای رجوع گنجانده شده است.

۱۰-۲-۱۲ انحراف محلول براساس حداکثر تغییرات نرمالیت‌های محلول بوده که در زیربندهای ۱-۷ و ۲-۷ تعریف شده است. رواداری‌ها برای وسایل حجمی پیستونی در استاندارد ISO/EN/DIN 8655-3 آمده است.

جدول ۲- رواداری‌های شاهد

رواداری شاهد (cm ³)	رواداری توزیع‌کننده، روش ب (cm ³)	انحراف‌های محلول، روش الف (cm ³)	حجم شاهد (cm ³)
±۰٫۱۱۸	±۰٫۰۵۴	±۰٫۰۶۴	۲۰٫۰۰
±۰٫۰۵۹	±۰٫۰۲۷	±۰٫۰۳۲	۱۰٫۰۰
±۰٫۰۴۳	±۰٫۰۲۴	±۰٫۰۱۹	۶٫۰۰
±۰٫۰۱۰	±۰٫۰۰۷	±۰٫۰۰۳	۱٫۰۰

رواداری شاهد براساس رواداری‌های محلول و توزیع‌کننده حجمی پیستونی



شکل ۱- رواداری‌های شاهد به‌عنوان تابعی از کسر حجمی از محلول، برای روش ب

۱۱ آماده‌سازی نمونه و اندازه‌گیری عدد یدی- روش الف

۱-۱۱ مقدار کافی از نمونه دوده را درون یک ظرف سرباز با ابعاد مناسب بریزید به‌گونه‌ای که عمق دوده حداکثر ۱۰ mm باشد و آن را در یک آون همرفت گرانشی به مدت ۱ h در دمای ۱۲۵ °C خشک کنید. نمونه را پیش از استفاده تا دمای محیط در خشکانه سرد کنید.

۲-۱۱ جرم نمونه خشک‌شده را در ویال^۱ شیشه‌ای مطابق جدول ۳ وزن کنید. تمام جرم‌ها باید برای اعداد یدی بین ۰ تا ۵۲۰٫۹ با تقریب ۰٫۰۰۱ g و برای اعداد یدی ۵۲۱٫۰ و بیشتر با تقریب ۰٫۰۰۱ g توزین شوند.

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

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

۱۱-۳ از جرم نمونه تعیین شده با عدد یدی مورد انتظار استفاده کنید. اگر نتیجه بالاتر یا پایین‌تر از گستره نشان داده شده برای آن اندازه نمونه باشد، آزمون را با استفاده از جرم نمونه مشخص شده در زیربند ۱۱-۲ برای گستره‌ای که در آن قرار گرفته است، تکرار کنید.

یادآوری- توصیه می‌شود دوده غیرساجمه‌ای و پودری پیش از خشک کردن و توزین، فشرده شوند.

۱۱-۴ جدول جرم نمونه ارائه شده در زیربند ۱۱-۲ (مطابق با جدول ۳) به 25 cm^3 محلول ید زیربند ۱۱-۵ مربوط است. حجم‌های متفاوت محلول ید و جرم‌های نمونه فقط در صورتی مجاز است که نسبت محلول ید به جرم نمونه، همان مقادیر ارائه شده در جدول ۳ باشد. جرم نمونه باید حداکثر $1/000 \text{ g}$ نگه داشته شود. اگر جرم نمونه و حجم متناظر محلول ید مربوط افزایش یابد، بهتر است یک ویال شیشه‌ای با حجم حداقل دو برابر مقدار محلول ید به کاررفته در آزمون استفاده شود تا تکان دادن مؤثر امکان پذیر باشد.

۱۱-۵ 25 cm^3 از محلول ید ($0/04728 \text{ N}$) $0/02364 \text{ mol/dm}^3$ را با پیپت (یا توزیع کننده تکرارپذیر کالیبره شده) به ویال شیشه‌ای حاوی نمونه منتقل کنید و بلافاصله درب آن را ببندید.

۱۱-۶ ویال را در تکان دهنده مکانیکی محکم کنید و مدت 1 min با حداقل 240 strokes/min تکان دهید.

۱۱-۷ دوده ساجمه‌ای را به مدت 1 min و دوده شل (غیرساجمه‌ای) را به مدت 3 min بلافاصله سانتریفوژ کنید.

یادآوری- اطمینان یابید که دوده از محلول ید جدا شده باشد، به گونه‌ای که محلول ید کافی بدون دوده برای تیتراژ کردن در دسترس باشد. در صورتی که هنوز ذرات دوده در محلول یدی که تیتراژ می‌شود، قابل رؤیت باشند، آماده سازی نمونه را دوباره تکرار کنید و سرعت سانتریفوژ را افزایش دهید.

۱۱-۸ بلافاصله تخلیه کنید. اگر بیش از یک نمونه تجزیه می‌شود، توصیه می‌شود درون ارلن‌های کوچک یا ویال‌های تمیز و خشک تخلیه شوند و بلافاصله درب ویال‌ها بسته شود.

۱۱-۹ 20 cm^3 از محلول را با استفاده از پیپت، به ارلن‌مایر 250 cm^3 انتقال دهید و با محلول سدیم تیوسولفات استاندارد ($0/0394 \text{ N}$) $0/06567 \text{ mol/dm}^3$ به وسیله بورت شیشه‌ای یا دیجیتالی شرح داده شده در

زیربند ۱۱-۱۰ تیترا کنید.

۱۱-۱۰ تیترا کردن محلول ید

۱۱-۱۰-۱ تیترا کردن با استفاده از بورت دیجیتالی

۱۱-۱۰-۱-۱ بورت دیجیتالی را در حالت پرا کردن قرار دهید، مخزن بورت را پرا کنید و لوله‌های ورودی و تخلیه را شست‌وشو دهید.

۱۱-۱۰-۱-۲ بورت را در حالت تیترا کردن قرار دهید، شمارنده را صفر کرده و نوک بورت را با دستمال کاغذی تمیز کنید.

۱۱-۱۰-۱-۳ سدیم تیوسولفات را تا تغییر رنگ محتویات ارلن به زرد کم‌رنگ، اضافه کنید. نوک بورت و دیواره‌های ارلن را با آب شست‌وشو دهید.

۱۱-۱۰-۱-۴ پنج قطره از محلول نشاسته را به ارلن اضافه کنید.

۱۱-۱۰-۱-۵ افزودن قطره‌قطره سدیم تیوسولفات را ادامه دهید تا رنگ آبی یا آبی-بنفش محلول تقریباً ناپدید شود.

۱۱-۱۰-۱-۶ نوک ارلن و دیواره‌های آن را با آب بشوید، سپس شمارنده را با افزایش 0.1 cm^3 جلو ببرید. این ترتیب را تا رسیدن به نقطه پایانی ادامه دهید که با بی‌رنگ شدن محلول نشان داده می‌شود.

۱۱-۱۰-۱-۷ حجم خوانده شده بورت را با تقریب 0.1 cm^3 ثبت کنید.

۱۱-۱۰-۲ استفاده از بورت شیشه‌ای معمولی

۱۱-۱۰-۲-۱ هر قطره چسبیده روی نوک بورت را با تماس ملایم نوک بورت با دیواره یک ارلن تمیز پاک کنید. ممکن است پیش از تیترا کردن، می‌توان چند بار از این کار برای حذف قطره‌های بیشتر استفاده کرد. سدیم تیوسولفات را تا ایجاد زرد کم‌رنگ اضافه کنید. نوک بورت و دیواره‌های ارلن را با آب شست‌وشو دهید.

۱۱-۱۰-۲-۲ پنج قطره از محلول نشاسته را به ارلن اضافه کنید.

۱۱-۱۰-۲-۳ افزودن قطره‌قطره سدیم تیوسولفات را تا رسیدن به نقطه پایانی ادامه دهید که با بی‌رنگ شدن محلول نشان داده می‌شود.

۱۱-۱۰-۲-۴ حجم تیترا کردن را با تقریب 0.25 cm^3 ثبت کنید.

۱۱-۱۰-۳ استفاده از تیتراکننده خودکار

۱۱-۱۰-۳-۱ دو روش تیترا کردن نقطه اکی‌والان اکسایش-کاهش را می‌توان در تیتراکننده خودکار برنامه‌ریزی کرد:

الف- روشی برای ذخیره دو اندازه‌گیری شاهد به‌عنوان یک مقدار شاهد میانگین؛ و

ب- روشی برای تجزیه و تحلیل نمونه‌ها با عدد یدی.

یادآوری- هنگام تنظیم پارامترها توصیه‌های سازنده را دنبال کنید. برای اینکه آزمون تکرارپذیری خوبی داشته باشد، توصیه می‌شود در تعریف حدود تشخیص نقطه اکی‌والان دقت ویژه‌ای شود.

۱۱-۱۰-۳-۲ 20 cm^3 از محلول آزمون را با پیپت به ظرف نمونه مناسبی منتقل کنید. ظرف را روی تیتراکننده خودکار قرار دهید و دیواره‌های ظرف، همزن و الکتروود اکسایش-کاهش را با آب مقطر شست‌وشو دهید.

۱۱-۱۰-۳-۳ تیتراکردن را با استفاده از محلول سدیم تیوسولفات (0.0394 N) (0.0394 mol/dm^3) شروع کنید.

۱۱-۱۰-۳-۴ حجم نقطه اکی‌والان در این روش باید تا حداقل 0.1 cm^3 گزارش شود.

۱۲ آماده‌سازی نمونه و اندازه‌گیری عدد یدی- روش ب

۱۲-۱ مقدار کافی از نمونه دوده را درون یک ظرف سرباز با ابعاد مناسب بریزید به‌گونه‌ای که عمق دوده حداکثر 10 mm باشد و آن را در یک آون همرفت گرانشی به مدت حداقل 1 h در دمای 125°C خشک کنید. نمونه را پیش از استفاده تا دمای محیط در خشکانه سرد کنید.

۱۲-۲ جرم نمونه خشک‌شده را در یک بشر مناسب مطابق با جدول ۴ وزن کنید. تمام جرم‌ها باید با تقریب 0.01 g وزن شوند و جرم نمونه باید حداکثر 1.000 g نگه‌داشته شود. این جدول جرم نمونه به 50 cm^3 محلول ید مربوط است.

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

حجم محلول ید: جرم نمونه	جرم نمونه (g)	عدد یدی
۱:۵۰	۱,۰۰۰	۰ - ۱۳۰,۹
۱:۱۰۰	۰,۵۰۰	۱۳۱,۰ - ۲۸۰,۹
۱:۲۰۰	۰,۲۵۰	۲۸۱,۰ - ۵۲۰,۹
۱:۴۰۰	۰,۱۲۵	۵۲۱,۰ و بیشتر

۱۲-۳ استفاده از حجم‌های متفاوت محلول ید و جرم‌های نمونه تا زمانی مجاز است که نسبت مناسب محلول ید به جرم نمونه، همان مقادیر ارائه شده در زیربند ۱۲-۲ (مطابق با جدول ۴) باشد. جرم نمونه برای 25 cm^3 محلول ید در جدول ۵ نشان داده شده است. جرم نمونه باید حداکثر 0.5 g نگه‌داشته شود.

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

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

۱۲-۴ از جرم نمونه تعیین شده با عدد یدی مورد انتظار استفاده کنید. اگر نتیجه بالاتر یا پایین‌تر از گستره نشان داده شده برای آن اندازه نمونه باشد، آزمون را با استفاده از جرم نمونه مشخص شده در زیر بندهای ۱۲-۲ یا ۱۲-۳ (مطابق با جدول ۴ یا ۵) برای گستره‌ای که در آن قرار گرفته است، تکرار کنید.

یادآوری - توصیه می‌شود دوده غیرساجمه‌ای و پودری پیش از خشک کردن و توزین، فشرده شوند.

۱۲-۵ دو روش تیتراژ کردن نقطه اکی‌والان اکسایش-کاهش را می‌توان در تیتراژ کننده خودکار برنامه‌ریزی کرد:

الف- روشی برای ذخیره دو اندازه‌گیری شاهد به‌عنوان یک مقدار شاهد میانگین مطابق با زیربند ۱۰-۲؛

ب- روشی برای تجزیه و تحلیل نمونه‌ها با عدد یدی، مطابق با بند ۱۳.

یادآوری - کاربران ممکن است حجم‌های مختلفی از شاهد و نمونه را برای آزمون انتخاب کنند. همچنین امکان دارد کارکرد تجهیزات متفاوت باشد. برای تنظیم پارامترهای زمان شست‌وشو، سرعت‌های پرکردن، حجم‌های شروع و توقف تیتراژ کردن و غیره از توصیه‌های سازنده استفاده کنید. برای این که آزمون تکرارپذیری خوبی داشته باشد، توصیه می‌شود در تعریف معیارهای تشخیص نقطه اکی‌والان دقت ویژه‌ای شود. تنظیم معیار نقطه پایان^۱ در ۲۵ و شناسایی^۲ نقطه پایان در «بیشترین» مناسب است.

۱۲-۶ یک همزن مغناطیسی را با دقت در بشر حاوی نمونه قرار داده و بشر را درون تزریق خودکار نمونه قرار دهید. احتیاط کنید که نمونه از بشر بیرون نریزد.

۱۲-۷ دستگاه نمونه‌برداری و تیتراژ کردن خودکار نمونه را به‌کار اندازید.

۱۲-۸ 50 cm^3 یا حجم مناسب دیگری از محلول ید (0.04728 N) 0.02364 mol/dm^3 با استفاده از توزیع کننده تکرارپذیر کالیبره شده (وسیله خوراک‌دهی) به بشر حاوی نمونه و میله همزن، انتقال دهید.

۱۲-۹ نمونه را به مدت 3.0 min دقیقه هم بزنید، سپس همزن را خاموش کنید.

۱۲-۱۰ اجازه دهید دوغاب^۱ به مدت حداقل 30 s ته‌نشین شود. ممکن است برای دوده‌های غیرساجمه‌ای زمان

1- End-point criterion

2- End-point (EP) recognition

بیشتری برای ته‌نشین شدن لازم باشد. به دلیل زمان اضافی ناشی از انتظار دستگاه برای تکمیل تیتراژهای قبلی در ظرف واکنش، زمان ته‌نشینی ممکن است متفاوت باشد.

۱۱-۱۲ اقدامات کافی را برای پاک‌سازی کامل سامانه دزبندی و ظرف واکنش انجام دهید. مثالی برای روش تمیز کردن در یادآوری زیربند ۱۰-۲-۴ آمده است.

۱۲-۱۲ آخرین کسر حجمی از محلول ید را برای تیتراژ کردن با استفاده از توزیع‌کننده تکرارپذیر کالیبره‌شده (سامانه دزبندی) به ظرف واکنش انتقال دهید. این توزیع‌کننده مجهز به صافی ۵ μm دفع‌شدنی برای حذف ذرات دوده است. دیواره‌های ظرف واکنش، همزن و الکتروود اکسایش-کاهش را با آب مقطر شست‌وشو دهید.

۱۳-۱۲ محلول ید را با محلول سدیم تیوسولفات (۰٫۰۳۹۴ N) یا ۰٫۰۳۹۴ mol/dm³ به‌طور خودکار، تیتراژ کنید. یادآوری- عمر مفید صافی دفع‌شدنی حدود ۵۰ نمونه گزارش شده است، اما ممکن است با نوع و شکل فیزیکی نمونه، تغییر کند. هرگاه صافی تعویض شود، همیشه مطمئن شوید اقدامات کافی برای اشیاع آن مطابق با یادآوری ۲ زیربند ۱۰-۲-۸ انجام شده است.

۱۴-۱۲ حجم نقطه اکی‌والان را تا حداقل ۰٫۱ cm³ گزارش دهید و عدد یدی را تا ۰٫۱ mg/g محاسبه کنید.

۱۵-۱۲ از آنجا که ممکن است روش ب نتایج کمی متفاوت با روش الف به‌دست دهد، مواد مرجع SRB HT یا INR باید با هر بهر محلول‌های ید و سدیم تیوسولفات، تجزیه و تحلیل شوند. اگر نتایج اندازه‌گیری شده هر سه ماده مرجع SRB HT یا INR در محدوده‌های کنترل اعلام‌شده نباشد، همه نتایج آزمون باید با استفاده از سه ماده SBR HT یا سه ماده INR (همان‌طور که در بخش ۸ توضیح داده شد) نرمال شوند.

۱۳ محاسبات

۱-۱۳ عدد برجذب ید را با تقریب ۰٫۱ g/kg با استفاده از فرمول ۵ محاسبه کنید:

$$I = [(B-S)/B] \times (V/W) \times N \times 126.91 \quad (5)$$

که در آن:

I عدد برجذب ید، گرم‌های ید بر کیلوگرم‌های دوده، برحسب g/kg؛

B حجم سدیم تیوسولفات مورد نیاز برای شاهد، برحسب cm³؛

S حجم سدیم تیوسولفات مورد نیاز برای نمونه، برحسب cm³؛

V حجم کالیبره‌شده پیپت یا توزیع‌کننده ۲۵ cm³؛

W جرم نمونه دوده برحسب g؛

N نرمالیتته محلول ید برحسب meq/cm^3 و

۱۲۶/۹۱ جرم مولی ید برحسب mg/meq .

استفاده از یکاهای نشان داده شده در بالا به یکاهای میلی گرم ید/گرم دوده منجر می شود که معادل g/kg است.

۱۴ گزارش آزمون

۱-۱۴ گزارش آزمون باید شامل موارد زیر باشد:

۱-۱-۱۴ مشخصات کامل نمونه؛

۲-۱-۱۴ ارجاع به شماره این استاندارد ملی؛

۳-۱-۱۴ جرم نمونه؛

۴-۱-۱۴ نتیجه حاصل از هر اندازه گیری با تقریب g/kg ۰٫۱.

۱۵ اریبی^۱ و دقت

۱-۱۵ این بیانیه های دقت مطابق با استاندارد ASTM D 4483 تهیه شده است. برای اصطلاحات و سایر جزئیات آماری به این استاندارد مراجعه شود.

۲-۱۵ یک برنامه دقت بین آزمایشگاهی (ITP)^۲ مطابق با جدول ۶ اجرا شده است. هر دو تکرارپذیری و تجدیدپذیری، شرایط آزمون کوتاه مدت (روزانه) را نشان می دهند. آزمون، توسط دو آزمونگر در هر آزمایشگاه با انجام یکبار آزمون برای هر ماده در هر دو روز (درکل چهار آزمون) انجام شده است. نتیجه آزمون، مقدار به دست آمده از یک اندازه گیری واحد است. مقادیر اختلاف قابل قبول اندازه گیری نشده است. انحراف مربوط به اختلاف آزمونگرها در مقادیر محاسبه شده برای σ و R لحاظ شده است.

1- Bias

2- Interlaboratory Test Programme

۱۵-۳ نتایج دقت ارائه شده در این بند دقت و اریبی، تخمینی از دقت این روش آزمون با مواد استفاده شده در برنامه بین آزمایشگاهی ویژه شرح داده شده در زیربند ۱۵-۲ را ارائه می دهد. بهتر است پارامترهای دقت برای آزمون قبول یا رد هر گروهی از مواد، بدون مستندات مبنی بر اینکه آن‌ها برای آن مواد خاص و پروتکل‌های آزمون ویژه روش آزمون قابل اجرا هستند، استفاده نشود. هر مقدار مناسب می تواند از جدول ۶ استفاده شود.

۱۵-۳-۱ عدد بر جذب ید دوده ممکن است در طول زمان کاهش یابد. بنابراین، مواد SRB نباید برای تصدیق روش آزمون یا آزمون پایش استفاده شود. به شدت توصیه می شود، برای پایش عدد بر جذب ید از مواد مرجع INR استفاده شود.

۱۵-۴ برنامه دقت بین آزمایشگاهی نوع ۱ اجرا شده است. هر دو تکرارپذیری و تجدیدپذیری، شرایط آزمون کوتاه مدت (روزانه) را نشان می دهند. آزمون، توسط دو آزمونگر در هر آزمایشگاه، با انجام یکبار آزمون برای هر ماده در هر دو روز (در کل چهار آزمون) انجام شده است. تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده در جدول ۶ آورده شده است.

۱۵-۵ نتایج محاسبات دقت برای این آزمون در جدول ۶ ارائه شده است. مواد به ترتیب صعودی «سطح میانگین» مرتب شده اند.

۱۵-۶ تکرارپذیری - تکرارپذیری نسبی ادغام شده (R) این روش آزمون، ۱/۵٪ است. در صورت لزوم می توان از سایر مقادیر جدول ۶ به عنوان تخمینی از تکرارپذیری استفاده کرد. در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، اختلاف بین دو نتیجه آزمون تکی (یا دو اندازه گیری) که از مواد آزمون یکسان، در شرایط تکرارپذیری تعیین شده برای این آزمون به دست آمده است، نباید بیش از یک مورد در ۲۰ مورد از مقدار متوسط تکرارپذیری فراتر رود. دو نتیجه آزمون تکی که بیش از مقدار مناسب جدول ۶ با هم تفاوت داشته باشند، باید مشکوک به این در نظر گرفته شوند که از جمعیت‌های مختلف هستند و اقدام مناسب انجام شود.

یادآوری - اقدام مناسب می تواند بررسی روش اجرای آزمون یا وسایل برای عملیات معیوب یا اعلام وجود یک اختلاف معنی دار در دو ماده، نمونه و غیره باشد که به آن دو نتیجه آزمون منجر شده است.

۱۵-۷ تجدیدپذیری - تجدیدپذیری نسبی ادغام شده (R) این روش آزمون، ۶/۱٪ است. در صورت لزوم می توان از سایر مقادیر جدول ۶ به عنوان تخمینی از تجدیدپذیری استفاده کرد. در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، اختلاف بین دو نتیجه آزمون تکی و مستقل که توسط دو آزمونگر، در شرایط تجدیدپذیری تعیین شده در آزمایشگاه‌های مختلف، برای مواد یکسان به دست آمده است، نباید بیش از یک مورد در ۲۰ مورد از مقدار متوسط تجدیدپذیری فراتر رود. دو نتیجه آزمون تکی تولید شده در آزمایشگاه‌های مختلف که بیش از مقادیر مناسب جدول ۶ با هم تفاوت داشته باشند، باید مشکوک به این در نظر گرفته شوند که از جمعیت‌های مختلف هستند و اقدام مناسب انجام شود.

۱۵-۸ اریبی - اریبی، اختلاف بین مقدار آزمون و مقدار مرجع است. بنابراین، برای این روش آزمون نمی توان

اریبی را تعیین کرد.

جدول ۶- پارامترهای دقت برای این استاندارد، روش‌های الف و ب (دقت نوع ۱)^a

یک‌ها بر حسب g/kg									
(R)	R	SR	(r)	r	Sr	سطح میانگین	تعداد آزمایشگاه‌ها ^b (M/H/L)	دوره	مواد
۳٫۶	۲٫۸۴	۱٫۰۰	۱٫۶	۱٫۲۳	۰٫۴۳	۷۸٫۱	۷۶ (۱/۱/۲)	مارس ۲۰۱۳	SRB-9A
۳٫۳	۲٫۷۱	۰٫۹۶	۱٫۳	۱٫۰۵	۰٫۳۷	۸۲٫۰	۸۵ (۱/۲/۱)	مارس ۲۰۱۶	SRB-9B
۱۲٫۹	۲٫۵۱	۰٫۸۹	۴٫۳	۰٫۸۴	۰٫۳۰	۱۹٫۵	۷۳ (۰/۱/۱)	مارس ۲۰۱۸	SRB-9D
۵٫۳	۱٫۹۳	۰٫۶۸	۲٫۲	۰٫۸۱	۰٫۲۹	۳۶٫۲	۷۹ (۲/۳/۱)	اوت ۲۰۱۶	SRB-9E
۵٫۰	۱٫۸	۰٫۶۴	۲٫۹	۱٫۰۵	۰٫۳۷	۳۶٫۱	۷۳ (۱/۲/۲)	مارس ۲۰۱۵	SRB-9F
۳۰٫۲	۲٫۳۴	۰٫۸۳	۹٫۰	۰٫۶۹	۰٫۲۵	۷٫۷	۷۱ (۱/۳/۰)	اوت ۲۰۱۷	SRB-9G
۴٫۲	۳٫۳۷	۱٫۱۹	۱٫۲	۰٫۹۸	۰٫۳۵	۸۰٫۷	۷۵ (۰/۲/۱)	مارس ۲۰۱۹	SRB-9B2
۷٫۴	۱۰٫۳۳	۳٫۶۵	۱٫۰	۱٫۴۱	۰٫۵۰	۱۴۰٫۳	۷۷ (۱/۲/۰)	اوت ۲۰۱۹	SRB-9C
۳٫۱	۲٫۵۵	۰٫۹۰	۱٫۱	۰٫۹۳	۰٫۳۳	۸۳٫۵	۷۵ (۱/۲/۱)	اوت ۲۰۱۸	SRB-9A2
۳٫۳	۴٫۲۸	۱٫۵۱	۰٫۹	۱٫۱۲	۰٫۴۰	۱۲۸٫۰	۷۳ (۲/۲/۰)	مارس/آوریل ۲۰۲۰	SRB-9H
						۶۹٫۲			متوسط
۶٫۱	۴٫۲۱	۱٫۴۹	۱٫۵	۱٫۰۳	۰٫۳۶				مقادیر ادغام شده

^a دقت ترجیحی به صورت پررنگ نشان داده شده است.

^b تعداد آزمایشگاه‌های دارای مقادیر دورافتاده^۱ برای میانگین (M)، تغییرپذیری زیاد (H) و تغییرپذیری کم (L)

پیوست الف

(الزامی)

تهیه محلول‌ها

یادآوری ۱- قدرت محلول ید تعیین شده برای انجام آزمون ید (0.04728 N) 0.2364 mol/dm^3 است که از یک محلول (۱۰ برابر) غلیظتر تهیه می‌شود.

یادآوری ۲- استانداردسازی محلول کاری ید (0.04728 N) 0.2364 mol/dm^3 همواره لازم است و توصیه می‌شود با استاندارد ثانویه سدیم تیوسولفات انجام شود (به زیربند ۷-۲ مراجعه شود).

الف-۱ محلول ید (0.04728 N) 0.2364 mol/dm^3

الف-۱-۱ حدود ۱۲۰۰ g پتاسیم یدید (KI) را درون سینی شیشه‌ای قرار دهید و به مدت ۱ h در آون در دمای 125°C خشک کنید. سپس آن را درون خشکانه قرار دهید تا به دمای محیط برسد.

الف-۱-۲ ($\pm 0.2\%$) g (1140 ± 0.2) یدید پتاسیم خشک را در بشر 1000 cm^3 وزن کنید.

الف-۱-۳ حدود ۳۰۰ g از یدید پتاسیم را از بشر 1000 cm^3 به بشر جدید 500 cm^3 منتقل کنید.

الف-۱-۴ مقدار کافی آب (حدود 400 cm^3) به آن اضافه کنید تا روی g ۳۰۰ KI را بپوشاند.

الف-۱-۵ مقدار کافی آب (حدود 700 cm^3) را به باقی‌مانده KI در بشر 1000 cm^3 اضافه کنید تا روی آن را بپوشاند.

الف-۱-۶ درون هر یک از بشرها یک میله همزن مغناطیسی تمیز قرار دهید و آن‌ها را روی همزن مغناطیسی هم بزینید تا KI به‌طور کامل حل شود (این کار ممکن است زمان زیادی طول بکشد). برای سرعت‌دهی انحلال KI، در صورت تمایل می‌توانید بشرها را در حال هم‌خوردن، درون حمام آب در دمای $40-45^\circ\text{C}$ قرار دهید.

الف-۱-۷ هر دو بشر را از روی همزن (یا حمام آب یا هردو) بردارید و اجازه دهید تا دمای محلول‌ها به دمای محیط برسد (در صورتی که از حمام آب گرم استفاده نشود، محلول‌ها خنک خواهند بود و برای رسیدن به دمای محیط زمان بیشتری لازم است).

الف-۱-۸ بطری توزین 1000 cm^3 بلند بسته‌شده با درب شیشه‌ای سمباده‌ای را تا سه رقم اعشار وزن کنید (W_1). درب شیشه‌ای را بردارید و سپس ترازو را با بطری روی آن صفر کنید.

الف-۱-۹ با استفاده از یک قاشق چینی، مقدار ($\pm 0.06\%$) g (120.00 ± 0.07) ید (I_2) را به بطری توزین روی ترازو اضافه کنید و درب آن را ببندید.

الف-۱-۱۰ بطری حاوی ید را از روی ترازو بردارید و ترازو را صفر کنید. مجموع بطری حاوی ید و درب آن را تا سه رقم اعشار وزن کنید (W_2). وزن ید را از ($W_2 - W_1$) محاسبه کنید.

الف-۱-۱۱ چنانچه وزن ید خارج از بازه $g (0.7 \pm 120.0)$ باشد، وزن ید را تنظیم کنید. سپس بطری حاوی ید و درب آن را تا سه رقم اعشار مجدداً وزن کنید (W_2) و دوباره وزن جدید ید را از ($W_2 - W_1$) محاسبه کنید. این کار را آنقدر تکرار کنید تا وزن ید در بازه صحیح قرار گیرد.

الف-۱-۱۲ محلول KI را به‌طور کمی از بشر 1000 cm^3 به بطری توزین حاوی بلورهای I_2 منتقل کنید. باقی‌مانده محلول KI درون بشر را با 50 cm^3 آب یون‌زدوده شست‌وشو دهید و به بطری حاوی بلورهای ید منتقل کنید. شست‌وشو را سه بار تکرار کنید.

الف-۱-۱۳ یک میله همزن مغناطیسی تمیز به بطری توزین 1000 cm^3 اضافه کنید، درب آن را ببندید و حدود 30 min هم بزنید. برای جلوگیری از واکنش I_2 با نور، بهتر است که اطراف بطری را با فویل آلومینیم بپوشانید.

الف-۱-۱۴ با استفاده از یک قیف تمیز، محلول I_2 را به‌طور کمی از بطری توزین 1000 cm^3 به یک بالن حجمی تمیز 2000 cm^3 منتقل کنید. از محلول KI بشر 500 cm^3 برای شست‌وشوی کامل باقی‌مانده محلول I_2 استفاده کرده و آن را به بالن حجمی منتقل کنید. تمام محلول KI موجود در بشر 500 cm^3 را استفاده کنید. سپس با حدود 50 cm^3 آب یون‌زدوده باقی‌مانده محلول KI را از بشر 500 cm^3 و میله همزن را به‌طور کامل شست‌وشو دهید و به بالن حجمی 2000 cm^3 منتقل کنید. شست‌وشو با آب را سه بار تکرار کنید.

الف-۱-۱۵ بالن حجمی 2000 cm^3 حاوی KI و I_2 را با آب یون‌زدوده به حجم برسانید. پس از بستن درب بالن، آن را یک یا دو بار سرو ته کنید و $(1-2) \text{ min}$ به حال خود بگذارید تا بتوان محلول را از گردن بالن تخلیه کرد. ممکن است به حجم رساندن مجدد نیاز باشد (حدود 1 cm^3 تا 2 cm^3 آب یون‌زدوده).

الف-۱-۱۶ اطراف بالن حجمی را برای جلوگیری از تجزیه ید به‌وسیله نور محیط با فویل آلومینیم بپوشانید. یک میله همزن مغناطیسی تمیز درون بالن بیندازید و آن را روی همزن قرار دهید. هم‌زدن را حداقل به مدت 2 h با سرعت متوسط ادامه دهید.

الف-۱-۱۷ بگذارید بالن حاوی محلول یک شب بماند. آن را 5 min به هم بزنید.

الف-۱-۱۸ در صورت تمایل، 20 dm^3 محلول کاری ید (0.4728 N) 0.2364 mol/dm^3 تهیه کنید. به زیربند الف-۲ مراجعه شود.

الف-۱-۱۹ در صورت تمایل، مقادیری کمتر از 20 dm^3 از محلول کاری ید (0.4728 N) 0.2364 mol/dm^3 تهیه کنید. سپس محلول را به بطری تیره با گنجایش 2000 cm^3 منتقل کنید و در محل تاریک و خنک نگاه دارید. برای تهیه دقیق محلول‌های رقیق $1:10$ از بالن‌ها و پیپت‌های حجمی استفاده کنید.

الف-۲- محلول ید (0.04728 N) 0.02364 mol/dm^3

الف-۲-۱ برای تهیه 20 dm^3 محلول ید (0.04728 N) 0.02364 mol/dm^3 از محلول ید (0.4728 N) 0.2364 mol/dm^3 زیربند الف-۱-۱۸ استفاده کنید.

الف-۲-۲ یک پارچ مدرج تمیز 20 dm^3 را روی همزن مغناطیسی قرار دهید. مطمئن شوید، صفحه همزن به‌طور ایمن، قابلیت نگهداری وزن ظرف و 20 dm^3 محلول را دارد.

الف-۲-۳ 1 dm^3 آب یون‌زدوده تازه را در یک استوانه مدرج شیشه‌ای تمیز با گنجایش 1 dm^3 بریزید. این استوانه برای افزودن آب لازم به‌منظور رقیق‌سازی ۱:۱۰ استفاده خواهد شد.

الف-۲-۴ با استفاده از یک قیف تمیز، محلول I_2 را به‌طور کمی از بالن حجمی 2000 cm^3 به یک پارچ مدرج تمیز 20 dm^3 منتقل کنید. مطمئن شوید که طی این مرحله، محلول هدر نرود.

الف-۲-۵ حدود 200 cm^3 آب یون‌زدوده را از استوانه مدرج به بالن حجمی اضافه کنید. بالن را به‌دقت بچرخانید تا محلول I_2 باقی‌مانده از دیواره‌های آن به‌طور کامل شسته شود. تمام محلول شست‌وشو را با دقت به پارچ 20 dm^3 منتقل کنید. با استفاده از آب درون استوانه مدرج، شست‌وشو را تا آنجا ادامه دهید که هیچ رنگی در محلول درون بالن یا روی قیف باقی نماند. هرگونه آب باقی‌مانده در استوانه مدرج را به پارچ 20 dm^3 اضافه کنید.

الف-۲-۶ در کل 18 dm^3 آب نیاز است تا به پارچ 20 dm^3 اضافه شود. زیر بند الف-۲-۲ را تکرار کنید تا تمام آب شامل آب استفاده شده برای شست‌وشوی بالن حجمی حاوی محلول ید به ظرف اضافه شود. برای اطمینان از درستی حجم آب اضافه‌شده به پارچ، استفاده از استوانه مدرج و پیگیری تعداد انتقال‌ها مهم است. از نشانه‌های درجه‌بندی روی پارچ فقط به‌عنوان مرجعی برای اطمینان از تعداد صحیح انتقال‌ها استفاده کنید. برای اندازه‌گیری حجم، تنها به علامت‌های مدرج اعتماد نکنید، زیرا این نشانه‌ها به‌اندازه کافی دقیق نیستند تا در این روش آزمون استفاده شوند.

الف-۲-۷ یک میله همزن بزرگ به پارچ اضافه کنید. درب پارچ را با استفاده از یک درپوش یا پوشش مقاوم به ید (برای مثال تفلون یا پلی‌پروپیلن) ببندید.

الف-۲-۸ اطراف بالن حجمی را برای جلوگیری از تجزیه ید به‌وسیله نور محیط با فویل آلومینیم بپوشانید. به‌مدت حداقل 2 h با سرعت متوسط به‌هم بزنید. گاهی ممکن است شروع هم‌زدن دشوار باشد. هم‌زدن می‌تواند به‌طور دستی با یک میله بلند تفلونی یا شیشه‌ای تمیز شروع شود.

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

الف-۲-۹ بگذارید پارچ یک شب بماند. سپس به‌مدت 30 min به‌هم بزنید و در محل تاریک و خنک نگهداری کنید.

الف-۳ محلول سدیم تیوسولفات، (۰/۰۳۹۴ N) (۰/۰۳۹۴ mol/dm³)

الف-۳-۱ حدود ۴ dm³ آب به یک پارچ شیشه‌ای ۲۰ dm³ (کالیبره شده برای ۱۶ dm³) که روی همزن مغناطیسی قرار داده شده است، اضافه کنید.

یادآوری- کالیبره کردن پارچ شیشه‌ای ۲۰ dm³ چه برحسب وزن یا با اندازه‌گیری افزایش ۲ dm³ از یک استوانه مدرج، بهتر است تا حد امکان با دقت انجام شود تا تعداد تیتراژهای استاندارد به حداقل برسد.

الف-۳-۲ ۱۵۶/۵ g سدیم تیوسولفات (Na₂S₂O₃, 5H₂O) را وزن کنید و با قیف پرکننده به درون پارچ شست‌وشو دهید.

الف-۳-۳ ۸۰ cm³ آمیل الکل نرمال به پارچ اضافه کنید.

الف-۳-۴ مخلوط را تا حل شدن بلورها هم بزنید.

الف-۳-۵ تا خط نشانه ۱۶ dm³ ظرف، آب اضافه کنید.

الف-۳-۶ پارچ را روی همزن مغناطیسی قرار دهید و h (۱-۲) به هم بزنید.

الف-۳-۷ بگذارید محلول یک تا دو روز بماند، سپس آن را پیش از استفاده به مدت ۰/۵ h به هم بزنید.

الف-۴ پتاسیم یدید (KI)، محلول ۱۰٪

الف-۴-۱ حدود ۱۰ g پتاسیم یدید را در یک بطری یا بالن کوچک درب‌دار وزن کنید.

الف-۴-۲ یک استوانه مدرج ۹۰ cm³ را از آب پر کنید و به بطری یا بالن کوچک درب‌دار اضافه کنید.

الف-۴-۳ محلول را کاملاً مخلوط کنید تا پتاسیم یدید حل شود.

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

الف-۵ سولفوریک اسید، محلول ۱۰٪

الف-۵-۱ یک استوانه مدرج را با ۹۰ cm³ آب یون‌زدوده پر کنید و به یک ارلن مایر ۲۵۰ cm³ منتقل کنید.

الف-۵-۲ حدود ۷ cm³ سولفوریک اسید غلیظ را با استفاده از یک استوانه مدرج یا بشر کوچک بردارید.

الف-۵-۳ اسید غلیظ را با احتیاط زیاد درون ارلن ۲۵۰ cm³ حاوی آب بریزید و به آرامی بچرخانید تا مخلوط شود. با اسید رقیق ارلن ۲۵۰ dm³، استوانه مدرج یا بشر کوچک را شست‌وشو دهید.

الف-۵-۴ پیش از استفاده، اجازه دهید اسید تا دمای محیط خنک شود.

الف-۶ نشاسته حل پذیر، محلول ۱٪

- الف-۶-۱ حدود ۱ g نشاسته حل پذیر و ۰٫۰۰۲ g سالیسیلیک اسید را درون یک بشر 100 cm^3 وزن کنید.
- الف-۶-۲ مقدار کافی آب در حال هم زدن با یک میله همزن اضافه کنید تا خمیر رقیقی به دست آید.
- الف-۶-۳ حدود 100 cm^3 آب را به بشر 250 cm^3 اضافه کنید و روی گرم کن قرار دهید تا به جوش آید.
- الف-۶-۴ خمیر نشاسته را به آب در حال جوش اضافه کنید، هم بزنید و جوشاندن را (۲-۳) min ادامه دهید.
- الف-۶-۵ اجازه دهید تا محلول نشاسته خنک شود. حدود g (۳-۲) پتاسیم یدید اضافه کنید و هم بزنید تا حل شود.

الف-۷ محلول پتاسیم یدید/یدات، (۰٫۰۳۹۴ N) 0.00657 mol/dm^3 (استاندارد اولیه)

- الف-۷-۱ مقدار کافی پتاسیم یدات درجه تجزیه ای را به مدت ۱ h در آون در دمای 125°C خشک کنید. اجازه دهید در خشکانه خنک شود تا به دمای محیط برسد.
- الف-۷-۲ در یک بالن حجمی 1000 cm^3 ، ۴۵ g پتاسیم یدید را در حدود 200 cm^3 آب حل کنید.
- الف-۷-۳ ۱٫۴۰۵۴ g پتاسیم یدید تازه خشک شده را وزن کرده و به محلول پتاسیم یدید درون بالن 1000 cm^3 اضافه کنید.
- الف-۷-۴ محلول را به حجم برسانید و درب ظرف را ببندید.

الف-۸ محلول پتاسیم دی کرومات، (۰٫۰۳۹۴ N) $0.006567 \text{ mol/dm}^3$ (استاندارد اولیه)

- یادآوری - پتاسیم دی کرومات به صورت ماده استاندارد اولیه اکسیدسنجی^۱ گواهی شده به شکل گرانول های ریز موجود است. برای اطمینان از درستی محلول تهیه شده، تمام احتیاط های لازم به کار برده شود.
- الف-۸-۱ مقدار کافی پتاسیم دی کرومات را به مدت ۱ h در آون در دمای 125°C خشک کنید. اجازه دهید در خشکانه خنک شود تا به دمای محیط برسد.
- الف-۸-۲ ۰٫۹۶۶۰ g از پتاسیم دی کرومات ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) خشک شده را وزن کنید و با استفاده از قیفی با اتصال مخروطی استاندارد، آن را به یک بالن حجمی 500 cm^3 اضافه کنید.
- الف-۸-۳ حدود 200 cm^3 آب به بالن حجمی اضافه کنید.

استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۴۸۲ (تجدیدنظر دوم): سال ۱۴۰۲

الف-۸-۴ درب بالن را ببندید و آن را تکان دهید تا تمام بلورها حل شوند.

الف-۸-۵ محلول را به حجم برسانید و به خوبی تکان دهید.

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

پیوست ب

(الزامی)

اندازه‌گیری مقدار پتاسیم یدید

ب-۱ در این روش، تعیین مقدار پتاسیم یدید با تبخیر آب و ید توصیف می‌شود. از آنجا که غلظت پتاسیم یدید (و ید) در به‌دست آوردن نتایج آزمون صحیح برای عدد برجذب ید، بسیار مهم است، این روش امکان تصدیق غلظت صحیح پتاسیم یدید، $g/l (0.5 \pm 0.05)$ را فراهم می‌کند (به زیربند ۶-۴ مراجعه شود).

ب-۲ دستگاه

ب-۲-۱ بشر، $50 \text{ cm}^3 (50 \text{ ml})$

ب-۲-۲ خشکانه

ب-۲-۳ توزیع‌کننده تکرارپذیر، با گنجایش 25 cm^3 ، تجدیدپذیری $\pm 0.1\%$ و کالیبره‌شده با درستی $\pm 0.003 \text{ cm}^3$

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

ب-۲-۵ هود

ب-۲-۶ اجاق الکتریکی

ب-۲-۷ ترازوی تجزیه‌ای، با حساسیت 0.1 mg

ب-۳ روش اجرای آزمون

ب-۳-۱ دو عدد بشر تمیز $50 \text{ cm}^3 (50 \text{ ml})$ را به مدت ۱ h در آون در دمای 125°C قرار دهید.

ب-۳-۲ بشرها را از آون خارج کنید و به مدت ۳۰ min در خشکانه قرار دهید تا خنک شوند.

ب-۳-۳ بشرها را وزن کنید و جرم آنها را یادداشت کنید (m_1).

ب-۳-۴ در هریک از بشرها، 25 cm^3 از محلول ید (0.04728 N) 0.02364 mol/dm^3 بریزید.

ب-۳-۵ بشرها را روی اجاق زیر هود قرار دهید. در دمای کمتر از دمای جوش گرما دهید تا آب و ید به آرامی

به صورت بخار خارج شوند. اگر محلول بیرون پاشید یا جوشید، آن را دور بریزید و کار را دوباره شروع کنید.

یادآوری - هنگامی که تبخیر نزدیک به کامل شدن است، ماده جامد باقی مانده از قهوه‌ای (ید) به سفید (پتاسیم یدید) تغییر رنگ می‌دهد.

ب-۳-۶ پس از خارج شدن کامل مایع، بشرها را به مدت ۱ h در آون در دمای 125°C قرار دهید.

ب-۳-۷ بشرها را از آون خارج کنید و به مدت ۳۰ min در خشکانه قرار دهید تا خنک شوند.

ب-۳-۸ بشرها را همراه با مواد جامد باقی مانده وزن کنید و جرم آن‌ها را یادداشت کنید (m_2).

ب-۴ غلظت پتاسیم یدید را با استفاده از فرمول ب-۱ محاسبه کنید:

$$KI = (m_2 - m_1) / 0.1025 \quad (\text{ب-۱})$$

که در آن:

KI مقدار پتاسیم یدید بر حسب g/dm^3 ؛

m_1 جرم بشر بر حسب g؛

m_2 جرم بشر و مواد باقی مانده بر حسب g؛

۰.۱۰۲۵ نسبت حجم محلول ید به محلول پتاسیم یدید استفاده شده در آزمون بر حسب dm^3 (L).

ب-۵ میانگین دو اندازه‌گیری تکی را با تقریب 0.1 g/dm^3 گزارش کنید.