

Prüfung von Rußen
Bestimmung der Jodadsorptionszahl

DIN
53 582

Testing of carbon black; determination of iodine adsorption number

Essai du noir de carbone; détermination de l'indice d'adsorption d'iode

Zusammenhang mit einem von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen ISO-Entwurf siehe Erläuterungen.

Die Angabe % bedeutet in dieser Norm Gewichts(Masse)-Prozent.

Als Reagenzien sind ausschließlich solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“ und als Wasser ist destilliertes Wasser oder durch Ionenaustausch vollentsalztes Wasser (Deionat) zu verwenden. Lösungen ohne Angabe des Lösungsmittels sind Lösungen in Wasser.

1. Zweck und Anwendung

Das Verfahren nach dieser Norm dient dazu, die Jodadsorption als eine für die Charakterisierung von Rußen wichtige Kennzahl zu bestimmen.

2. Begriffe

Unter **J o d a d s o r p t i o n** im Sinne dieser Norm wird die Eigenschaft von Rußen verstanden, aus einer im Überschuß vorhandenen verdünnten Lösung von Jod in wäßriger Kaliumjodidlösung adsorptiv Jod an der Rußoberfläche zu binden. Die Dauer der Einwirkung ist so gewählt worden, daß sich eine für praktische Zwecke ausreichende Einstellung des Adsorptionsgleichgewichtes ergibt.

Als **J o d a d s o r p t i o n s z a h l** (*I*) wird die Jodmenge in Milligramm bezeichnet, die von einem Gramm Ruß adsorbiert wird.

3. Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die 1 Stunde lang bei 105 °C getrocknete und gewogene Probe wird mit 0,0473 N Jodlösung 1 Minute lang geschüttelt und durch Zentrifugieren abgetrennt. In einem aliquoten Teil der klaren Lösung wird der Jodgehalt durch Titrieren mit Natriumthiosulfatlösung bestimmt. Die Temperatur des Prüfraumes und der Jodlösung soll (23 ± 2) °C betragen.

4. Geräte

Waage, auf 0,0001 g ablesbar, mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,0002$ g

Wärmeschrank mit natürlicher Durchlüftung nach DIN 50 011 Blatt 1, regelbar auf (105 ± 2) °C

Exsikkator nach DIN 12 491 mit Silicagel als Trocknungsmittel

1000-cm³-Meßkolben, z. B. Meßkolben MS A 1000 nach DIN 12 664

Vollpipetten 20 A DIN 12 690 und 25 A DIN 12 690

*) DIN 12 700 Blatt 3 (z. Z. noch Entwurf)

Zentrifuge mit einer Drehzahl von mindestens 1000 min⁻¹
Zentrifugengläser von etwa 50 cm³ und 100 cm³ Nenninhalt mit gegen Jod inertem Verschuß (z. B. aus Glas oder Polyäthylen)

50-cm³-Becher, z. B. Becher HF 50 DIN 12 331

250-cm³-Erlenmeyerkolben

25-cm³-Bürette, z. B. Bürette SGA 25-005 DIN 12 700 mit Schellbachstreifen*)

Horizontal-Schüttelmaschine

5. Reagenzien

0,0473 N Jodlösung: 6,000 g Jod werden auf 0,002 g gewogen und mit 57 g Kaliumjodid, gewogen auf 0,01 g, im Meßkolben zu einem Liter gelöst. Die Normalität N dieser Lösung wird mit 0,0394 N Natriumthiosulfatlösung auf 3 Dezimalstellen eingestellt. Für die Bestimmung ist eine Normalität von $0,0473 \text{ N} \pm 0,0004 \text{ N}$ unbedingt einzuhalten.

0,0394 N Natriumthiosulfatlösung: $9,7810 \text{ g} \pm 0,0002 \text{ g}$ Natriumthiosulfat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$ werden in einem 1000-cm³-Meßkolben in etwa 500 cm³ Wasser gelöst. Die Lösung wird mit 5 cm³ n-Pentanol stabilisiert. Danach wird mit Wasser zu einem Liter aufgefüllt. Für Schiedsanalysen wird empfohlen, die Natriumthiosulfatlösung mit Kaliumdichromatlösung einzustellen.

Stärkelösung: Etwa 2,5 g lösliche Stärke und etwa 2 mg Quecksilber(II)-jodid HgJ_2 werden in 25 cm³ Wasser suspendiert. Die wäßrige Suspension wird unter Schütteln in 1000 cm³ siedendes Wasser gegossen und dieses Gemisch so lange gekocht (etwa 5 Minuten lang), bis eine klare Lösung entstanden ist, die nach dem Abkühlen in dunkle Vorratsflaschen abgefüllt wird.

6. Probenahme

Es wird eine Durchschnittsprobe und daraus die Laboratoriumsprobe für die Durchführung von Doppelbestimmungen entnommen.

Fortsetzung Seite 2
Erläuterungen Seite 2