

附录 A
(资料性附录)
碘标准滴定溶液的制备

A.1 碘标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}I_2\right) = 0.05 \text{ mol/L} \right]$ 的配制

称取 6.5 g 碘及 17.5 g 碘化钾,溶于 100 mL 水中,稀释至 1 000 mL,摇匀,贮存于棕色瓶中。

A.2 碘标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}I_2\right) = 0.05 \text{ mol/L} \right]$ 的标定

量取 35.00 mL~40.00 mL 配制好的碘溶液,置于碘量瓶中,加 150 mL 水(15℃~20℃),用硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.05 \text{ mol/L}]$ 滴定,近终点时加 2 mL 淀粉指示剂(10 g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。

同时做水所消耗碘的空白试验:取 250 mL 水(15℃~20℃),加 0.05 mL~0.20 mL 配置好的碘溶液及 2 mL 淀粉指示剂(10 g/L),用硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.05 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液蓝色消失。

碘标准滴定溶液的浓度 $\left[c\left(\frac{1}{2}I_2\right) \right]$ 按式(A.1)计算:

$$c\left(\frac{1}{2}I_2\right) = \frac{(V_1 - V_2)c_1}{V_3 - V_4} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$c\left(\frac{1}{2}I_2\right)$ ——碘标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

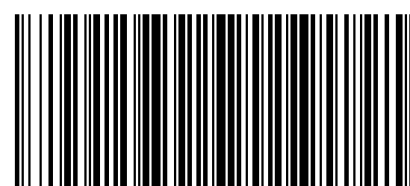
c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——碘溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——空白试验中加入的碘溶液的体积,单位为毫升(mL)。

纤维素化学纤维残硫量测定方法 直接碘量法

Method for the determination of residual sulphur in viscoce fibres—Direct iodimetry



FZ/T 50014—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-18603

定价: 10.00 元

2008-02-01 发布

2008-07-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

11 结果计算

11.1 含水率

按式(1)计算:

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_w} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

W ——试样含水率, %;

m_1 ——烘前试样与容器的质量, 单位为克(g);

m_2 ——烘后试样与容器的质量, 单位为克(g);

m_w ——烘前试样质量, 单位为克(g)。

计算到小数点后三位, 按 GB/T 8170 规定修约到小数点后两位。

11.2 试样的残硫量

按式(2)计算:

$$S = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times M}{m_s(1 - W)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

S ——试样的残硫量, 单位为毫克每 100 克(mg/100 g);

V_1 ——试样消耗碘标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验中碘标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

c ——碘标准滴定溶液浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

M ——硫的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M=32.06$);

m_s ——试样的质量, 单位为克(g);

W ——试样的含水率, %。

结果计算表示到小数点后一位。

11.3 允许误差

含水率试验、残硫量试验应进行平行试验, 取二次平行试验结果的算术平均值为测定结果。含水率试验相对误差不超过 0.5%; 残硫量试验相对误差不超过 10%。

12 试验报告

- a) 样品名称、来源、批号等;
- b) 使用的标准;
- c) 试验结果;
- d) 试验过程中观察到的任何异常现象;
- e) 试验日期。

中华人民共和国纺织
行业 标准
纤维素化学纤维残硫量测定方法
直接碘量法

FZ/T 50014—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码: 100045

网址 www.spc.net.cn

电话: 68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字

2008 年 4 月第一版 2008 年 4 月第一次印刷

*

书号: 155066·2-18603 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010)68533533

- 6.7 玻璃球:直径 4 mm~8 mm。
6.8 纯棉府绸布:100 dtex~125 dtex,经线 130 根/10 cm、纬线 80 根/10 cm。

7 仪器

- 7.1 分析天平,分度值 0.001 g。
7.2 棕色微量滴定管,容量 2 mL、5 mL(分度值 0.01 mL)。
7.3 量筒,容量 200 mL。
7.4 量杯,容量 20 mL。
7.5 容量瓶,容量 100 mL。
7.6 移液管,容量 50 mL。
7.7 定碘烧瓶,容量 500 mL。
7.8 磨口球形冷凝管。
7.9 真空抽滤装置,包括真空泵、抽滤瓶、缓冲瓶等。
7.10 布氏漏斗。
7.11 冷却装置。
7.12 加热装置,保证恒定的温度(100℃)要求。
7.13 容器,可存放试样,质量已知。
7.14 温度计,0~100℃,精度为 1℃。

8 取样

- 散件的实验室样品按需取出;
 - 批量样品中的实验室样品抽取按 GB/T 14334—2006 规定。
- 不要抽取在运输途中意外受潮、擦伤或包装已经打开的卷装。

9 试验环境

试验可在温度为 20℃±5℃的环境中进行,室内避免日光照射。

10 分析步骤

- 10.1 随机抽取 20 g 左右试样,混合均匀后分成四份,每份约 5 g,精确到 0.001 g。其中两份作残硫量平行试验用;另两份作校正水分用。
- 10.2 将测残硫量的试样(m_s)放于 500 mL 定碘烧瓶内,加入亚硫酸钠溶液 150 mL,瓶内放入 10 粒左右的玻璃珠,接好冷凝管,开通冷却水,在加热设备上加热达沸腾(以沸腾不溅出为准),再继续煮沸 1 h。稍加冷却后,再用 30 mL 蒸馏水冲洗冷凝管。
- 10.3 将试样取出后,放在装有布氏漏斗的抽滤瓶上过滤(漏斗上铺一层纯棉府绸布),再用 150 mL 蒸馏水(水温 50℃左右)分几次洗涤试样,并抽滤至干。
- 10.4 将滤液倒入 500 mL 定碘烧瓶内,抽滤瓶用 30 mL 蒸馏水洗涤,并把洗涤水加到定碘烧瓶内,冷却至 20℃±2℃。然后加入 5 mL~10 mL 甲醛溶液,充分振荡后,加入 20 mL 乙酸溶液。
- 10.5 加入 2.5 mL 淀粉指示剂,以碘标准滴定溶液进行滴定(用棕色微量滴定管),至溶液呈淡紫色(30 s 内不退色)即为终点,记录消耗的体积数。
- 10.6 按上法做一空白试验。对含有添加物的试样,可根据试样中添加物含量,在空白溶液中加入等量的添加物。
- 10.7 将上述校正水分的试样(m_w)置于已知质量的容器中,连盖一起放入 105℃±2℃的烘箱内烘至恒重,(一般约 2 h)。记录烘前、烘后的质量。

前 言

本标准参照 GB/T 14463—1993《粘胶短纤维》中残硫量的测定方法。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国纺织工业协会提出。

本标准由上海市纺织工业技术监督所归口。

本标准起草单位:湖北金环股份有限公司、上海市纺织工业技术监督所。

本标准主要起草人:陈辉、陆志坚、陈敏、汪富全。

本标准首次发布。