

乙炔炭黑吸碘值的测定

代替 GB 3781.7-83

Acetylene black—Determination of iodine
absorption number

本标准参照采用国际标准 ISO 1304—1985《炭黑吸碘值的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了乙炔炭黑吸碘值的测定方法。

本标准适用于乙炔炭黑吸碘值的测定。

2 原理

将乙炔炭黑试样干燥、称量并与一定量体积的碘标准溶液剧烈地混合,然后把这混合物离心分离。取一定体积的分离后的清澈碘液,用标准的硫代硫酸钠溶液滴定。由滴定值和样品重量计算乙炔炭黑的吸碘值。

3 试剂

3.1 碘(GB 675):分析纯。

3.2 碘化钾(GB 1272):分析纯。

3.3 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, GB 637):分析纯。

3.4 碘酸钾(GB 651):基准试剂。

3.5 碘化汞:分析纯。

3.6 硫酸(GB 625):比重 1.84,分析纯。

3.7 可溶性淀粉:分析纯。

3.8 试验用水:应符合 GB 6683 三级水的要求,新鲜蒸馏水或用其他方法制备的同等纯度的水。

4 仪器

4.1 分析天平:精确至 0.1 mg。

4.2 恒温干燥箱:可控制在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

4.3 电动振荡机:国际型或康氏。

4.4 电动离心机:转速在 1 000 r/min 以上。

4.5 无分度移液管:50 mL, 20 mL。

4.6 滴定管:50 mL, 25 mL。

4.7 容量瓶:具塞, 1 000 mL。

4.8 三角烧瓶:具塞, 125 mL, 150 mL, 250 mL。

4.9 漏斗:短颈,直径 75 mm。

4.10 离心管。

5 溶液的配制与标定

5.1 淀粉指示剂:2.5 g/L。

称取 2.5 g 粉状的可溶性淀粉和 2 mg 碘化汞,放入 50 mL 的烧杯中,加入 25 mL 水搅拌均匀,将上述淀粉/碘化汞悬浮液立即注入 1 000 mL 沸腾着的水中,同时加以搅拌,煮沸不少于 10 min,以保证充分溶解,使之冷却至室温,将上部澄清溶液倾入具塞的玻璃瓶中。

5.2 碘酸钾/碘化钾溶液: $c(1/6\text{KIO}_3)=0.039\ 41\ \text{mol/L}$ 。

5.2.1 将适量的碘酸钾放在 $125\pm 1^\circ\text{C}$ 的干燥箱(4.2)中干燥 1 h,移入干燥器中冷却至室温。

5.2.2 在 1 000 mL 容量瓶中,将 45 g 碘化钾溶于约 200 mL 的水中,然后再加入 1.4058 g 新干燥的碘酸钾(5.2.1),精确至 0.000 1 g,当完全溶解后,用水稀释到 1 000 mL。

5.3 硫代硫酸钠溶液: $c(1/2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.039\ 41\ \text{mol/L}$ 。

5.3.1 配制:称取含 5 个结晶水的硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)9.79 g,精确至 0.005 g,约用 500 mL 蒸馏水溶于 1 000 mL 容量瓶中加入 5 mL 正戊醇或 0.01 g 碘化汞,摇动容量瓶中的溶液,使其充分混合,用水稀释至 1 000 mL,剧烈振摇瓶中的溶液,以保证稀释均匀。

5.3.2 标定:静置 24 h 后,用碘酸钾/碘化钾基准溶液(5.2)标定硫代硫酸钠溶液(5.3),按以下步骤操作:

a. 准确吸取 25 mL 的碘酸钾/碘化钾(5.2)置于 250 mL 三角瓶中,加入 3 mL 约为 20%(m/m)的硫酸溶液,使其游离出碘,用硫代硫酸钠溶液进行滴定,直到呈现浅黄色时,加入约 5 mL 淀粉溶液(5.1)继续滴定,直到加入 1 滴硫代硫酸钠溶液由蓝色变为无色时,即为终点。滴定管的读数应该读到 0.01 mL。

b. 按公式(1)计算硫代硫酸钠溶液的浓度 c_1 :

$$c_1 = \frac{25 \times 0.039\ 41}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_1 ——滴定所消耗的硫代硫酸钠溶液体积, mL。

注: 浓度系数为 $25/V_1$,如有必要可调整到 1.00。

5.4 碘标准溶液: $c(1/2\text{I}_2)=0.047\ 28\ \text{mol/L}$ 。

5.4.1 配制:1.0 份碘用 9.5 份碘化钾配成 0.047 28 mol/L 的溶液。

称取 57.00 g 的碘化钾精确至 0.01 g,移入 1 000 mL 的容量瓶中,加入约 30 mL 的蒸馏水使之溶解,快速称取 6.01 g 的碘,精确至 0.005 g,迅速地移入上述的容量瓶中,用蒸馏水缓慢地稀释到 1 000 mL。

5.4.2 标定:将上述配制的碘溶液放置 24 h 后,用已经标定好的硫代硫酸钠溶液标定碘溶液(5.4),按以下步骤操作:

a. 用移液管准确地吸取 25 mL 待标定的碘溶液,移入 250 mL 的三角烧瓶中。

b. 用上述标定过的硫代硫酸钠溶液(5.3)滴定三角烧瓶中的碘溶液,当碘的黄色接近消失时,加入约 1 mL 的淀粉溶液(5.1),继续滴定直至蓝色消失为止。

c. 按公式(2)计算碘溶液的浓度 c_2 :

$$c_2 = \frac{V_2 \times c_1}{25} \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_2 ——滴定消耗的硫代硫酸钠溶液体积, mL;

c_1 ——硫代硫酸钠溶液的浓度, mol/L。

当配制的碘溶液浓度高于所要求的浓度时,可按式(3)确定调整到要求的浓度时所需要加入的蒸馏