



中华人民共和国国家标准

GB/T 3780.1—2015
代替 GB/T 3780.1—2006

炭黑 第1部分:吸碘值试验方法

Carbon black—Part 1: Test method for iodine adsorption number

2015-05-15 发布

2015-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB/T 3780《炭黑》分为以下几个部分：

- 第1部分：吸碘值试验方法；
- 第2部分：吸油值的测定；
- 第4部分：压缩试样吸油值的测定；
- 第5部分：比表面积测定 CTAB 法；
- 第6部分：着色强度的测定；
- 第7部分：pH 值的测定；
- 第8部分：加热减量的测定；
- 第10部分：灰分的测定；
- 第12部分：杂质的检查；
- 第14部分：硫含量的测定；
- 第15部分：甲苯抽出物透光率的测定；
- 第17部分：粒径的间接测定 反射率法；
- 第18部分：在天然橡胶(NR)中的鉴定方法；
- 第21部分：橡胶配合剂筛余物的测定 水冲洗法。

本部分为 GB/T 3780 的第1部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 3780.1—2006《炭黑 第1部分：吸碘值试验方法》，与 GB/T 3780.1—2006 相比，主要技术变化如下：

- 修改了“炭黑试样称样量”(见表1, 2006年版表1)；
- 增加了“碘溶液, $c(1/2 I_2) = 0.473 0 \text{ mol/L}$, 配制见 A.1.1”(见 4.1)；
- 删除了碘化汞(2006年版 4.1)；
- 增加了“注1”(见 4.2)；
- 增加了“注2”(见 4.2)；
- 删除了上版“分析步骤”中的“B法”(2006年版 8.3)；
- 修改了“分析步骤”中对“空白测试”的描述[见 8.5 c), 2006年版 8.2.4.1.5]；
- 删除了上版“B法”对应的“计算结果”中的计算公式(见 2006年版 9.2)；
- 增加了“硫代硫酸钠标准溶液浓度的调节”和“碘溶液浓度的调节”(见 A.2.1.1.3、A.2.2.1.3)；
- 增加了“用标准参比炭黑进行校正”和“标准参比炭黑 INR 吸碘值控制限”(见 A.3、A.4、表 A.1)；
- 删除了“SRB6 系列标准参比炭黑吸碘文献值”(2006年版附录 C)；
- 增加了“碘化钾含量的测定”(见附录 B)。

本部分使用重新起草法参考 ASTM D 1510-11《炭黑标准测试方法 吸碘值》编制。

本部分与 ASTM D 1510-11 相比在结构上有较多调整, 附录 C 中列出了本部分与 ASTM D 1510-11 的章条对照一览表。

本部分与 ASTM D 1510-11 的技术性差异及其原因如下：

- 引用了与 ASTM D 1510-11 中引用的 D 4483、D 1799、D 1900、D 4821 对应的我国国家标准 GB/T 3778、GB/T 3782、GB/T 15338, 增加了 GB/T 8170、GB/T 12805、GB/T 12806、

- GB/T 12808,以方便我国标准使用者(见第2章);
- 删除了“意义和用途”,不宜写在标准正文中(见 ASTM D 1510-11 的第4章);
- 删除了“重铬酸钾试剂”和“用重铬酸钾溶液标定硫代硫酸钠溶液”的方法,国内几乎不使用(ASTM D 1510-11 的 6.5、7.1.1);
- 修改“碘溶液: $c(1/2 I_2) = (0.047\ 3 \pm 0.000\ 03) \text{ mol/L}$ ”为“碘溶液: $c(1/2 I_2) = (0.047\ 3 \pm 0.000\ 1) \text{ mol/L}$ ”,在保证方法精密度水平基础上,增加可操作性(见 A.2.2, ASTM D 1510-11 的 7.2);
- 增加了“试验条件”,以防温度变化过大导致试验溶液浓度的变化(见第7章);
- 修改了“炭黑试样称样量”,为解决传统的吸碘值称量方法所引起的试验技术上的缺陷,同时增加了乙炔炭黑称样量(见表1, ASTM D 1510-11 的 10.2);
- 删除了“自动滴定仪的相关仪器”以及“用自动滴定仪测试吸碘值的方法”,目前该方法不适用(见第11章, ASTM D 1510-11 的 5.16~5.20);
- 修改了“计算式”,用硫代硫酸钠标准溶液的浓度代替碘溶液的浓度,这样的公式更科学(见 9.1);
- 修改了“碘酸钾基准溶液的配制方法”,以防止碘酸钾基准溶液变黄(见 A.1.6, ASTM D 1510-11 的 A.1.6);
- 将“标准参比炭黑 INR”替代“SRB HT”,目前 ASTM 标准物质 INR 已替代 SRB HT(见 A.3, ASTM D 1510-11 的第8章);
- 修改“炭黑吸碘值会随着放置时间的延长而降低。标准参比炭黑 INR 随时间的放置,其吸碘值稳定”为“普通炭黑吸碘值会随着放置时间的延长而降低。经特殊处理的标准参比炭黑(如 INR)随时间的放置,其吸碘值稳定,可通过测试标准参比炭黑确定吸碘值的准确性”,描述更加确切(见 A.3.1, ASTM D 1510-11 的 8.1);
- 修改“当更换设备或新购大量的碘或硫代硫酸钠时,或者两种情况均发生时,回归方程应重新确定”为“当更换设备或使用不同批次的碘或硫代硫酸钠或硫代硫酸钠溶液贮存达到 30 d 时,应重新测试标准参比炭黑确认回归方程”,规定更全面和明确(见 A.3.6, ASTM D 1510-11 的 8.6);
- 增加了“试验室可以选用有相同作用的其他标准参比炭黑”,以增加可操作性(见 A.3.2 注);
- 增加了“标准参比炭黑 INR 吸碘值控制限”,以方便标准使用者(见 A.4、表 A.1);
- 增加了“本部分与 ASTM D 1510-11 的相比的结构变化情况”(见附录 C)。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会炭黑分技术委员会(SAC/TC 35/SC 5)归口。

本部分起草单位:中橡集团炭黑工业研究设计院、宁波德泰化学有限公司、金能科技股份有限公司、曲靖众一精细化工股份有限公司、龙星化工股份有限公司、山东联科新材料有限公司、四川理工学院。

本部分主要起草人:聂素青、刘健、代传银、马伟伟、冯洁、蒋良强、侯贺钢、张友伟、金永中。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3780.1—1983、GB/T 3780.1—1991、GB/T 3780.1—1998、GB/T 3780.1—2006;
- GB/T 3781.7—1983、GB/T 3781.7—1993。

炭黑 第1部分:吸碘值试验方法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 3780 的本部分规定了测定橡胶用炭黑及乙炔炭黑吸碘值的方法。

本部分适用于各类橡胶用炭黑(不包括 S 系列、混气和天然气槽法炭黑)及乙炔炭黑。不适用于有表面多孔性、挥发性和抽出物存在的炭黑。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB 3778 橡胶用炭黑

GB/T 3782 乙炔炭黑

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12805—2011 实验室玻璃仪器 滴定管

GB/T 12806—2011 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808—1991 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

GB/T 15338 炭黑 试验方法精密度和偏差的确认

3 原理

用规定浓度的碘溶液浸润定量的炭黑试样,并使其充分混合,达到吸附平衡后,用硫代硫酸钠标准溶液滴定过量的碘,吸附的碘量与炭黑试样量的比值为吸碘值。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.1 碘溶液, $c(1/2 I_2) = 0.473 0 \text{ mol/L}$, 配制见 A.1.1。

4.2 碘溶液, $c(1/2 I_2) = 0.047 3 \text{ mol/L}$, 配制见 A.1.2, 标定见 A.2.2。

注 1: 吸碘值测试用碘溶液的浓度是 $0.047 3 \text{ mol/L}$, 可用固体直接配制或用较浓的碘溶液(见 4.1)稀释 10 倍来制备。

注 2: 溶液中碘化钾的含量会影响吸碘值的准确性, 所配制的溶液宜按附录 B 测试碘化钾的含量, 含量达到 $(57 \pm 0.5) \text{ g/L}$, 溶液方可使用。

4.3 硫代硫酸钠标准溶液, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.039 4 \text{ mol/L}$, 配制见 A.1.3, 标定见 A.2.1。

4.4 硫酸溶液, 体积分数为 10%, 配制见 A.1.4。

4.5 可溶性淀粉溶液, 质量分数为 1%, 配制见 A.1.5。

4.6 碘酸钾基准溶液, $c(1/6 \text{ KIO}_3) = 0.039 4 \text{ mol/L}$, 配制见 A.1.6。

4.7 碘化钾溶液,质量分数为 20%,配制见 A.1.7。

4.8 水杨酸。

4.9 正戊醇。

5 仪器

5.1 分析天平,精度 0.1 mg。

5.2 烘箱,重力对流型,可控温度为 $(125 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

5.3 离心机,转速在 1 000 r/min 以上。

5.4 振荡机,240 次/min。

5.5 具塞透明玻璃离心瓶,容量 50 mL。

5.6 滴定管,可选用以下两种类型:

a) 数字滴定管,容量为 50 mL,计数器增量为 0.01 mL,可调节至零位。

b) 棕色玻璃滴定管,容量 25 mL 或 50 mL,符合 GB/T 12805—2011 中 A 级规定。

5.7 容量瓶,容量 100 mL、1 000 mL,符合 GB/T 12806—2011 中 A 级规定。

5.8 漏斗,大直径具有标准锥度,接口能与 1 000 mL 容量瓶相匹配。

5.9 碘量瓶,150 mL。

5.10 细口玻璃瓶,棕色,容量约 10 L 或 20 L。

5.11 干燥器,装有有效干燥剂。

6 采样

按 GB 3778 或 GB/T 3782 中的规定进行采样。

7 试验条件

在温度 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 、相对湿度 $(50 \pm 5)\%$ 或温度 $(27 \pm 2)^\circ\text{C}$ 、相对湿度 $(65 \pm 5)\%$ 的条件下进行。

8 分析步骤

8.1 用一个大小合适的开口容器,盛不超过 10 mm 厚的足够量炭黑试样,于温度为 125°C 的烘箱中干燥 1 h,并置于干燥器中冷却至室温。

8.2 按表 1 规定称取定量干燥炭黑试样于离心瓶中(精确到 0.1 mg)。

表 1 炭黑试样称样量

品种	吸碘值范围/(g/kg)	试样量/g	试样量与碘溶液体积比率/(g/mL)
N500~N900(N582 除外)	0.0~59.9	0.500 0	1 : 50
乙炔炭黑	≥ 80.0	0.500 0	1 : 100
N100~N300、N582 (N115 除外)	60.0~161.9	0.250 0	1 : 100
N115 等	162~647.9	0.125 0	1 : 200

表 1 (续)

品种	吸碘值范围/(g/kg)	试样量/g	试样量与碘溶液体积比率/(g/mL)
特殊品种	648 以上	0.062 5	1 : 400
注 1: 如果按预计的吸碘值所确定试样量的测定结果不在规定的范围之内,应以实测值按表 1 中对应的试样量重新试验。 注 2: 粉状炭黑试样在干燥前应压实。 注 3: 在符合表中规定的试样量与碘溶液体积比率的情况下,最大允许试样量为 1.000 0 g,随着试样量和对应溶液体积的增加,应选用适当容量的离心瓶,以保证振摇效果。			

8.3 吸取 25 mL 碘溶液(乙炔炭黑吸取 50 mL)于离心瓶中,加塞。在振荡机上振荡 2 min,立即离心分离。粒状炭黑试样分离时间为 2 min,粉状为 3 min。

8.4 轻轻地倾出清液,若试样超过一个,应将清液倾入洁净、干燥的细口瓶中,并立即加塞。

8.5 吸取 20 mL 清液于 150 mL 碘量瓶中,用硫代硫酸钠标准溶液按下列 a)或 b)进行滴定。

a) 用数字滴定管滴定:

- 调开关至充液位置,使滴定管充满硫代硫酸钠标准溶液,用此溶液冲洗入口及输液管。
- 调至滴定位置,使计数器回零并用薄绢纸擦净管尖部。
- 以 (4 ± 0.5) mL/min 用硫代硫酸钠标准溶液滴定碘清液至浅黄色,用水冲洗滴定管尖部及瓶壁。加 5 滴淀粉溶液,继续滴加硫代硫酸钠标准溶液至蓝色近于消失时,再用水冲洗滴定管尖部及瓶壁,调计数器,使其增量为 0.01 mL/s~0.02 mL/s,继续滴加直至溶液刚刚变为无色时即为终点。
- 记录滴定管读数,准至 0.01 mL。
- 按 8.5 c)做双样空白试验。

b) 用玻璃滴定管滴定:

- 将硫代硫酸钠标准溶液注于 25 mL 滴定管,调至零点,用薄绢纸擦净滴定管尖部,用硫代硫酸钠标准溶液滴定碘清液至浅黄色,用水冲洗滴定管尖部及瓶壁。加 5 滴淀粉溶液,继续滴加硫代硫酸钠标准溶液至蓝色近于消失时,再用水冲洗滴定管尖部及瓶壁,继续滴加直至溶液刚刚变为无色时即为终点。
- 记录滴定管读数,准至 0.01 mL。
- 按 8.5 c)做双样空白试验。

c) 空白试验:

- 用移液管吸取 20 mL 的 0.047 3 mol/L 碘溶液于碘量瓶中,用 0.039 4 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定。记录消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,以 mL 计。
- 空白试验做平行测试,计算时取其平均值。
- 若硫代硫酸钠标准溶液(见 A.2.1)和碘溶液(见 A.2.2)的浓度均在规定范围内,空白滴定体积应在 (24.00 ± 0.06) mL 之间。如果不在此范围内,则应对一种或两种溶液的浓度重新调整和标定。

注:同一天若没有更换新的溶液,仅需进行一次空白试验。

9 结果计算

9.1 吸碘值以每千克炭黑吸附碘的质量(以克计)表示(g/kg),结果按式(1)进行计算。

$$I = \frac{V_0 - V_1}{V_{11}} \times V_{01} \times c_s \times \frac{M_1}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- I ——吸碘值,单位为克每千克(g/kg);
- V_0 ——滴定空白碘溶液所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——滴定炭黑吸附后的碘清液所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_{01} ——吸取原始碘溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_{11} ——完成吸附后吸取碘清液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——炭黑试样的质量,单位为克(g);
- c_s ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- M_1 ——碘原子的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=126.91$)。

9.2 计算结果比 GB 3778、GB/T 3782 规定的有效位数多一位,如有多次测量结果,取其平均值,然后按 GB/T 8170 进行修约。

10 精密度

10.1 重复性:两个独立测定结果之差不大于平均值的 2.49%。

10.2 再现性:两个独立测定结果之差不大于平均值的 5.21%。

11 试验报告

试验报告应至少包含下列内容:

- 试样名称及标识;
- 本部分编号;
- 试样质量;
- 加入碘溶液的体积;
- 空白试验消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积和炭黑吸附后的碘清液消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积;
- 试验结果(均值或中位数、测试次数);
- 所用试验步骤及滴定方式及与基本分析步骤的差异;
- 试验中的异常现象;
- 试验日期。

附 录 A
(规范性附录)
溶液的配制、标定、校正

A.1 溶液的配制

A.1.1 碘溶液, $c(1/2 I_2) = 0.473 0 \text{ mol/L}$

A.1.1.1 将盛有约 1 200 g 碘化钾(KI) 的玻璃容器置于温度为 125 °C 烘箱中充分干燥。取出放在干燥器中冷却至室温备用。

A.1.1.2 称取 $(1\,140 \pm 0.2) \text{ g}$ 已干燥的 KI 于 1 000 mL 烧杯中。

A.1.1.3 从 1 000 mL 烧杯中取约 300 g KI 于 500 mL 烧杯中。

A.1.1.4 于 500 mL 烧杯中加入适量水(约 400 mL)使 KI 浸于水中。

A.1.1.5 加入适量水于剩余 KI 的 1 000 mL 烧杯中(大约 700 mL)。

A.1.1.6 将搅拌棒置于每个烧杯中,并将烧杯置于搅拌盘上搅拌,直至 KI 完全溶解(这个过程可能需要较长的时间)。若需要,可将烧杯置于 40 °C ~ 45 °C 的水浴中搅拌,以加速 KI 的溶解。

A.1.1.7 从搅拌器或水浴上移开烧杯,静置直至达到室温(如果使用加热水浴,则应静置更长时间冷却至室温)。

A.1.1.8 称量空烧杯质量(m_1),准至 0.001 g。

A.1.1.9 用瓷勺移取 $(120 \pm 0.07) \text{ g}$ 碘于烧杯中并称量(m_2),准确至 0.001 g,碘的质量为 $(m_2 - m_1)$ 。

A.1.1.10 将烧杯中的碘转移到 1 000 mL 磨口锥形瓶中。用 1 000 mL 烧杯中的 KI 溶液冲洗烧杯,重复冲洗 3 次,再用 50 mL 水定量冲洗残留 KI 溶液于含有碘的锥形瓶中,重复冲洗 3 次。

A.1.1.11 将搅拌棒置于 1 000 mL 锥形瓶中,盖好瓶塞,搅拌约 30 min,宜用铝箔等材料包裹锥形瓶,以避免因光引起碘的损失。

A.1.1.12 用漏斗分批将碘溶液从 1 000 mL 磨口锥形瓶中转移至 2 000 mL 棕色容量瓶中。用 500 mL 烧杯中的 KI 溶液冲洗剩余碘溶液于容量瓶中。然后用水冲洗 500 mL 烧杯中剩余的 KI 溶液和搅拌棒于 2 000 mL 容量瓶中,重复冲洗 3 次。

A.1.1.13 加水至容量瓶的刻度,将容量瓶倒置一次或二次,并静止 1 min ~ 2 min,以使容量瓶壁的溶液流下来,并重新调节刻度(大概需加水 1 mL ~ 2 mL)。

A.1.1.14 用铝箔等材料包裹容量瓶,以避免因光引起碘的损失。将搅拌棒放进容量瓶内,并将容量瓶置于搅拌器上,以中速连续搅拌 2 h。

A.1.1.15 将容量瓶停放过夜,再搅拌 5 min。

A.1.1.16 若需配制 20 L 的 0.047 3 mol/L 碘溶液,则按 A.1.2 进行操作。

A.1.1.17 若需配制体积小于 20 L 的 0.047 3 mol/L 碘溶液,则将容量瓶中的碘溶液转移至棕色细口玻璃瓶中,并贮存于阴暗处。用移液管或容量瓶移取所需碘溶液(0.473 0 mol/L)的体积,按 1 : 10 的比例进行稀释。

A.1.2 碘溶液, 0.047 3 mol/L

A.1.2.1 在搅拌器托盘上固定标有刻度的 20 L 细口玻璃瓶。

A.1.2.2 用漏斗将 2 000 mL 容量瓶中的碘溶液(见 A.1.1)转移到带有刻度的 20 L 棕色细口玻璃瓶中,转移过程中溶液应无损失。

A.1.2.3 用量杯量取 1 L 水,向容量瓶中加入大约 200 mL 水,淌洗残留在容量瓶内壁上的碘溶液,将全部淌洗液转移到 20 L 细口玻璃瓶中,连续淌洗,直至容量瓶内壁上无颜色为止。

A.1.2.4 用 1 L 量杯向 20 L 细口玻璃瓶中加入水,每次量取 1 L 水,共加入 18 L 水(含滴洗容量瓶内碘溶液的水)。

A.1.2.5 用铝箔等材料包裹细口玻璃瓶,以避免因光引起碘的损失。将大小适宜的搅拌棒放入细口玻璃瓶中,中速搅拌至少 2 h。若刚搅拌时较困难,可用长的聚四氟乙烯或玻璃棒手工搅拌,但不要将附着在玻璃棒上的碘溶液冲洗入瓶内。

A.1.2.6 将细口玻璃瓶放置过夜,再搅拌 30 min,贮存在阴暗处。

A.1.3 硫代硫酸钠溶液,0.039 4 mol/L

A.1.3.1 向置于磁力搅拌器上的 20 L 细口玻璃瓶中(在 16 L 处已校准),加约 4 L 水。

注:20 L 细口玻璃瓶的校准,可用重量法或带刻度的量筒每增加 2 L 进行校准。

A.1.3.2 称取 156.5 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),通过漏斗冲洗到 20 L 细口玻璃瓶中。

A.1.3.3 搅拌至晶体全部溶解。

A.1.3.4 加 80 mL 正戊醇于细口玻璃瓶中。

A.1.3.5 加水到 16 L 刻度处,搅拌 1 h~2 h。

A.1.3.6 放置 1 d~2 d,使用前再次搅拌 30 min。

A.1.4 硫酸溶液,体积分数为 10%

A.1.4.1 用量筒量取 90 mL 水并转移到 250 mL 烧杯中。

A.1.4.2 用量筒或量杯量取大约 10 mL 浓硫酸。

A.1.4.3 小心地将浓硫酸倾入盛有 90 mL 水的 250 mL 烧杯中,同时用玻璃棒慢慢搅动,用已稀释的硫酸清洗量筒或量杯。

A.1.4.4 冷却至室温后,装入试剂瓶中。

A.1.5 可溶性淀粉溶液,质量分数为 1%

A.1.5.1 称取约 1 g 可溶性淀粉和 0.002 g 水杨酸于 100 mL 烧杯中。边加水边用玻璃搅拌棒搅拌使其呈稀糊状。

A.1.5.2 加约 100 mL 水于 250 mL 烧杯中并置于电加热板上加热至沸腾。加稀淀粉糊于沸水中搅拌至沸腾 2 min~3 min。冷却后加 2 g~3 g 碘化钾并搅拌至溶解。

A.1.6 碘酸钾基准溶液, $c(1/6 \text{KIO}_3)=0.039 4 \text{ mol/L}$

A.1.6.1 取适量的碘酸钾于温度为 125 °C 烘箱中干燥 1 h,取出放入干燥器中冷却至室温。

A.1.6.2 称取 1.405 4 g 碘酸钾于烧杯中,加水完全溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度并摇匀,将溶液转入棕色试剂瓶中并置于干燥避光处,用于标定硫代硫酸钠标准溶液。

A.1.7 碘化钾(KI) 溶液,质量分数为 20%

A.1.7.1 称取 20 g 碘化钾于烧杯中,准至 0.001 g。

A.1.7.2 用水完全溶解后,移入到 100 mL 容量瓶中,加水至刻度并摇匀。

注:碘化钾溶液有可能被氧化释放出碘,如果观察到黄色,则应废弃 KI 溶液。

A.2 溶液的标定

A.2.1 硫代硫酸钠标准溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=(0.039 4 \pm 0.000 08) \text{ mol/L}$

A.2.1.1 用碘酸钾基准溶液标定

吸取 20 mL 碘酸钾基准溶液于 150 mL 碘量瓶中,加约 5 mL 的 20% 碘化钾溶液和约 5 mL 硫酸

溶液于碘量瓶中,立即加盖充分摇匀,按 A.2.1.1.1 或 A.2.1.1.2 的操作步骤进行滴定,计算硫代硫酸钠标准溶液浓度。

A.2.1.1.1 数字滴定管滴定

用数字滴定管按下列步骤进行滴定:

- 将数字滴定管调至充液位置,将未标定的硫代硫酸钠标准溶液充入储存器,冲洗入口和输液管,然后转换至滴定位置并将计数器回零;
- 滴加硫代硫酸钠标准溶液直至碘量瓶中呈现浅黄色,用水冲洗滴定管尖部及瓶壁,加 5 滴淀粉溶液,继续滴加硫代硫酸钠标准溶液,直至蓝色或紫色近于消失,用水冲洗滴定管尖部及瓶壁,调计数器至 0.01 mL/s~0.02 mL/s 的增量,继续滴加直至溶液刚刚变为无色即为终点;
- 记录所消耗的滴定硫代硫酸钠标准溶液体积,再重复测定一次。按式(A.1)计算硫代硫酸钠标准溶液浓度:

$$c_1 = \frac{V_1 \times c_2}{V_2} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- c_1 ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 V_2 ——滴定消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
 c_2 ——碘酸钾基准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)($c_2=0.039\ 4$);
 V_1 ——取用碘酸钾基准溶液的体积,单位为毫升(mL)($V_1=20$)。

A.2.1.1.2 玻璃滴定管滴定

用玻璃滴定管按下列步骤进行滴定:

- 滴定管中充满未标定的硫代硫酸钠标准溶液,并从尖部放出 2 mL~3 mL,调至刻度线,滴定到碘量瓶中溶液呈浅黄色,用水冲洗滴定管尖部及瓶壁,加 5 滴淀粉溶液,继续滴加硫代硫酸钠标准溶液,直至蓝色或紫色近于消失,用水冲洗滴定管尖部及瓶壁,继续滴加直至溶液刚刚变为无色即为终点,记录所消耗的滴定硫代硫酸钠标准溶液体积,准至 0.01 mL,再重复测定一次;
- 按式(A.1)计算硫代硫酸钠标准溶液浓度。

A.2.1.1.3 硫代硫酸钠标准溶液浓度的调节

如果浓度高于 0.039 48 mol/L,加入 0.25 mL 水可使 1 L 溶液浓度降低 0.000 01 mol/L;如果浓度低于 0.039 32 mol/L,加入 0.002 5 g 硫代硫酸钠,可使 1 L 溶液浓度升高 0.000 01 mol/L。

A.2.2 碘溶液: $c(1/2\ I_2)=(0.047\ 3\pm0.000\ 1)\text{mol/L}$

A.2.2.1 用硫代硫酸钠标准溶液标定

A.2.2.1.1 吸取 20 mL 碘溶液于 250 mL 碘量瓶中,用已标定过的硫代硫酸钠标准溶液滴定,滴定到碘量瓶中溶液呈浅黄色,用水冲洗滴定管尖部及瓶壁,加 5 滴淀粉溶液,继续滴加硫代硫酸钠标准溶液,直至蓝色或紫色近于消失,用水冲洗滴定管尖部及瓶壁,继续滴加直至溶液刚刚变为无色即为终点,记录所消耗的滴定硫代硫酸钠标准溶液体积,准至 0.01 mL,再重复测定一次。

A.2.2.1.2 按式(A.2)计算碘溶液浓度:

$$c = \frac{c_s \times V_s}{V} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

c —— 碘溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_s —— 滴定消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_s —— 硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V —— 取用碘溶液的体积,单位为毫升(mL)($V=20$)。

A.2.2.1.3 碘溶液浓度的调节

如果浓度高于 0.047 4 mol/L,加入 0.21 mL 水,可使 1 L 溶液浓度降低 0.000 01 mol/L;如果浓度低于 0.047 2 mol/L,加入 1.27 mg 碘,可使 1 L 碘溶液的浓度升高 0.000 01 mol/L。也可以通过加浓碘溶液(见 4.1)进行调节,一般 0.023 5 mL 浓碘溶液可使 1 L 溶液浓度升高 0.000 01 mol/L。

A.3 用标准参比炭黑进行校正

A.3.1 普通炭黑吸碘值会随着放置时间的延长而降低。经特殊处理的标准参比炭黑(如 INR)随时间的放置,其吸碘值稳定,可通过测试标准参比炭黑确定吸碘值的准确性。

A.3.2 若测试 3 个 INR 中任何一个的吸碘值超出控制限(见表 A.1),则宜依据 GB/T 15338 查找原因并消除,若 3 个 INR 中的任何一个吸碘值仍超出控制限,则宜按 A.3.3~A.3.5 对测试结果进行校正。

注:试验室可以选用有相同作用的其他标准参比炭黑。

A.3.3 测试 3 个 INR 的吸碘值,每个测试 4 次。

A.3.4 用标准值(y 值)和测试值(x 值)进行回归分析,建立回归方程。

A.3.5 所有试样的校正值均使用回归方程进行校正;校正值=测量值 $\times$ 斜率+截距

A.3.6 当更换设备或使用不同批次的碘或硫代硫酸钠或硫代硫酸钠溶液贮存达到 30 d 时,应重新测试标准参比炭黑确认回归方程。

A.4 标准参比炭黑 INR 吸碘值控制限

见表 A.1。

表 A.1 标准参比炭黑 INR 吸碘值控制限

单位为克每千克

INR	平均值	S_r	$3S_r$	LCL	UCL
A	41.4	0.27	0.82	40.6	42.2
B	90.8	0.30	0.89	89.9	91.7
C	125.9	0.24	0.72	125.2	126.6

附 录 B

(资料性附录)

碘化钾含量的测定

B.1 概述

本附录规定通过蒸发碘溶液中的水和碘,以测定碘化钾的含量。当新购碘化钾和碘时,宜进行碘化钾含量的测定。只有正确的碘化钾或碘的浓度才能获得准确的吸碘值测试结果。本附录规定了碘溶液中碘化钾浓度的范围为 $(57 \pm 0.5) \text{ g/L}$ (见 4.2)。

B.2 仪器

B.2.1 烧杯,50 mL 或 150 mL。

B.2.2 干燥器。

B.2.3 单标线移液管,25 mL,符合 GB/T 12808—1991 中 A 级规定。

B.2.4 通风柜。

B.2.5 调温加热板。

B.2.6 分析天平,精度 0.1 mg。

B.3 分析步骤

B.3.1 将两只 50 mL 或 150 mL 烧杯置于 125 °C 的烘箱中干燥 1 h。

B.3.2 将烧杯移入干燥器中冷却 30 min。

B.3.3 称量烧杯并记录其质量 (m_3)。

B.3.4 分别于两个烧杯中移入 25 mL 碘溶液(0.0473 mol/L)。

B.3.5 在通风柜中,将烧杯放在调温加热板上,在沸点以下加热,除去水和碘。如果溶液飞溅造成损失,则废弃并重新测试。

注:当蒸发接近结束时,残留的固体将从棕色(碘)变为白色(碘化钾)。

B.3.6 当水和碘完全除去时,把烧杯放置在温度为 125 °C 的烘箱中干燥 1 h。

B.3.7 将烧杯放置干燥器中冷却 30 min。

B.3.8 称量带残留固体的烧杯并记录其质量 (m_4)。

B.4 结果计算

按式(B.1)计算碘化钾溶液的质量浓度:

$$\rho_{\text{KI}} = \frac{m_4 - m_3}{V_{01}} \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

ρ_{KI} ——碘化钾的含量,单位为克每升(g/L);

m_3 ——烧杯的质量,单位为克(g);

m_4 ——带残留物烧杯的质量,单位为克(g);

V_{01} ——用于本试验碘/碘化钾溶液的体积,单位为升(L)($V_{01}=0.025$)。

B.5 结果表示

碘化钾含量以每升碘溶液中所含碘化钾的质量表示,单位为克每升(g/L),报告测定结果的平均值,精确到 0.1 g/L。

附 录 C
(资料性附录)

本部分与 ASTM D 1510-11 相比的结构变化情况

本部分与 ASTM D 1510-11 相比在结构上有较多调整,具体章条编号对照情况见表 C.1。

表 C.1 本部分与 ASTM D 1510-11 的章条对照情况

本部分章条编号	对应的 ASTM D 1510-11 章条编号
1	1
2	2
3	3.1
—	3.2
—	4
4	6
5	5.1~5.15
—	5.16~5.20
—	6.5
—	7.1.1
6	9
7	—
8	10
—	11
9	12
10	14
11	13
A.1	A.1
A.2	7
A.3	8
A.3.2 注	—
A.4、表 A.1	—
附录 B	A.2
附录 C	—

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
炭黑 第1部分:吸碘值试验方法
GB/T 3780.1—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

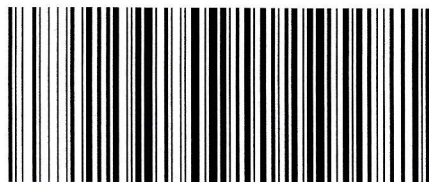
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 25 千字
2015年3月第一版 2015年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50940 定价 18.00 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)68510107



GB/T 3780.1—2015