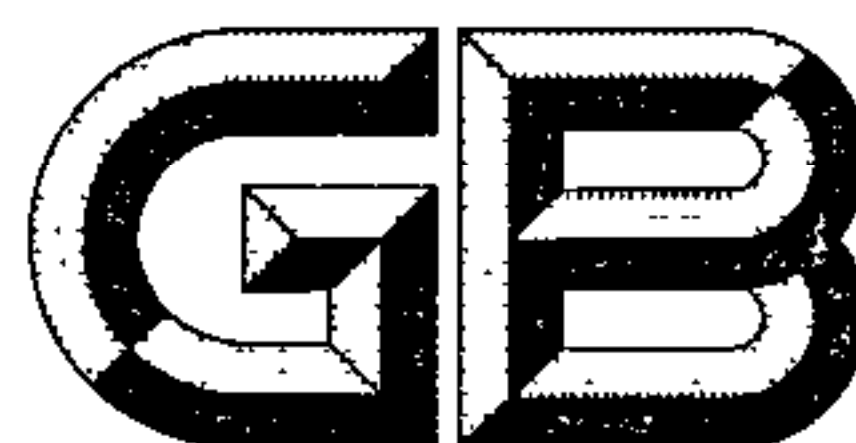




中华人民共和国国家标准

GB/T 3780.1—2006
代替 GB/T 3780.1—1998, GB/T 3781.7—1993

炭黑 第1部分：吸碘值试验方法

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

2006-08-01 发布

2007-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 3780《炭黑》分为如下几个部分：

- 第 1 部分：吸碘值试验方法；
- 第 2 部分：邻苯二甲酸二丁酯吸收值的测定；
- 第 4 部分：邻苯二甲酸二丁酯吸收值测定方法和试样制备(压缩试样)；
- 第 5 部分：比表面积测定 CTAB 法；
- 第 6 部分：着色强度试验方法；
- 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：在天然橡胶中的配方及鉴定方法；
- 第 21 部分：橡胶配合剂筛余物的测定 水冲洗法。

本部分是 GB/T 3780 的第 1 部分。

本部分修改采用 ASTM D1510:2003《炭黑吸碘值标准试验方法》(英文版)。

本部分代替 GB/T 3780.1—1998《橡胶用炭黑吸碘值试验方法》和 GB/T 3781.7—1993《乙炔炭黑吸碘值的测定》，因为国际上的发展原标准在技术上已过时。

本部分根据 ASTM D1510:2003 重新起草。为了方便比较，在资料性附录 D 中列出了本国家标准条款和国外先进标准条款的对照一览表。

由于我国法律要求和工业的特殊需要，本部分在采用国外先进标准时进行了修改。本部分与 ASTM D1510:2003 的主要差异如下：

- 引用了 ASTM D1510:2003 中引用的 D4483、D1799、D1900、D4821 对应的我国国家标准 GB/T 15338、GB 3778、GB/T 3782，增加了 GB/T 8170，这是为了方便我国标准使用者(本部分第 2 章)；
- 增加试剂碘化汞，因微生物易使硫代硫酸钠溶液变质，加入碘化汞可防腐(本部分的 4.1)；
- 规定测试条件的温度为 $(27 \pm 5)^\circ\text{C}$ ，这是由于温度变化过大会导致试验用溶液浓度发生变化(本部分第 7 章)；
- 在表 1 中增加乙炔炭黑试样量与加入的碘标准溶液的对应关系，表 2 增加乙炔炭黑称样量(本部分的 8.2.1, 8.3.1)；
- 删除第 8 章，因我国无市售的碘溶液和硫代硫酸钠溶液；
- A 法的计算公式中用硫代硫酸钠标准溶液的浓度代替碘标准溶液的浓度，这样的公式更科学(本部分的 9.1)；
- 增加测试结果的数据处理的规定(本部分 9.3)；
- 删除 16.1~16.4、16.7 关于精密度、偏差的定义及具体计算方法，因为如何计算方法的精密度另有国家标准进行规定；
- 附录 A 中增加溶液的标定方法，为防止碘酸钾基准溶液变黄，改变碘酸钾基准溶液的配制方

法(本部分的附录 A)。

为便于使用,本部分还做了下列编辑性修改:

- a) “本标准”一词改为“本部分”;
- b) 删除范围中方法 B 的计算公式来源的说明,及对标准中单位使用情况的说明;
- c) 增加资料性附录 B“炭黑比表面积与称样量及试样量与碘标准溶液比率的新划分法”;
- d) 增加资料性附录 C“SRB6 系列标准参比炭黑吸碘文献值”;
- e) 增加资料性附录 D“本部分章条编号与 ASTM D1510:2003 章条编号对照”;
- f) 删除第 17 章“主题词”。

本部分与 GB/T 3780.1—1998 和 GB/T 3781.7—1993 相比主要变化如下:

- 规范性引用文件中增加 GB/T 3782《乙炔炭黑》和 GB/T 15338《炭黑试验方法精密度和偏差的确认》(本版的第 2 章);
- 修改测试条件为 $(27\pm 5)^{\circ}\text{C}$ (本版的第 7 章);
- 在表 1 及表 2 中增加乙炔炭黑的称样量及试样量与加入的碘标准溶液的对应关系(GB/T 3780.1—1998 的 7.1.2、7.2.2;本版的 8.2.1、8.3.1);
- A 法的计算公式中用硫代硫酸钠标准溶液的浓度代替碘标准溶液的浓度(GB/T 3780.1—1998 的 7.1.6;本版的 9.1);
- 精密度用相对误差代替绝对误差,即“重复性:同一实验室两次试验结果之差不超过其平均值的 2.49%。”、“再现性:不同实验室两个试验结果之差不超过其平均值的 5.21%。”(GB/T 3780.1—1998 的第 9 章,GB/T 3781.7—1993 的 8.2;本版的第 10 章);
- 增加对试验结果的报出形式的要求[本版的 11f)];
- 附录 A 中,为防止碘酸钾基准溶液变黄,改变碘酸钾基准溶液的配制方法(GB/T 3780.1—1998 的 A1.8.1,GB/T 3781.7—1993 的 5.2;本版的 A.1.7.2);
- 取消了“用 As_2O_3 标定 I_2 溶液的方法”及“用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 基准物标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的方法”(GB/T 3780.1—1998 的 A2.2.2);
- 增加资料性附录 B“炭黑比表面积与称样量及试样量与碘标准溶液比率的新划分法”;
- 增加资料性附录 C“SRB6 系列标准参比炭黑吸碘文献值”;
- 增加资料性附录 D“本部分章条编号与 ASTM D1510:2003 章条编号对照”。

本部分的附录 A 是规范性附录,附录 B、附录 C、附录 D 是资料性附录。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

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、苏州宝化炭黑有限公司、天津海豚炭黑有限公司。

本部分主要起草人:余艳、王定友、沈伟光、陈庆刚、刘金。

本部分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 3781.7—1983、GB/T 3781.7—1993。

炭黑 第 1 部分:吸碘值试验方法

警告——使用本部分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 的本部分规定了橡胶用炭黑及乙炔炭黑吸碘值的试验方法。
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。
注:有表面多孔性、挥发性和抽出物存在时会影响吸碘值。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 3780 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

- GB 3778 橡胶用炭黑
- GB/T 3782 乙炔炭黑
- GB/T 8170 数值修约规则
- GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管
- GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶
- GB/T 15338 炭黑试验方法精密度和偏差的确认

3 原理

以规定浓度的碘标准溶液浸润定量的炭黑试样,并使其充分混合,待达到吸附平衡后,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 碘化汞。
- 4.2 正戊醇。
- 4.3 可溶性淀粉溶液,10 g/dm³, 配制见 A. 1. 6。
- 4.4 硫酸溶液,体积分数是 10%,配制见 A. 1. 5。
- 4.5 碘化钾溶液,111 g/dm³,配制见 A. 1. 8。
- 4.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.039\ 4\ \text{mol/dm}^3$,配制见 A. 1. 3,标定见 A. 2. 1。
- 4.7 碘标准溶液, $c(1/2\text{I}_2)=0.047\ 3\ \text{mol/dm}^3$,配制见 A. 1. 2,标定见 A. 2. 2。
- 4.8 碘酸钾基准溶液,配制见 A. 1. 7。

5 仪器

实验室常规仪器设备及以下设备。

- 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 $(125\pm5)^\circ\text{C}$ 。

- 5.3 离心机,转数在 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 cm³。
- 5.6 滴定管,可选用以下两种类型:
 - 5.6.1 数字滴定管,容量为 50 cm³,计数器增量为 0.01 cm³,可调节至零位。
 - 5.6.2 棕色玻璃滴定管,容量 25 cm³ 或 50 cm³,GB/T 12805 A 级。
- 5.7 容量瓶,容量 1 000 cm³,GB/T 12806 A 级。
- 5.8 漏斗,大直径具有标准锥度,接口能与 1 000 cm³ 容量瓶相匹配。
- 5.9 碘量瓶,150 cm³。

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±2)℃、相对湿度(50±5)%或温度(27±5)℃、相对湿度(65±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在 125℃烘箱(5.2)中干燥 1 h。并置于干燥器中冷却至室温。
- 8.2 A 法(仲裁方法)
 - 8.2.1 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

吸碘值范围/ (g/kg)	试样量/ g	试样量(g)与碘标准溶液(cm ³)比率
0~130.9	0.500 0	1 : 50
乙炔炭黑	0.500 0	1 : 100
131.0~280.9	0.250 0	1 : 100
281.0~520.9	0.125 0	1 : 200
521.0 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,则应以实测值按表 1 中对应的试样量重新试验。 注 2: 粉状炭黑试样在干燥称量前应压实。 注 3: 表中规定的试样量所对应的碘标准溶液量为 25 cm ³ 。在符合表中规定的试样量与碘标准溶液比率的情况下,最大允许试样量为 1.000 0 g,随着试样量 and 对应溶液量的增加,应选用适当容量的离心瓶,以保证振摇效果。		

- 8.2.2 吸取 25 cm³ 碘标准溶液(乙炔炭黑吸取 50 cm³ 碘标准溶液)(4.7)于离心瓶(5.5)中,加塞。在振荡机(5.4)上振荡 1min,立即离心分离。粒状炭黑试样分离时间为 1min,粉状为 3min。
- 8.2.3 轻轻地倾出清液,如果有一个以上试样应将清液倾入洁净、干燥的细口瓶中并立即加塞。
- 8.2.4 吸取 20 cm³ 清液于碘量瓶(5.9)中,以硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.6)用数字滴定管(5.6.1)或玻璃滴定管(5.6.2)分别按下述步骤进行滴定。
 - 8.2.4.1 数字滴定管滴定
 - 8.2.4.1.1 调开关至充液位置,使滴定管充满硫代硫酸钠标准滴定溶液,用此溶液冲洗入口及输液管。

- 8.2.4.1.2 调至滴定位置,使计数器回零并用薄绢纸擦净管尖部。
- 8.2.4.1.3 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定碘液至浅黄色,用水冲洗滴定管尖部及瓶壁。加 5 滴淀粉溶液(4.3),继续滴加硫代硫酸钠标准滴定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 cm^3 ,继续滴加直至溶液变为无色即为终点。
- 8.2.4.1.4 记录滴定管读数,准至 0.01 cm^3 。
- 8.2.4.1.5 吸取 20 cm^3 碘标准溶液做空白试验,取两次结果的平均值。空白试验硫代硫酸钠标准溶液消耗量若为 $(24.00\pm0.05)\text{ cm}^3$,则两种溶液均符合规定,否则重新核查两种溶液浓度。

注:同一天没更换新的溶液,空白试验仅需要进行一次平行测定。

- 8.2.4.2 用玻璃滴定管滴定
- 8.2.4.2.1 取洁净的 25 cm^3 的滴定管注满硫代硫酸钠标准滴定溶液,调至零点,用薄绢纸擦净滴定管尖部,滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液至浅黄色。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滴定溶液直至最后变为无色即为终点。
- 8.2.4.2.2 记录滴定管读数,准至 0.01 cm^3 。
- 8.2.4.2.3 按 8.2.4.1.5 做空白试验。

8.3 B 法

- 8.3.1 按表 2 规定称取定量干燥炭黑试样于离心瓶中(精确到 0.1 mg)。

表 2

吸碘值范围/ (g/kg)	试样量/ g
0.0~130.9	0.800 0
131.0~280.9(含乙炔炭黑)	0.400 0
281.0~520.9	0.200 0
521.0 以上	0.100 0
注 1: 如果按预计的吸碘值所确定的试样量的测定结果不在规定范围内,则应以按表 2 中对应的试样量重新试验。	
注 2: 粉状炭黑试样在干燥称量前应压实。	

- 8.3.2 吸取 40 cm^3 碘标准溶液于离心瓶中,立即加塞,在振荡机上振荡 1 min ,立即取下用离心机离心分离,粒状炭黑试样分离时间为 1 min ,粉状为 3 min 。
- 8.3.3 从离心瓶中轻轻倾出清液,如果有一个以上的炭黑试样,其清液应入洁净、干燥的细口瓶中并立即加塞。
- 8.3.4 吸取 25 cm^3 清液于碘量瓶中,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。用数字滴定管或玻璃滴定管分别按下述步骤进行滴定。
- 8.3.4.1 用数字滴定管滴定
- 8.3.4.1.1 调开关至充液位置,使滴定管充满硫代硫酸钠标准滴定溶液,用此溶液冲洗入口及输液管。
- 8.3.4.1.2 调至滴定位置,使计数器回零并用薄绢纸擦净尖部。
- 8.3.4.1.3 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定碘液至浅黄色,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滴定溶液直到蓝色近于消失时,再用水冲洗滴定管尖部及瓶壁,调计数器,使其增量为 0.01 cm^3 ,继续滴加直至溶液变为无色即为终点。
- 8.3.4.1.4 记录滴定管读数,准至 0.01 cm^3 。
- 8.3.4.1.5 吸取 25 cm^3 碘标准溶液做空白试验,取两次结果的平均值。空白试验硫代硫酸钠标准溶液消耗量若为 $(30.00\pm0.05)\text{ cm}^3$,则两种溶液均符合规定,否则重新核查两种溶液浓度。
- 8.3.4.2 用玻璃滴定管滴定

8.3.4.2.1 取洁净的 25 cm³ 的滴定管注满硫代硫酸钠标准滴定溶液,调至零点,用薄绢纸擦净滴定管尖部,滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液至浅黄色。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滴定溶液直至最后变为无色即为终点。

8.3.4.2.2 记录滴定管读数,准至 0.01 cm³。

8.3.4.2.3 按 8.3.4.1.5 做空白试验。

8.4 硫代硫酸钠标准溶液应定期按 GB/T 15338 的规定进行校准。

9 结果计算

吸碘值以每千克炭黑吸附碘的质量(以克计)表示(g/kg)。

9.1 用 A 法测定时按式(1)进行计算:

$$I = \frac{V_0 - V_1}{V_{11}} \times V_{01} \times c \times \frac{126.91}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- I——吸碘值,单位为克每千克(g/kg);
- V₀——滴定空白碘溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为立方厘米(cm³);
- V₁——滴定炭黑试样碘所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为立方厘米(cm³);
- V₀₁——吸取原始碘溶液体积,单位为立方厘米(cm³);
- V₁₁——完成吸附后分离液的取用体积,单位为立方厘米(cm³);
- m——炭黑试样质量,单位为克(g);
- c——硫代硫酸钠溶液(4.6)浓度,单位为摩尔每立方分米(mol/dm³);

126.91——碘原子的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)。

9.2 用 B 法测定时按式(2)~式(5)进行计算:

试样质量为 0.800 0 g $I = (V_0 - V_1) \times 10 \dots\dots\dots(2)$
试样质量为 0.400 0 g $I = (V_0 - V_1) \times 20 \dots\dots\dots(3)$
试样质量为 0.200 0 g $I = (V_0 - V_1) \times 40 \dots\dots\dots(4)$
试样质量为 0.100 0 g $I = (V_0 - V_1) \times 80 \dots\dots\dots(5)$

式中:

- I——吸碘值,单位为克每千克(g/kg);
- V₀——滴定空白试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为立方厘米(cm³);
- V₁——滴定炭黑试样碘标准溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为立方厘米(cm³)。

9.3 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。

9.4 应使用 SRB6 系列标准参比炭黑按 GB/T 15338 的规定进行校验,SRB6 系列标准参比炭黑吸碘文献值参见附录 C。

10 精密度

- 10.1 重复性:同一实验室两次试验结果之差不超过其平均值的 2.49%。
- 10.2 再现性:不同实验室两个试验结果之差不超过其平均值的 5.21%。

11 试验报告

- 试验报告包括以下内容:
- a) 试样名称及标识;
 - b) 本试验依据的标准;

- c) 试样质量；
- d) 加入的碘标准溶液的体积；
- e) 碘标准溶液的空白值及滴定试样所消耗的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的体积；
- f) 试验结果(均值或中位数、测试次数)；
- g) 所用试验步骤(A 法或 B 法)、滴定方式及与基本分析步骤的差异；
- h) 试验中的异常现象；
- i) 试验日期。

附 录 A
(规范性附录)
溶液的配制及标定

A.1 溶液的配制

A.1.1 碘标准溶液: $c(1/2I_2)=0.472\ 8\ \text{mol/dm}^3$

A.1.1.1 称取 1 140 g 碘化钾于 1 000 cm^3 烧杯中,从中取出约 850 g 碘化钾,用蒸馏水完全溶解并达室温后通过大径漏斗置于洁净的 2 000 cm^3 容量瓶中。

A.1.1.2 从 1 000 cm^3 烧杯中再称取 50 g 碘化钾于 250 cm^3 烧杯中加适量水溶解。加 300 cm^3 水溶解剩余在 1 000 cm^3 烧杯中的碘化钾。

A.1.1.3 用具磨口塞的高型称量瓶称取 120.0 g 碘,溶于 1 000 cm^3 烧杯的碘化钾溶液中,再通过大径漏斗转入 2 000 cm^3 容量瓶中。

注:称量碘时称量瓶与塞一起称,转移碘需用瓷勺。

A.1.1.4 用 250 cm^3 烧杯中的碘化钾溶液(A.1.1.2)连续冲洗称量瓶,将其内壁粘附的碘冲洗至 2 000 cm^3 容量瓶中,直至称量瓶无色。

A.1.1.5 用蒸馏水将 2 000 cm^3 容量瓶(A.1.1.1)中的溶液稀释至刻度。

A.1.1.6 转移溶液至棕色瓶中停放 12 h 以上。转移前需搅拌 5 min。

A.1.2 碘标准溶液: $c(1/2I_2)=0.047\ 3\ \text{mol/dm}^3$

可用 2 000 cm^3 的碘标准溶液 $c(1/2I_2)=0.472\ 8\ \text{mol/dm}^3$ 准确稀释 10 倍,制备出 20 dm^3 的碘标准溶液 $c(1/2I_2)=0.047\ 3\ \text{mol/dm}^3$ 或按下述步骤制备。

A.1.2.1 称取 912g 碘化钾于 1 000 cm^3 烧杯中,从中取出约 700 g 的碘化钾通过大径漏斗于 20 dm^3 玻璃容器中,加水浸没并振摇溶解后静置至室温。

A.1.2.2 从 1 000 cm^3 烧杯中再称取 50 g 碘化钾于 250 cm^3 烧杯中加适量的水溶解。加 300 cm^3 水溶解剩余在 1 000 cm^3 烧杯中的碘化钾。

A.1.2.3 用具磨口塞的高型称量瓶称取 96.000 g 碘,通过大径漏斗用 1 000 cm^3 烧杯中碘化钾溶液冲洗碘入 20 dm^3 的玻璃容器中。

A.1.2.4 用 250 cm^3 烧杯中的碘化钾溶液连续冲洗粘附在称量瓶中的碘于 20 dm^3 玻璃容器中,直至称量瓶无色。

A.1.2.5 以 2 $\text{dm}^3\sim 3\ \text{dm}^3$ 增量加水并随之搅拌直至略低于 15 dm^3 刻度线后,置于磁力搅拌器上中速搅拌 30 min $\sim$ 60 min,再加水至 16 dm^3 刻度线,剧烈振摇后置于磁力搅拌器上搅拌 12 h 以上。

注:需用溶液量较小时,可按比例缩小配制量。

A.1.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.039\ 4\ \text{mol/dm}^3$

A.1.3.1 加约 4 dm^3 水于 16 dm^3 玻璃容器中,称量 156.5 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\cdot 5\text{H}_2\text{O}$)通过大径漏斗冲洗入 16 dm^3 玻璃容器中,加 0.16 g 碘化汞或 80 cm^3 正戊醇搅拌至硫代硫酸钠固体溶解,再加水至 16 dm^3 刻度线。

A.1.3.2 置玻璃容器于磁力搅拌器上搅拌 1 h $\sim$ 2 h,停放 1 d $\sim$ 2 d。用前需搅拌 0.5 h。

注:需用溶液量较少时,可按比例缩小配制量。

A.1.4 碘化钾溶液:111 g/ dm^3

称 10g 碘化钾于细颈瓶中,用量筒加 90 cm^3 水充分混合到溶解。

A.1.5 硫酸溶液:体积分数是 10%

用量筒量取 90 cm^3 水于洁净的 250 cm^3 烧杯中,量取 10 cm^3 浓硫酸缓慢加入 250 cm^3 烧杯中并轻

轻地搅拌混合。用稀硫酸洗涤硫酸量筒,混合冷却至室温后,倾入细口瓶中备用。

A.1.6 可溶性淀粉溶液:10 g/dm³

A.1.6.1 称约1 g可溶性淀粉和0.002 g水杨酸于100 cm³烧杯中,边加水边用玻璃搅拌棒搅拌使其呈稀糊状。

A.1.6.2 加约100 cm³水于250 cm³烧杯中并置于电加热板上加热至沸。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的碘化钾并搅拌至溶解。

A.1.7 碘酸钾基准溶液: $c(1/6\text{KIO}_3)=0.039\ 4\ \text{mol/dm}^3$

A.1.7.1 取适量的碘酸钾于125℃烘箱中烘1 h,取出放入干燥器中冷却至室温。

A.1.7.2 称取1.405 4 g新干燥的碘酸钾,溶解后准确稀释至1 000 cm³。该溶液应盛于棕色试剂瓶中并置于干燥的暗处。用于标定硫代硫酸钠标准溶液。

A.1.8 碘化钾溶液:质量分数为20%

用少量无CO₂的蒸馏水溶解20.0 g碘化钾,移至100 cm³的容量瓶中,定容。

A.2 溶液的标定

A.2.1 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=(0.039\ 4\pm0.000\ 08)\text{mol/dm}^3$

用碘酸钾基准溶液(A.1.7)标定。

准确吸取20 cm³碘酸钾基准溶液于150 cm³碘量瓶中,加入新配制的质量分数为20%的碘化钾溶液(A.1.8)5.0 cm³。用小量筒量取用5 cm³硫酸溶液(4.4)于碘量瓶中,立即加盖充分混合,按A.2.1.1或A.2.1.2的操作步骤进行滴定。计算硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度。

A.2.1.1 用数字滴定管滴定硫代硫酸钠标准滴定溶液

- a) 将数字滴定管调至充液位置,将未经标定的硫代硫酸钠标准滴定溶液充入储存器,冲洗入口和输液管,然后转换至滴定位置并将计数器回零。
- b) 滴加硫代硫酸钠标准滴定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滴定溶液,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 cm³的增量,继续滴加直至溶液无色即为终点。
- c) 记录滴定体积,再做一次平行测定。按式(A.1)计算硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度:

$$c = \frac{20 \times 0.039\ 4}{V} \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

- c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每立方分米(mol/dm³);
- 20——碘酸钾基准溶液体积的数值,单位为立方厘米(cm³);
- V ——所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为立方厘米(cm³);
- 0.0394——碘酸钾基准溶液浓度的数值,单位为摩尔每立方分米(mol/dm³)。

A.2.1.2 用玻璃滴定管标定硫代硫酸钠标准滴定溶液

- a) 滴定管中充满未标定的硫代硫酸钠标准滴定溶液,并从尖部放出2 cm³~3 cm³,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滴定溶液直至蓝色恰好消失,即为终点。记录滴定体积,准至0.01 cm³,再做一次平行测定。
- b) 按式(A.1)计算硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度。

A.2.2 碘标准溶液: $c(1/2\text{I}_2)=(0.047\ 3\pm0.000\ 03)\text{mol/dm}^3$

用硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度标定。

A.2.2.1 吸取20 cm³碘标准溶液(A.1.1)于250 cm³碘量瓶中,用已标定过的硫代硫酸钠标准滴定溶液(A.2.1)滴定,当碘液黄色近于消失时,加5滴淀粉溶液,继续滴定至蓝色刚好消失即为终点。

A.2.2.2 按式(A.2)计算碘标准溶液浓度:

$$c = \frac{0.039\ 4V}{20} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- c——碘标准溶液浓度的数值,单位为摩尔每立方分米(mol/dm³);
- V——滴定消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为立方厘米(cm³);
- 0.039 4——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每立方分米(mol/dm³);
- 20——碘标准溶液体积的数值,单位为立方厘米(cm³)。

附 录 B
(资料性附录)

炭黑比表面积与称样量及试样量与碘标准溶液比率的新划分法

炭黑比表面积与称样量及试样量与碘标准溶液比率的新划分法见表 B. 1：

表 B. 1

品种	吸碘值范围/ (g/kg)	试样量/ g	试样量(g)与碘标准溶液(cm ³)比率
N500~N900(N582 除外)	0.0~59.9	0.500 0	1 : 50
乙炔炭黑	≥90.0	0.250 0	1 : 200
N100~N300、N582	60.0~199.9	0.125 0	1 : 100
N472 等	200.0~499.9	0.062 5	1 : 400
特殊品种	500.0~1 500.0	0.025 0	1 : 1 000
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，则应以实测值按表 1 中对应的试样量重新试验。			
注 2：粉状炭黑试样在干燥称量前应压实。			
注 3：表中规定的试样量所对应的碘标准溶液量为 25 cm ³ 。在符合表中规定的试样量与碘标准溶液比率的情况下，最大允许试样量为 1.000 0 g，随着试样量 and 对应溶液量的增加，应选用适当容量的离心瓶，以保证振摇效果。			

其余分析步骤同第 8 章。

附 录 C
(资料性附录)

SRB6 系列标准参比炭黑吸碘文献值

表 C.1 给出了 SRB6 系列标准参比炭黑吸碘文献值表。

表 C.1 SRB6 系列标准参比炭黑吸碘文献值表

检测项目	A6	B6	C6	D6	E6	F6
吸碘值/ (g/kg)	137.2±3.00	117.9±2.28	82.4±1.08	26.5±1.06	35.3±1.62	33.1±1.44

附 录 D
(资料性附录)

本部分章条编号与 ASTM D1510:2003 章条编号对照

表 D.1 给出了本部分章条编号与 ASTM D1510:2003 章条编号对照一览表。

表 D.1 本部分章条编号与 ASTM D1510:2003 章条编号对照

本部分章条编号	对应的国外先进标准章条编号
警告	1.4
1	1.1、1.3、4.1
—	1.2
3	3.1
4 章的悬置段	6.1、6.8
4.1	—
4.2	A.1.3.3
4.3	A.1.7.1
4.4	6.7
4.5	6.6
4.6	6.5
4.7	6.3
4.8	6.4
—	6.2
5.1	5.5
5.3	5.6
5.4	5.11
5.5	5.1
5.6	5.3
5.9	5.14
—	5.4
—	5.9
—	5.10
—	5.12
—	5.13
—	5.14
6	7.1
7	—
—	8
8.1	10.1、12.1

表 D. 1(续)

本部分章条编号	对应的国外先进标准章条编号
8.2.1	10.2
8.2.2	10.3~10.5
8.2.3	10.6
8.2.4	10.7
8.3.1	12.2
8.3.2	12.3~12.5
8.3.3	12.6
8.3.4	12.7
8.4	15.2
9.1	11.1
9.2	13.1
9.3	—
9.4	15
—	16.1~16.4、16.7
10.1	16.5
10.2	16.6
11	14.1
—	17
附录 A	9 和附录 A.1
附录 B	—
附录 C	—
附录 D	—
注：表中的章条以外的本部分其他章条与 ASTM D1510:2003 其他章条编号均相同且内容相对应。	
