

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-79
	Sadza	6048-02.07
	Oznaczanie liczby jodowej	29
		Grupa katalogowa X 49

**1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest metoda oznaczania liczby jodowej sadzy w celu określenia stopnia rozwinięcia powierzchni właściwej sadz różnego typu.

**2. Zakres stosowania metody.** Metodę oznaczania liczby jodowej można stosować do sadz, które zawierają do 1,5% części lotnych i 0,25% ekstraktu acetonowego bez ich odgazowywania, natomiast inne należy odgazowywać (np. sadza aktywna kanałowa).

**3. Zasada metody** polega na oznaczaniu masy jodu zaadsorbowanego przez sadzę z roztworu wodnego.

#### 4. Aparatura i przyrządy

- Suszarka elektryczna z regulacją temperatury.
- Wirówka.
- Wstrząsarka mechaniczna o częstotliwości około 240 wstrząsów na 1 min.
- Elektryczny piec z termoregulatorem.
- Tygle z pokrywkami o średnicy 36 mm (pojemność 25 cm<sup>3</sup>)
- Sito o boku oczka kwadratowego 0,16 mm.
- Eksykator.

#### 5. Odczynniki i roztwory

- Woda destylowana o pH 6,5 ÷ 7,2.
- Jodek potasowy, cz. d. a.
- Jodan potasowy cz. d. a., roztwór 0,03941N. Jodan potasowy wysuszyć w ciągu 1h w temperaturze 120±5°C i ostudzić w eksykatorze do temperatury otoczenia. 45 g jodku potasowego, odważonego z dokładnością do 0,1 g, rozpuścić w około 200 cm<sup>3</sup> wody destylowanej w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>.

Do tej samej kolby dodać 1,4058 g świeżo wysuszonego jodanu potasowego, odważonego z dokładnością do 0,0001 g. Po rozpuszczeniu jodanu zawartość kolby rozcieńczyć wodą do objętości 1000 cm<sup>3</sup> i dobrze wymieszać.

- Alkohol n-amyłowy, cz. d. a.
- Kwas siarkowy, cz. d. a., roztwór około 4N.
- Jodek rtęci (HgJ<sub>2</sub>) cz. d. a.

g) Skrobia, roztwór: 2,5 g skrobi rozpuszczalnej oraz 2 mg jodku rtęci wymieszać w zlewce pojemności 50 cm<sup>3</sup> z 25 cm<sup>3</sup> wody. Zawiesinę wlać do 1000 cm<sup>3</sup> wrzącej wody, mieszając roztwór przez cały czas i kontynuować ogrzewanie do wrzenia co najmniej przez dalsze 5 min. Po oziębieniu do temperatury pokojowej zdekantować przezroczysty roztwór do ciemnej butli z doszlifowanym korkiem. Roztwór można przechowywać przez 30 dni.

h) Tiosiarczan sodowy, cz. d. a., roztwór 0,03941N. W kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup> rozpuścić w około 500 cm<sup>3</sup> wody, 9,79 g tiosiarczanu sodowego (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 5H<sub>2</sub>O), odważonego z dokładnością do 0,005 g. Dodać 5 cm<sup>3</sup> alkoholu n-amyłowego, uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać.

Miano roztworu nastawić po 24 h od chwili jego przygotowania w następujący sposób: do kolby stożkowej pojemności 250 cm<sup>3</sup> odmierzyć pipetą 25 cm<sup>3</sup> roztworu jodanu potasowego oraz 3 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego. Wydzielony jod miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego do chwili, gdy zabarwienie miareczkowanego roztworu stanie się jasnożółte. Wówczas dodać do kolby około 5 cm<sup>3</sup> roztworu skrobi i kontynuować miareczkowanie do momentu, w którym po dodaniu 1 kropli roztworu tiosiarczanu sodowego nastąpi całkowity zanik niebieskiego zabarwienia. Od czytać wskazania biurety z dokładnością do 0,05 cm<sup>3</sup>.

Normalność roztworu tiosiarczanu sodowego (N<sub>1</sub>) obliczyć wg wzoru

$$N_1 = \frac{25 \cdot 0,03941}{V_2} \quad (1)$$

w którym:

V<sub>2</sub> – objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

0,03941 – założona normalność roztworu tiosiarczanu sodowego.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia PETROCHEMIA dnia 21 grudnia 1979 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1980 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1980 poz. 36)

Mianowany roztwór tiosiarczanu sodowego można przechowywać w ciemnej butli z doszlifowanym korkiem najwyżej przez 30 dni.

i) Jod cz. d. a. roztwór 0,04728N, 57 g jodku potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup> i rozpuścić w około 30 cm<sup>3</sup> wody. Odważyć 6,01 g jodu z dokładnością do 0,005 g i przenieść szybko do tej samej kolby a następnie zawartość jej rozcieńczyć wodą do kreski i dobrze wymieszać.

Miano roztworu nastawić po 24 h od chwili jego przygotowania w następujący sposób: do kolby stożkowej pojemności 250 cm<sup>3</sup> odmierzyć pipetą 25 cm<sup>3</sup> roztworu jodu i miareczkować mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego do chwili, gdy zabarwienie roztworu w kolbie stanie się jasnożółte. Wówczas dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu skrobi i kontynuować miareczkowanie do zaniku niebieskiego zabarwienia.

Normalność roztworu jodu ( $N_2$ ) obliczyć wg wzoru

$$N_2 = \frac{V_1 \cdot N_1}{25} \quad (2)$$

w którym:

$V_1$  - objętość tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

$N_1$  - normalność roztworu tiosiarczanu sodowego wg wzoru (1).

Normalność roztworu jodu powinna mieścić się w granicach 0,04723 ÷ 0,04733. W przypadku normalności mniejszej niż dolna granica, należy sporządzić nowy roztwór jodu z większą naważką niż podana w przepisie. Natomiast gdy normalność przekracza górną granicę, ilość wody ( $W$ ), którą należy dodać w celu uzyskania pożądanej normalności obliczyć wg wzoru

$$W = \left[ \frac{V_3 \cdot N_2}{N_3} \right] - V_3 \quad (3)$$

w którym:

$V_3$  - objętość mianowanego roztworu jodu, cm<sup>3</sup>,

$N_2$  - normalność roztworu jodu oznaczana w wypiku miareczkowania tiosiarczanu sodowego wg wzoru (2),

$N_3$  - pożądana normalność roztworu jodu (0,04728).

Po dodaniu obliczonej ilości wody do wyjściowego roztworu jodu, roztwór należy dobrze wymieszać w zamkniętej kolbie i sprawdzić jego normalność.

Mianowany roztwór jodu można przechowywać w ciemnej butelce z doszlifowanym korkiem pojemności 1000 cm<sup>3</sup> najwyżej przez 2 dni.

**6. Odgazowanie sadzy.** Sadze, które zawierają więcej niż 1,5% części lotnych i 0,25% ekstraktu acetonowego, należy odgazowywać w następujący sposób: wyprażony do stałej masy tygiel napełnić przesianą przez sito i wysuszoną sadzą tak, aby różnica między wysokością napełnienia a wysokością tygla wynosiła 2 mm. Powierzchnię sadzy w ty-

glu wyrównać stukając dnem tygla o powierzchnię stołu. Napełniony tygiel przykryć przykrywką, wstawić do pieca ogrzanego uprzednio do temperatury 950°C i w tej temperaturze prażyć sadzę w ciągu 7 min. Po upływie tego czasu tygiel wyjąć i umieścić w eksykatorze do ochłodzenia.

**7. Wykonanie oznaczania.** Przed przystąpieniem do oznaczania liczby jodowej próbkę sadzy przygotowanej wg BN-79/6048-03 należy przesiać przez sito o ile przewiduje to norma przedmiotowa, wysuszyć w temperaturze 105 ± 5°C do stałej masy i ochłodzić w eksykatorze do temperatury pokojowej.

Do naczynia wirówki odważyć z dokładnością do 0,0001 g w obecności środka osuszającego następujące ilości sadzy:

- 0,5 g, jeśli liczba adsorpcji jodu nie jest większa niż 135 mg/g,

- 0,25 g, jeśli liczba adsorpcji jodu mieści się w granicach 136 ÷ 500 mg/g,

- 0,125 g, jeśli liczba adsorpcji jodu jest większa niż 500 mg/g, po czym naczynie zamknąć korkiem.

Do naczynia z próbką odmierzyć pipetą 25 cm<sup>3</sup> roztworu jodu, natychmiast zamknąć korkiem i wytrząsać w ciągu 1 min na wytrząsarce mechanicznej, a następnie próbkę odwirować z prędkością około 1000 obr/min w ciągu 1 min w przypadku sadzy granulowanej lub 3 min w przypadku sadzy niegranulowanej. Następnie zdekantować całkowitą ilość roztworu do zlewki i pobrać pipetą 20 cm<sup>3</sup> roztworu do kolby pojemności 250 cm<sup>3</sup>. Zawartość kolby miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego do chwili, gdy zabarwienie stanie się jasnożółte. Wówczas dodać około 5 cm<sup>3</sup> skrobi i dalej miareczkować do momentu, gdy po dodaniu kropli roztworu tiosiarczanu sodowego zniknie niebieskie zabarwienie. Wskazania biurety odczytywać z dokładnością do 0,05 cm<sup>3</sup>.

W przypadku braku wirówki oznaczanie należy wykonać wprowadzając następujące zmiany:

- próbkę sadzy waży się w kolbie stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> z doszlifowanym korkiem,

- po ukończeniu wytrząsania próbkę pozostawić na 5 min, a następnie odsączyć sadzę przez lejek z dnem porowatym G3 przy lekkim zasysaniu,

- po odsączeniu sadzy pobrać pipetą 10 cm<sup>3</sup> roztworu i miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego.

Wykonać ślepą próbę biorąc do badania 25 cm<sup>3</sup> roztworu jodu i postępując w ten sam sposób, jak z badaną próbką.

**8. Obliczanie wyników.** Liczbę jodową ( $J$ ) obliczyć w mg/g wg wzorów

- w przypadku stosowania wirówki

$$J = \frac{(V_4 - V_5) \cdot 25 \cdot N_1 \cdot 126,9}{m \cdot 20} = 158,6 (V_4 - V_5) \frac{N_1}{m} \quad (4)$$

- w przypadku stosowania lejka G3

$$J = \frac{(V_4 - V_5) \cdot 25 \cdot N_1 \cdot 126,9}{m \cdot 10} = 317,25 (V_4 - V_5) \frac{N_1}{m} \quad (5)$$

w których:

$V_4$  - objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania ślepej próby,  $\text{cm}^3$ ,

$V_5$  - objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania badanej próby,  $\text{cm}^3$ ,

$N_1$  - normalność roztworu tiosiarczanu sodowego wg wzoru (1),

$m$  - masa sadzy, g,

126,9 - masa atomowa jodu, g,

25 - objętość roztworu jodu wprowadzona do próbki sadzy,  $\text{cm}^3$ .

**9. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników, obliczonych z dokładnością do 0,1 mg/g co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie powinna przekroczyć 10% wyniku średniego.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Gliwickie Zakłady Chemiczne CARBOCHEM w Gliwicach.

2. Normy związane  
BN-79/6048-03 Sadza. Pobieranie próbek

3. Normy międzynarodowe  
ISO 1304-74 Carbon Black - Determination of Iodine Adsorption Number

4. Autorzy projektu normy - mgr Krystyna Urbańska, inż. Barbara Dudek, mgr inż. Grażyna Król.