

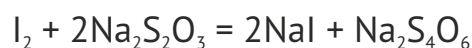
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЙОДНОГО ЧИСЛА ТЕХНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА

с применением автоматического титратора Nanon T960Pro с автоподатчиком T9616

Введение

Технический углерод – это высокодисперсный углеродный продукт, поверхность частиц которого характеризуется шероховатостью за счет наползающих друг на друга слоев углерода. Данный продукт находит широкое применение в производстве резин и пластмасс. Одной из основных характеристик, определяющих свойства технического углерода, является его удельная поверхность, которую косвенно определяют через йодное число. Данный показатель характеризует полную поверхность частиц с учетом шероховатостей. Помимо прочего, при старении технического углерода его удельная поверхность и, следовательно, йодное число снижаются. Таким образом, йодное число позволяет контролировать качество и стабильность получаемого технического углерода. Йодное число определяется йодометрическим титрованием. Классичес-

кое ручное титрование сильно зависит от навыков оператора и крайне времязатратно. Использование автоматического титратора T960Pro с автоподатчиком T9616 фирмы Nanon позволяет увеличить пропускную способность лаборатории с сохранением высокой точности и воспроизводимости результатов титрования. Сущность метода заключается в адсорбции йода навеской технического углерода и далее титровании остатков йода с помощью тиосульфата натрия по окислительно-восстановительной реакции:



Цель анализа

Определение йодного числа технического углерода с применением автоматического титратора Nanon T960Pro с автоподатчиком T9616.



Подготовка пробы

- Предварительно устанавливали концентрацию тиосульфата натрия, которая составила - 0.03941 моль/л.
- Образец технического углерода марки №550 высушивали в течение часа при температуре 105 °С, после чего помещали образец в эксикатор для охлаждения до комнатной температуры. Далее быстро отбирали навески 0.500 г с точностью до 0.1 мг на аналитических весах в центрифужные пластиковые пробирки на 50 мл. Приливали 25 мл раствора йода и встряхивали на шейкере в течение 3 минут, после чего центрифугировали полученную взвесь.
- После центрифугирования декантировали раствор йода и отбирали его аликвоту в объеме 20 мл для последующего титрования тиосульфатом натрия.
- Параллельно с приготовлением испытуемой пробы проводили пробоподготовку холостой пробы аналогичным образом, но без образца технического углерода. Пробоподготовка как испытуемой, так и холостой пробы осуществлялась в двух параллелях для контроля сходимости полученных результатов.

 **Nanon**



Оборудование

Автоматический титратор Nanon T960Pro с автоподатчиком T9616;

Сушильный шкаф SNOL 67/350;

 **ГОСМЕТР**



Аналитические веса ВЛА-220МА
марки Госметр;

 **LabTech**



Центрифуга лабораторная
Labtech 1580R.

Проведение анализа

Титрование проводили с помощью автоматического титратора Nanop T960Pro с автоподатчиком T9616 в режиме динамического титрования с использованием платинового измерительного электрода и каломельного электрода сравнения. Параметры метода титрования приведены в **Таблице 1**.

| | |
|---|------|
| Объем бюретки, мл | 10 |
| Скорость перемешивания | 3 |
| Время предварительно перемешивания, с | 10 |
| Объем предварительного дозирования, мл | 12.5 |
| Время стабилизации потенциала, с | 3 |
| Потенциал стабилизации, мВ | 1 |
| Скачок дифф. кривой потенциала, (dE/dV) | 750 |

Таблица 1 – Параметры потенциометрического титрования

Результаты

В качестве результата принимали среднее арифметическое результата двух параллельных измерений. Расчет результатов проводился по **Формуле 1**.

$$I = 126.9 * (V_4 - V) * \frac{C_1 * 25}{m * V_6},$$

Формула 1

где I – Йодное число, г/кг

V_4 – Объем титранта, израсходованного на титрование холостой пробы, мл;

V – Объем титранта, израсходованного на титрование испытуемой пробы, мл;

V_6 – Объем аликвоты стандартного раствора йода, мл;

C_1 – Концентрация раствора титранта, моль/л;

m – Масса навески испытуемой пробы, г

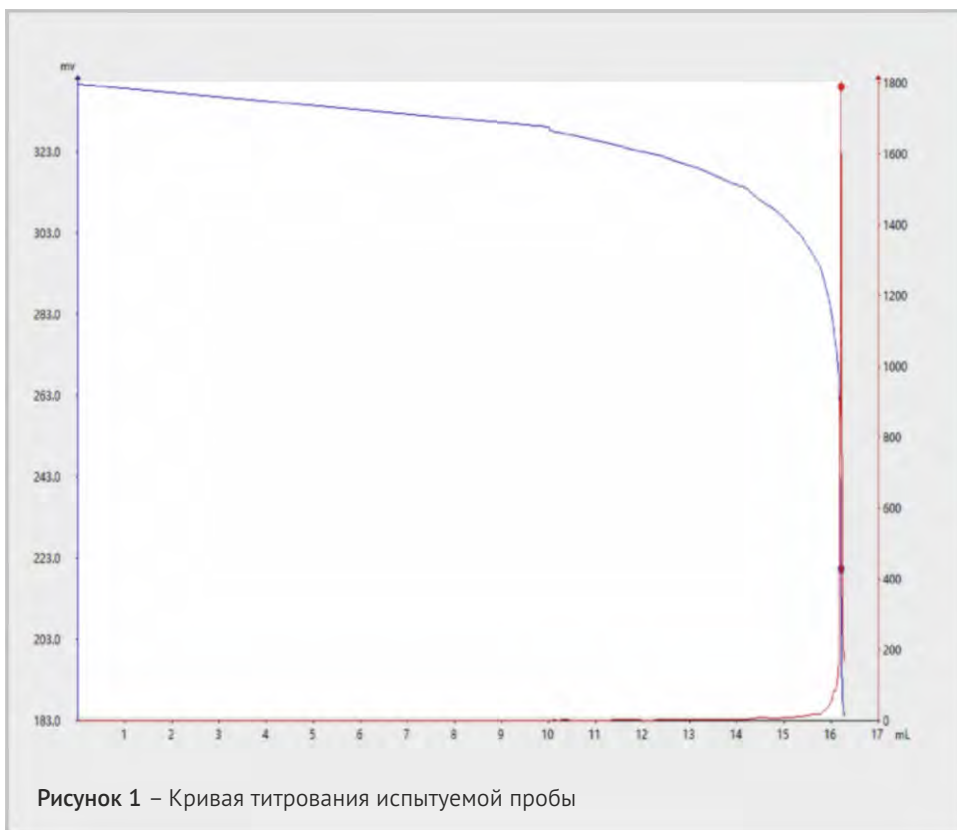


Рисунок 1 – Кривая титрования испытуемой пробы

| Проба | Масса навески, г | Объем титранта, мл | Йодное число, г/кг |
|------------|------------------|--------------------|--------------------|
| Холостая 1 | | 19.629 | |
| Холостая 2 | | 19.656 | |
| Среднее | | 19.643 | |
| RSD, % | | 0.10 | |
| Проба 1 | 0.4998 | 16.212 | 42.91 |
| Проба 2 | 0.5009 | 16.206 | 42.89 |
| Среднее | | 16.209 | 42.90 |
| RSD, % | | 0.03 | 0.03 |

Таблица 2 – Результаты испытания проб

Заключение

Результаты показывают, что автоматический титратор Nanop T960Pro с автоподатчиком T9616 обеспечивает высокую точность и сходимость результатов анализа. Сочетание автоматического титратора и автоподатчика проб позволяет проводить анализы достаточно быстро и эффективно.

Полученные результаты представлены в **Таблице 2**.

Относительное стандартное отклонение результатов холостых и испытуемых проб составило 0.10 % и 0.03 %, соответственно.

Йодное число образца технического углерода марки №550 составило 42.90 г/кг. Норма по ТУ 2166-003-61513848-2015 43 ± 4 г/кг.