

化工产品的碘值测定方法

Determination of iodine value for chemical products

2010-05-10 发布

2010-05-25 实施

河北省质量技术监督局 发布

前 言

本标准根据 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。
本标准由河北省产品质量监督检验院提出。
本标准起草单位：河北省产品质量监督检验院。
本标准主要起草人：张爱菊、武建伟、曹明宇。

化工产品碘值的测定方法

1 范围

本标准规定了用化学分析法测定碘值的方法。

本标准适用于脂肪酸、蜡、聚酯类及工业油产品碘值的测定。

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/T 5532 动植物油脂 碘值的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（ISO 3696: 1987, MOD）

3 方法原理

在溶剂中溶解试样，加入韦氏（Wijs）试剂反应一定时间后，加入碘化钾和水，用硫代硫酸钠溶液滴定析出的碘。

4 试剂

试验中用水应符合 GB/T 6682 三级水规格。

4.1 碘化钾溶液：100 g/L，不含碘酸盐或游离碘。

4.2 淀粉指示剂：1%。

4.3 硫代硫酸钠标准溶液：0.1 mol/L。

4.4 韦氏（wijs）试剂：含一氯化碘的乙酸溶液。韦氏（wijs）试剂中 I/Cl 之比应控制在 1.10 ± 0.1 的范围内。

含一氯化碘的乙酸溶液的配制方法可按一氯化碘 25 g 溶于 1 500 mL 冰乙酸中。韦氏（wijs）试剂稳定性较差，为使测定结果准确，应做空白样的对照测定。

配制韦氏（wijs）试剂的冰乙酸应符合质量要求，且不得含有还原物质。

鉴定是否含有还原物质的方法：取冰乙酸 2 mL，加 10 mL 蒸馏水稀释，加入 1 mol/L 高锰酸钾 0.1 mL，

所呈现的颜色应在 2 h 内保持不变。如果红色褪去，说明有还原物质存在。

可用如下方法精制：

取冰乙酸 800 mL 放入圆底烧瓶内，加入 8 g~10 g 高锰酸钾，接上回流冷凝管，加热回流 1 h，移入蒸馏瓶中进行蒸馏，收集 118℃~119℃间的馏出物。

注：可以采用市售韦氏（wijs）试剂。

4.5 溶剂：将环己烷和冰乙酸等体积混合。

5 仪器

除实验室常规仪器外，还包括下列仪器设备：

——玻璃称量皿：与试样量配套并可置入锥形瓶（6.3）中。

——具塞锥形瓶：容量为 500 mL，完全干燥。

——分析天平：分度值为 0.000 1 g。

6 操作步骤

6.1 样品的制备

根据样品预估的碘值，称取适量的样品于玻璃称量皿中，精确到 0.000 1 g。推荐的称样量见表 1。

表 1 试样称取质量

预估碘值、(g/100 g)	试样质量/g	溶剂体积/mL
<1.5	15.00	25
1.5~2.5	10.00	25
2.5~5	3.00	20
5~20	1.00	20
20~50	0.40	20
50~100	0.20	20
100~150	0.13	20
150~200	0.10	20
注：试样的质量必须保证所加入的韦氏（wijs）试剂过量 50%~60%，即吸收量的 100%~150%		

6.2 测定

6.2.1 将盛有试样的称量皿放入 500 mL 锥形瓶中，根据称样量加入表 1 所示与之相对应的溶剂体积溶解试样，用移液管准确加入 25 mL 韦氏（wijs）试剂，盖好塞子，摇匀后将锥形瓶置于暗处。

6.2.2 除不加试样外，其余按 7.2.1 的规定，作空白溶液，

6.2.3 对碘值低于 150 的样品，锥形瓶应在暗处放置 1 h；碘值高于 150 的、以及氧化到相当程度的样品，应置于暗处 2 h。

6.2.4 到达规定的反应时间后，加 20 mL 碘化钾溶液和 100 mL 水。用硫代硫酸钠标准溶液滴定至碘的黄色接近消失，加几滴淀粉指示剂继续滴定，一边滴定一边用力摇动锥形瓶，直到蓝色刚好消失为终点。记录硫代硫酸钠标准溶液的用量 V_2 (mL)

6.2.5 同时做空白溶液的测定。

6.2.6 本方法参照 GB/T 5532 制定。

7 结果计算

试样的碘值按式（1）计算：

$$(X_1) = \frac{0.1269 \times c \times (V_1 - V_2)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_1 ——试样的碘值，用 100 g 样品吸取碘的的克数表示 (g/100g)

c ——硫代硫酸钠溶液的标定浓度，(mol/L)

V_1 ——空白试验硫代硫酸钠标准溶液的体积，(ml)

V_2 ——测定所用硫代硫酸钠标准溶液的体积，(ml)

m ——试样的质量，(g)

0.1269——每毫摩尔硫代硫酸钠相当于碘的克数

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

8 允许差

8.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者进行测试获得的两次独立测定结果的绝对差值不能超过表 2 中的规定的重复性限值 (r)。

8.2 再现性

在不同实验室,由不同操作者进行测试获得的两次测定结果的绝对差值不能超过表 2 中的规定的再现性限值 (R)。

表2 重复性和再现性限度

W (g/100g)	r	R
<20	0.2	0.7
20~50	1.3	3.0
50~100	2.0	3.0
100~135	3.5	5.0
150~200	4.0	5.5