

影响 CIIR 碘值测定结果的因素

肖秀梅, 钟 萍, 宫钦成
(桦林轮胎股份有限公司, 黑龙江 牡丹江 157032)

摘要: 讨论了 CIIR 碘值测定步骤中不同因素对测定结果的影响。试验结果表明, 反应时间是对测定结果影响最大的因素, 必须严格按方法要求控制为 30 min; 在反应过程中不宜用水封, 以免水渗入反应瓶使测定结果偏低; 加入碘化钾后应用碘化钾封口, 并充分晃动 2 min。

关键词: CIIR; 不饱和度; 碘值

中图分类号: T Q330. 1; T Q333. 6 文献标识码: B 文章编号: 1000-890X(2001)01-0043-02

CIIR 具有透气性好、可与高不饱和橡胶共硫化以及粘合性、耐热性、耐屈挠性和抗臭氧性良好等特点, 主要用于无内胎轮胎的密封层, 子午线轮胎的胎侧、内胎等, 已逐渐成为轮胎生产中使用的重要胶种。CIIR 的特性与其不饱和度有直接的关系, 随着不饱和度的增大, 其性能有如下变化: ①橡胶的交联度增大, 硫化速度相应加快; ②硫化程度增大, 但耐化学腐蚀性能下降; ③耐臭氧性能下降; ④电绝缘性能下降; ⑤粘合性、相容性改善; ⑥胶料的定伸应力和硬度增大。反映 CIIR 不饱和度的碘值是衡量其性能的重要检测项目之一。

倍耐力公司提供的“ IIR 不饱和度的测定”方法可进行 CIIR 不饱和度的测定, 现将该方法操作步骤中影响碘值测定结果的因素讨论如下。

1 实验

1.1 主要原材料

CIIR(胶 1, 胶 2), 英国进口产品。

1.2 操作步骤

倍耐力方法操作步骤如下:

(1)称取约 0.5 g 剪碎的试样于 500 mL 标准磨口三角瓶中, 加入约 100 mL 四氯化碳, 盖

上瓶塞放置一夜(必要时可适当搅拌)。

(2)快速搅拌下按顺序分别加入下列试剂: 约 5 mL 三氯乙酸溶液(质量浓度为 $20.0\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$)、20.00 mL 碘标准溶液(浓度为 $0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$)、约 20 mL 醋酸汞溶液(质量浓度为 $30\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$)。

(3)盖上瓶盖, 水封, 在暗处准确静置 30 min。

(4)加约 75 mL 碘化钾溶液(质量浓度为 $75\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$)于三角瓶中, 用力搅拌 2 min。用 $0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的硫代硫酸钠标准溶液缓慢滴定, 直至水层为淡黄色, 再加入 3 mL 淀粉指示液(质量浓度为 $5\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$), 继续滴定至兰色刚刚消失并保持 1 min 为终点, 如果再次出现兰色, 继续滴定至兰色消失, 且 1 min 内兰色不再出现则滴定完成。

(5)以同样步骤做空白试验。

2 结果与讨论

2.1 方法原理

将已知量的 CIIR 溶于四氯化碳中, 在醋酸汞存在下加入已知过量的碘溶液经规定时间的反应, 使碘加成在不饱和碳上, 通过滴定得出剩余的碘量, 从而得到 CIIR 的不饱和度。

2.2 影响测定结果的因素分析

(1)停放时间

CIIR 的不饱和度是根据参加反应的卤素量来计算的, 方法中严格规定反应时间为 30

作者简介: 肖秀梅(1968-)女, 山东乐陵人, 桦林轮胎股份有限公司工程师, 学士, 主要从事轮胎生产用原材料的分析检验工作。

min, 即根据 30 min 内碘加成在不饱和碳上的量得出 CIIR 的不饱和度。我们进行了不同停放时间下的碘值测定, 停放时间分别为 20, 30, 40, 60 和 80 min 时, 胶 1 的碘值分别为 3.7, 4.4, 5.4, 5.5 和 6.1 $\text{g}^\circ(100 \text{ g})^{-1}$, 胶 2 的碘值分别为 4.3, 5.2, 5.6, 5.6 和 6.0 $\text{g}^\circ(100 \text{ g})^{-1}$, 技术指标为 4.5 ~ 7.5 $\text{g}^\circ(100 \text{ g})^{-1}$ 。由此可见, 30 min 后反应并未结束, 因此反应时间的控制稍有误差对测定结果的影响非常大。例如胶 1 在 30 min 时测定结果表明产品属于不合格产品, 而多停放几分钟则测定结果在指标范围内, 为合格品, 这对工艺的影响很大。因此在试验时必须严格控制反应时间, 如果因疏忽停放时间超过了 30 min, 必须弃去重做。

(2) 水封

在一般的碘量法反应中, 为了防止瓶塞不严密造成碘挥发、损失, 往往采取水封的办法, 在此方法中建议最好不用水封, 而应尽量选用密封性好的碘量瓶进行试验。因为在此反应体系中, 溶剂不是水, 而是四氯化碳和冰醋酸, 如果采取水封, 在瓶塞密封性不好的情况下, 可能使水落入反应瓶中, 影响反应的进行。在水封情况下, 停放时间分别为 20, 40 和 80 min 时, 胶 1 的碘值分别为 2.3, 2.5 和 2.7 $\text{g}^\circ(100 \text{ g})^{-1}$, 以上结果偏低就是水滴入反应瓶中造成的。

(3) 搅拌时间

倍耐力方法中“在暗处准确静置 30 min

后, 加约 70 mL 碘化钾溶液, 用力搅拌 2 min”这一步应改为“在暗处准确静置 30 min 后, 加约 70 mL 碘化钾溶液, 盖上瓶塞并用少量碘化钾溶液封口, 用力晃动 2 min”比较妥当。因为这能很好地防止碘的挥发。碘化钾是水体系, 在 2 min 内使整个溶液混合成同一颜色(棕红色)方可认定其与四氯化碳和冰醋酸体系充分混合均匀。

(4) 滴定操作

滴定时应避免阳光直射, 为减少 I^- 与空气的接触, 在滴定开始时不应过度晃动碘量瓶, 滴定速度应适当加快。此外, 加入淀粉后, 滴定接近终点时应尽量晃动碘量瓶, 直至下层的浅粉色消失, 终点时水层是浅绿色, 有机层应是白色。

3 结语

综上所述, CIIR 碘值测定应注意以下几点: ①严格控制反应时间为 30 min; ②应选择密封性好的碘量瓶, 而且不用水封; ③加入碘化钾溶液后, 应盖上瓶塞并用碘化钾溶液封口, 充分摇动 2 min 使溶液混合均匀; ④滴定应正确操作, 掌握好终点时溶液的状态。

只有把握好以上各个环节, 才能使 CIIR 碘值测定结果准确, 从而更真实地反映 CIIR 的不饱和度。

收稿日期: 2000-07-27

欢迎订阅 2001 年《塑胶工业》杂志

广东省塑料工业协会主办的《塑胶工业》杂志是一本国内外公开发行的塑料行业综合刊物。主要报道关于塑胶行业各种机械设备、塑胶原料、化工原料及塑胶制品等, 为其行业厂商提供信息咨询、技术和产品导购为一体。《塑胶工业》杂志立足中国塑料及橡胶工业发达的华南地区, 发行辐射中国内陆、香港、台湾及东南亚广大的塑胶机械厂及塑胶制品厂等相关厂商。

读者对象: 塑料生产、加工、应用研究的工程技术人员、管理人员、采购人员和大专院校师生。发行范围: 塑料、化工、轻工、机械、汽车、建材、电子、电气、航空、航天等各行业。

《塑胶工业》国际标准刊号为: ISSN 1028-3658。《塑胶工业》期刊全年订阅: 150 元(含邮费)。地址: 广东省深圳市梅林路 137 号碧荷阁 103 信箱; 邮编: 518049; 电话: (0755) 3100646, 3164386, 3179560; 传真: (0755) 3179560; <http://www.plasindustry.com>。