

电位滴定法测定环氧固化剂的总胺值

1 前言

环氧树脂的固化反应是通过加入固化剂来实现的，固化剂大多是直接参加反应而结合在漆膜结构中。当采用聚酰胺树脂为固化剂时，其分子结构内含有活泼的氨基，可在常温下与环氧树脂中的环氧基发生反应，交联而成网状结构。表征聚酰胺树脂中氨基的含量常以胺值来表示，确定聚酰胺树脂和环氧树脂的配比，必须考虑胺值的大小。现在测定总胺值的方法有很多，最常用的是酸碱滴定法。本文采用高氯酸非水滴定法用电位滴定仪来检测环氧固化剂的总胺值，操作步骤简单，重复性好。

2 仪器与试剂

2.1 仪器与设备

T960 电位滴定仪，pH 复合电极。

2.2 试剂

冰乙酸、邻苯二甲酸氢钾、高氯酸标准溶液 (0.1 mol/L , 用邻苯二甲酸氢钾进行标定)。

3 实验方法

3.1 实验步骤

称取约 0.06g 试样，置于干燥的滴定杯中，加入 50mL 冰乙酸，搅拌溶解试样，待电位稳定后，用 0.1mol/L 的高氯酸溶液滴定至终点，同时做空白实验。

3.2 参数设置

滴定模式：	动态滴定	终点突跃量：	300
搅拌速度：	7	最小添加体积：	0.02mL
平衡时间：	6s	初次添加体积：	3mL
平衡电位：	1mv	相关系数：	56.1

3.3 计算公式

$$X = \frac{(V - V_0) \times C \times 56.1}{m}$$

式中：

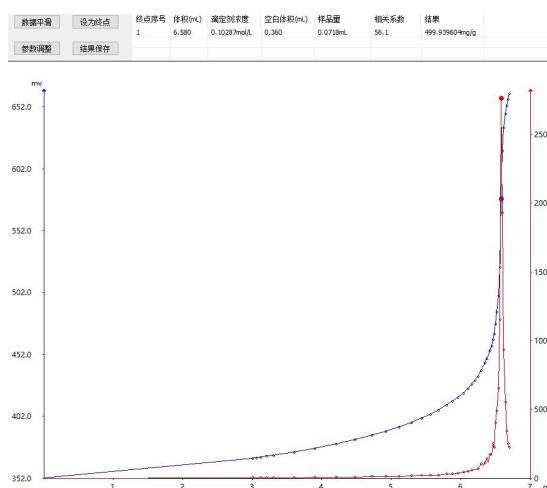
- X --样品中总胺值的含量，单位为（mg/g）；
- V₁ --滴定样品时高氯酸溶液的用量，单位为毫升（mL）；
- V₀ --滴定空白时高氯酸溶液的用量，单位为毫升（mL）；
- m --样品的质量，单位为（g）。

4 结果与讨论

4.1 实验结果

编号	滴定液浓度 (mol/L)	取样量 (mL)	空白体积 (mL)	样品体积 (mL)	总胺值 (mg/g)	平均值 (mg/g)
1	0.10287	0.06407	0.360	5.981	506.3	500.2
2		0.07180		6.580	499.9	
3		0.06751		6.187	498.1	
4		0.07397		6.722	496.4	

4.2 滴定谱图



4.3 讨论

用电位滴定仪测定环氧固化物的总胺值重复性好，仪器可自动控制滴定过程、判断终点、处理数据，减少肉眼判断终点引起的误差，具有快速、简单等特点；还可以减少人员与有机试剂的接触，提高了安全性。

注意事项

- 1、本次实验所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和三级水。
- 2、溶液的配制和标定参照 GB/T 601-2016 标准滴定溶液的配制标准。
- 3、高氯酸滴定液在滴定过程中封口放置。