

电位滴定法测胺值（高氯酸滴定法）

1 前言

酸碱滴定法是目前测定胺类固化剂胺值的通用方法。但该方法对于一些碱性较弱的脂肪胺来说，指示剂颜色变化不明显，判断误差较大，用电位滴定的方式也没有明显的突跃和终点，很难去得到一个准确的数值，对于这样的样品，可能我们就需要用更好的方法去测定其胺值，这里用到的就是高氯酸滴定法。

该方法应用了样品在冰醋酸溶液中会被增强其相对碱性，进而用高氯酸滴定出其中碱性较弱的胺。该方法大大提升了实验检测的准确性，减少了手工滴定时指示剂颜色判断带来的误差，减少了人员与试剂的接触，同时也提高了检测的效率。

2 仪器和试剂

2.1 仪器

T960 全自动电位滴定仪，非水复合电极，10mL 滴定管，控温水浴锅。

2.2 试剂

高氯酸标准滴定液(0.1mol/L)，冰乙酸，三氯甲烷。



3 实验方法

3.1 实验步骤

取样品 0.2g，准确称定，加冰乙酸 50mL（若样品溶解不好，可加入 10mL 三氯甲烷），微温使溶解，用高氯酸标准滴定液滴定，滴定至电位突跃终点，记下终点滴定体积。同时做空白实验。

3.2 仪器参数

滴定模式：	动态滴定	最小添加体积	0.02mL
电极平衡时间：	4s	预搅拌时间：	10s
电极平衡电位：	1mv	滴定速度：	标准
结束体积：	20mL	预滴定添加体积：	0mL
电位突跃量：	150	滴定前平衡电位：	10mv

4 结果与讨论

4.1 实验数据

样品名称	高氯酸滴定液浓度 (mol/L)	取样质量 (g)	滴 定 体 积 (mL)	含 量 (mgNaOH/g)
样品	0.1018	0.1978	6.700	193.45
		0.1981	6.702	193.21
		0.1820	5.675	193.65

4.2 计算公式

$$W = \frac{C \times (V_1 - V_0) \times 56.1}{m}$$

其中：

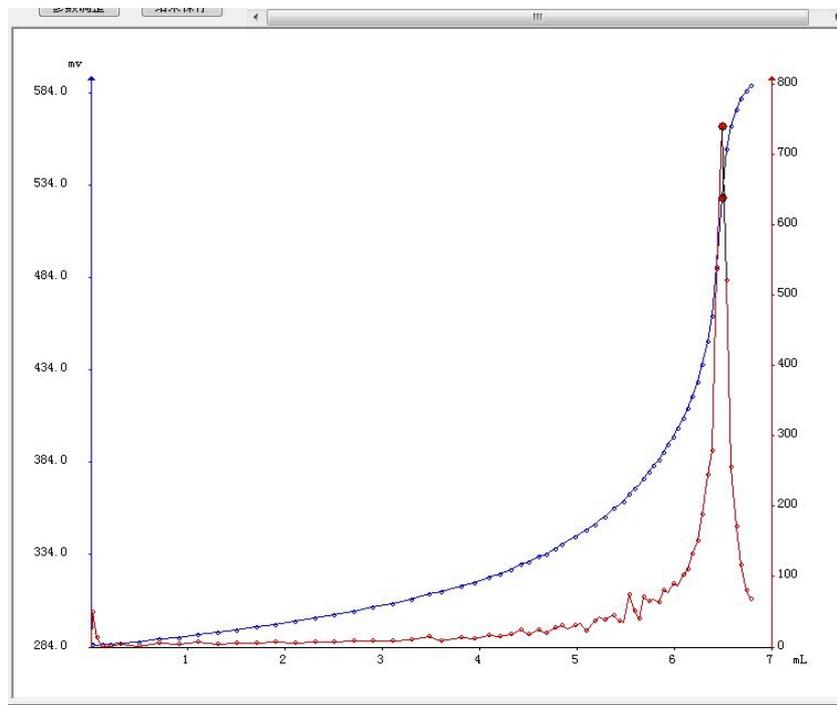
W ---胺值 (mgNaOH/g) ；

V_1 ---滴定样品消耗高氯酸标准滴定液的体积，单位为毫升 (mL) ；

V_0 ---滴定空白消耗高氯酸标准滴定液的体积，单位为毫升 (mL) ；

m ---称取试样的质量，单位为（g）。

4.3 滴定图谱



4.4 结论

用电位滴定法测定弱碱胺基的胺值，数据重复性良好，排除了颜色判断对实验的结果影响，电位突跃的终点明确，能够自动找到滴定的终点，增加了实验的可行性。