

电位滴定法测定树脂羟值

一、前言

羟值是指 1g 样品中羟基所相当的氢氧化钾的毫克数，以 mgKOH/g 表示。羟值是环氧树脂羟基含量的量度，可以直接反映出环氧树脂分子量的大小；在聚酯多元醇的合成过程中，利用羟值与酸值的测试来监控合成反应程度，用来检验树脂分子量是否符合产品出厂要求；在聚氨酯凝胶生成时，羟值与酸值的检测数据，是异氰酸酯加入改性的重要依据。

本方法采用电位滴定的方法测定树脂羟值，重复性良好、突跃明显，能够避免树脂颜色对指示剂终点判断的影响，准确地测出树脂的羟值，为树脂产品检测提供准确地依据。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，非水 PH 复合电极，分析天平等

2.2、试剂

酰化试剂，乙酸乙酯，吡啶-水（3：5），甲苯，氢氧化钾标准滴定液（0.5mol/L）。

三、实验方法

3.1、样品检测

准确称取 1g 左右样品，置于滴定杯中，加入 5mL 酰化试剂，加塞用乙酸乙酯密封，置于 50℃ 水浴加热 30min 溶解，放冷，加入 2mL 纯水，加吡啶-水（3：5）10mL，适量的甲苯冲洗瓶壁和瓶塞，5 分钟后用氢氧化钾标准滴定液（0.5mol/L），以 PH 复合电极为工作电极，在 T960 上进行滴定至终点。同时做空白实验。

设定滴定仪参数如表 1 所示：

表 1 滴定参数设置

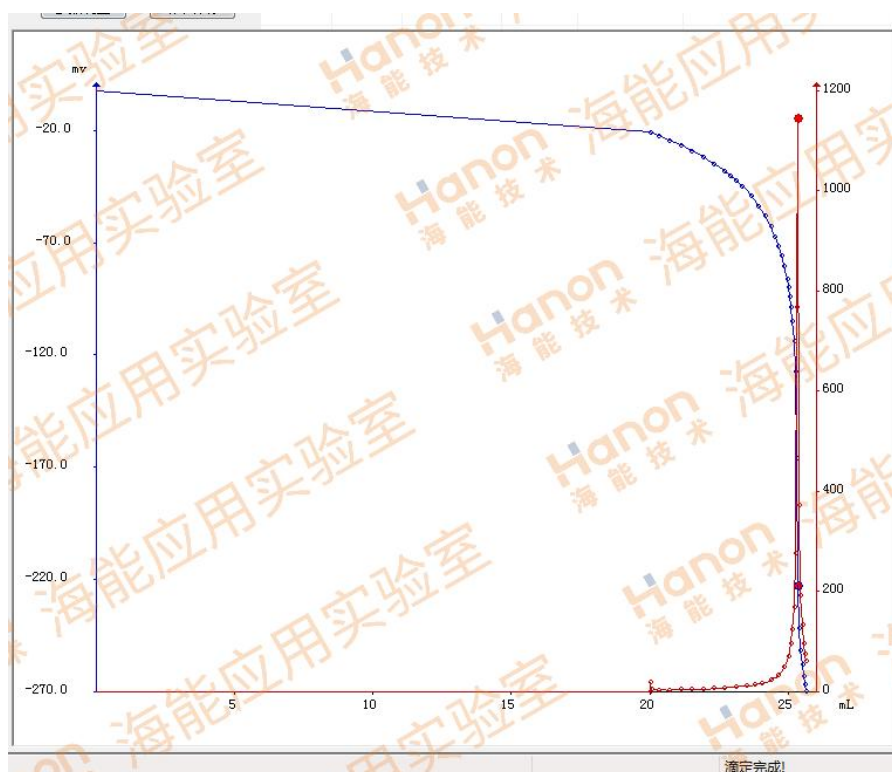
滴定模式：	动态滴定	最小添加体积	0.02mL
电极平衡时间：	4s	预添加体积：	20mL
电极平衡电位：	1mv	滴定速度：	标准

结束体积:	30mL	相关系数:	-56.1
电位突跃量:	500	补液速度:	5
搅拌速度:	7	滴定前平衡电位:	10mv

3.3、

测试

图谱示例



四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验结果如表 2 所示:

表 2 测试结果

样品	样品序号	样品质量 /g	滴定液浓度 (氢氧化钾) /(mol/L)	滴定体 积/mL	羟值 (mgKOH/g)	平均值
树脂	空白	/	0.4291	25.331	/	/
	1	1.01273		22.671	63.225	64.714
	2	1.00316		22.572	66.203	

4.2、结论

本次测试的树脂羟值为 64.714mgKOH/g，数据重复性良好，检测速度快，并且安全易操作，是检测树脂羟值指标的不错选择。

参考文献

[1] GB/T 7193 不饱和树脂试验方法[S] .

海能技术