

电位滴定法测定石油助剂中的羟值

一、前言

羟值滴定分析是一种基于羟基的化学特性，用于组分含量分析的化学分析方法。聚醚羟基在催化剂吡啶作用下与苯酐进行定量反应，过量的苯酐待反应完成后水解成酸，用氢氧化钠标准溶液滴定之。本方法参考《GB/T 7383-2020 非离子表面活性剂 羟值的测定》，制定了石油助剂中羟值的测定方法。

采用电位滴定的方法测定石油助剂中羟值含量，重复性良好、终点突跃明显，增加检测效率的同时，增加实验的安全性，减少化学试剂对实验员身体的危害。

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，油浴锅，漏斗，消化管，分析天平等

2.2、试剂

邻苯二甲酸酐酰化试剂，异丙醇，氢氧化钠标准滴定液（0.1mol/L）。

三、实验方法

3.1、样品检测

3.1.1 酰化

精准称取 5.0000g 样品于 100mL 消化管中，准确移取 25mL 邻苯二甲酸酐的酰化试剂，振摇使样品混合均匀，消化管上加一小漏斗，用油浴加热冷凝，使之在 115-117℃加热保持 1h，加热完毕，冷却至室温。

3.1.2 水解和测定

将冷却好的样品用约 30mL 的异丙醇冲洗并收集到 150mL 滴定杯中，将 pH 复合电极放入待测溶液中，设置好仪器参数，用氢氧化钠标准滴定液（1.0mol/L）进行滴定，滴定至电位突跃的终点。记下滴定终点消耗氢氧化钠标准滴定液的体积。同时做空白实验。

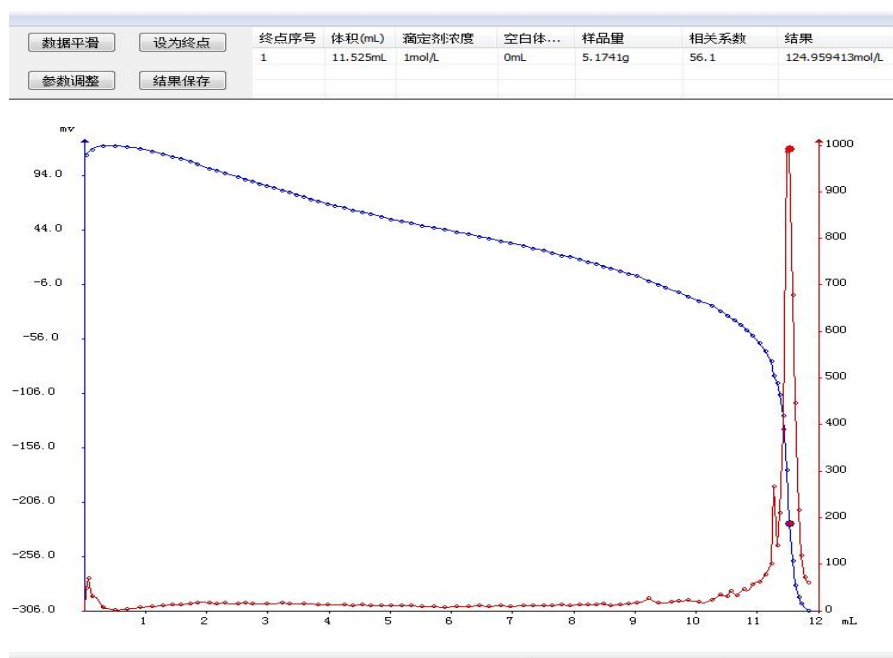
注：如果样品有较大的酸值或者碱值，需要检测样品酸碱值之后对羟值结果进行修正。

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	0.020mL
电极平衡时间:	4s	预添加体积:	0mL
电极平衡电位:	1mv	滴定速度:	标准
结束体积:	20mL	相关系数:	56.10
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	质量/g	样品酸值 /碱值	滴定液浓度(氢 氧化钠) /(mol/L)	空白体 积/mL	滴定体 积/mL	羟值 (mgKOH/g)
1#	1	2.0948	-1.602	1.08569	6.675	6.230	11.337

	2	5.0979				5.587	11.397
2#	1	5.1395	+17.238			6.539	18.849
	2	5.0639				6.572	18.477

备注：样品酸值/碱值数据中，酸值为+，碱值为-，酸值/碱值测定标准参照 GB/T 6365 中规定操作。

4.2、结论

本次检测的石油助剂的羟值，根据酸值和碱值给予校正，能够准确检测样品中羟值含量，减少人员和试剂之间的接触，提高检测效率。

参考文献

[1] GB/T 7383-2020 非离子表面活性剂 羟值的测定[S].