

电位滴定法测定双脂肪烷基甲基叔胺的胺值

一、前言

双脂肪烷基甲基叔胺为无色或浅黄色透明液体或固体，具有碱性，不溶于水，可溶于乙醇、乙醚等有机溶剂，具有有机胺的化学通性。它用于作纺织品抗静电剂、防腐剂、化妆品和日用化工原料合成阳离子表面活性剂的重要中间体。常用胺值表示其官能性，即为中和 1g 碱性胺所需要的过氧酸和当量氢氧化钾的毫克数。本次实验通过检测某批双脂肪烷基甲基叔胺中各种胺值，来验证电位滴定法在测试胺值方面的可行性。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，复合 PH 非水电极，分析天平等

2.2、试剂

c=0.1mol/L 的盐酸异丙醇-乙二醇标准溶液，乙酸酐，异丙醇，水杨醛

三、实验方法

3.1、实验过程

1) 叔胺值测定：精确称取适量样品（本次称取了 0.2g），精确至 0.0002g，于 100mL 烧杯中，慢慢加入 10mL 乙酸酐，摇匀。加入 30mL 异丙醇，充分溶解。在电位滴定仪搅拌台上搅拌 15min 后进行滴定。用 0.1mol/L 盐酸异丙醇-乙二醇标准溶液进行电位滴定，当到达终点时，记录耗用标准溶液的体积 V_1 。

2) 总胺值的测定：精确称取适量样品（本次称取了 0.2g），精确至 0.0002g，于 100mL 烧杯中，摇匀。加入 30mL 异丙醇，充分溶解。在电位滴定计上搅拌 15min 后进行滴定。用 0.1mol/L 盐酸异丙醇-乙二醇标准溶液进行电位滴定，当到达终点时，记录耗用标准溶液的体积 V_2 。

3) 仲胺和叔胺总胺值测定：称取 0.2~0.3g 样品，精确至 0.0002g，于 100mL 烧杯中。加入 30mL 异丙醇，5mL 水杨醛。充分搅匀后，在室温下放置 30min，用 0.1mol/L 盐酸异丙醇-乙二醇标准溶液进行电位滴定，当到达终点时，记录耗用标准溶液的体积 V_3 。

3.2、仪器参数如表所示：

表 1 胺值测定滴定仪参数设置

| | | | |
|--------|------|---------|--------|
| 滴定类型： | 动态滴定 | 方法名： | 胺值含量测定 |
| 滴定管体积： | 10mL | 样品计量单位： | g |

| | | | |
|---------|----------|----------|------|
| 工作电极: | 非水 PH 电极 | 参比电极: | 无 |
| 搅拌速度: | 7 | 预搅拌时间: | 5s |
| 电极平衡时间: | 4s | 电极平衡电位: | 1mv |
| 滴定速度: | 标准 | 滴定前平衡电位: | 6mv |
| 每次添加体积: | 0.02mL | 结束体积: | 20mL |
| 电位突跃量: | 200 | 预控 mv 值: | 无 |
| 滴定剂名称: | 盐酸 | 理论浓度: | 0.1 |

四、结果与讨论

4.1、实验结果

样品经测试，得到实验结果如表 2 所示：

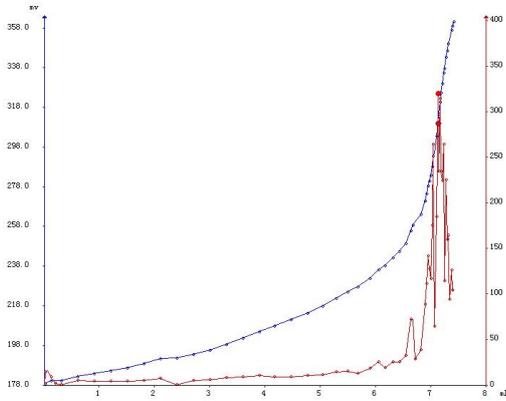
表 2 胺值含量测定

| 测试指标 | 取样量 (g) | c(HCL)/mol/L | 滴定体积 V ₁ /mL | 含量 T (mg/KOH/g) | 平均量 (mg/KOH/g) | |
|--------|---------|--------------|-------------------------|-------------------------|------------------------------|----------------|
| 叔胺值 | 0.21257 | 0.08685 | 7.259 | 165.382 | 165.842 | |
| | 0.2098 | | 7.133 | 165.653 | | |
| | 0.23763 | | 8.271 | 166.490 | | |
| | 取样量 (g) | | | 滴定体积 V ₂ /mL | 含量 S ₁ (mg/KOH/g) | 平均量 (mg/KOH/g) |
| 总胺值 | 0.24211 | | 8.378 | 168.601 | 168.945 | |
| | 0.2550 | | 8.840 | 168.906 | | |
| | 0.22907 | | 7.961 | 169.329 | | |
| | 取样量 (g) | | | 滴定体积 V ₃ /mL | 含量 S ₂ (mg/KOH/g) | 平均量 (mg/KOH/g) |
| 仲胺/叔胺值 | 0.21764 | | 7.460 | 167.006 | 167.277 | |
| | 0.22138 | | 7.754 | 167.486 | | |
| | 0.2148 | | 7.380 | 167.340 | | |

4.2、滴定图谱

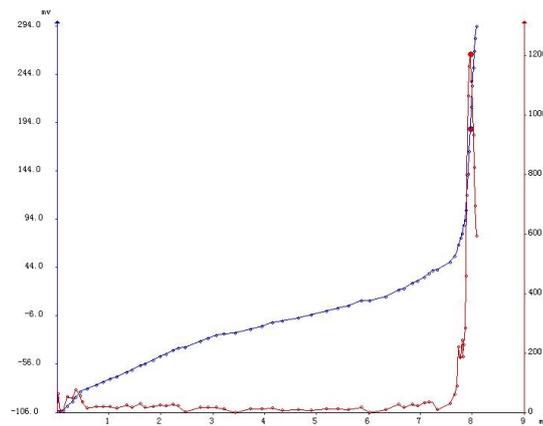
1) 叔胺值图谱:

| 数据平滑 | 设为终点 | 终点序号 | 体积(mL) | 滴定剂浓度 | 空白体... | 样品量 | 相关系数 | 结果 |
|------|------|------|--------|--------------|--------|---------|------|-----------------|
| | | 1 | 7.13mL | 0.08685mol/L | 0mL | 0.2098g | 56.1 | 165.6530±5mol/L |



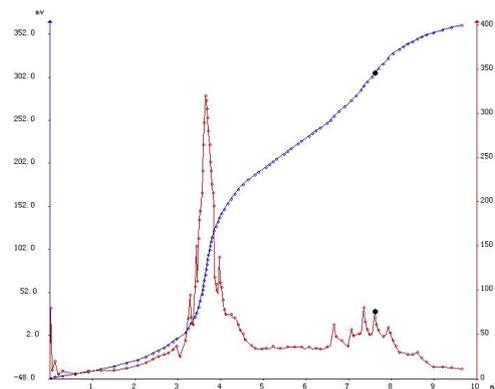
2) 总胺值图谱:

| 数据平滑 | 设为终点 | 终点序号 | 体积(mL) | 滴定剂浓度 | 空白体... | 样品量 | 相关系数 | 结果 |
|------|------|------|---------|--------------|--------|----------|------|-----------------|
| | | 1 | 7.96 mL | 0.08685mol/L | 0mL | 0.22907g | 56.1 | 169.329292mol/L |



3) 仲胺和叔胺总胺值:

| 数据平滑 | 设为终点 | 终点序号 | 体积(mL) | 滴定剂浓度 | 空白体积(mL) | 样品量 | 相关系数 | 结果 |
|------|------|------|--------|--------------|----------|----------|------|-----------|
| | | 1 | 7.620 | 0.08685mol/L | 0 | 0.22138g | 56.1 | 167.48617 |



4.3、结论

本次测试通过 T960 电位滴定仪测定双脂肪烷基甲基叔胺胺值，数据重复性好，而且使用仪器判断减少了人工误差，大大提高了实验的精度。并且可以一机多用，大大节省了人力物力，因此电位滴定法是胺值的不错选择。