

电位滴定法检测聚酯切片中的端羧基含量

1 前言

聚酯切片是指聚合生产得到的聚酯原料加工成约 4*5*2 毫米左右的片状颗粒。其作为生产原料主要用于纤维，各类容器、包装材料、薄膜、胶片、工程塑料等领域。端羧基含量作为聚酯切片的一个重要指标，决定了切片的质量及下游产品的质量。本文使用电位滴定法避免了人工判断辨别终点带来的误差，实验结果重复性较好。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

Hanon T960 全自动电位滴定仪，Hamilton 非水 PH 电极 10mL 滴定管单元



2.2 试剂

相关配制见附录。

苯酚、三氯甲烷、无水乙醇、氢氧化钾、氢氧化钾-乙醇标准滴定液、苯酚/三氯甲烷混合溶剂、溴酚蓝指示剂（0.1%）

3 实验方法

3.1 实验步骤

称取约 2 g 试样，精确到 0.001mg，放入磨口三角烧瓶中，加入苯酚-三氯甲烷溶液（2:3）50ml，加热回流至试样完全溶解，冷却至室温。在试样溶液中加入 5 滴~6 滴溴酚蓝指

示剂，用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液（0.05mol/L）滴定，当溶液由黄色变成蓝色即为滴定终点，记录标准滴定溶液消耗的体积。同样条件下做空白试验，记录消耗滴定剂的浓度。

3.2 参数设置

滴定模式：动态滴定	搅拌速度：4
电极平衡时间：4s	预搅拌时间：10s
电极平衡电位：1mv	补液速度：5
最小添加体积：0.02mL	预滴定添加体积：0mL
结束体积：20mL	预滴定后搅拌时间：1s
电位突跃量：200	预控 mv 值：

4 结果与讨论

4.1 实验结果

试样名称	滴定剂浓度 (mol/L)	取样量 (g)	空白体积 (mL)	滴定体积 (mL)	含量 (%)	平均含量 (%)
聚酯切片	0.05719	2.4008	0	0.660	15.2456	15.9949
		2.2770		0.648	15.6461	
		2.0075		0.620	17.0929	

$$X = \frac{(V - V_0) \times c \times 1000}{m}$$

式中：

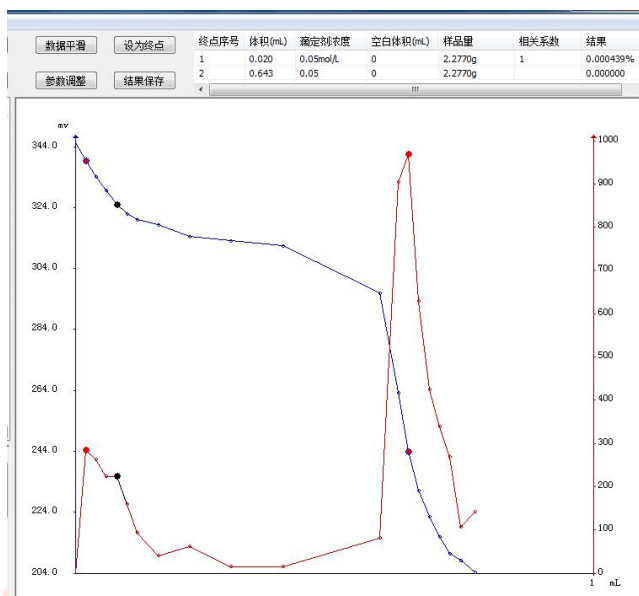
X--试样中端羧基含量，单位为 mol/t；

V--试样消耗的滴定液的体积，单位为 mol；

V_0 —空白消耗的滴定液的体积，单位为 mol ；

m--试样的称样质量。

4.2 谱图



4.3 结论

根据客户要求在重复性条件下获得的测定值在 15mol/t-35mol/t，且测试的绝对差值不超过重复性限（2mol/t），用电位滴定法测定聚酯切片的端羧基含量，最大绝对差值是 1.84732 mol/t，满足其要求，实验重复性良好。

注意事项

加热回流的时间要保证试样完全溶解，否则会影响滴定结果。

附录

1. 溴酚蓝指示剂（0.1%）：称取 0.1g 溴酚蓝指示剂用乙醇溶液溶解并定容到 100mL。
2. 苯酚、三氯甲烷混合溶剂：将苯酚和三氯甲烷按 2:3（体积比）混合。