

电位滴定法尼龙材料氨基和羧基含量

1 前言

尼龙检测端羧基和端氨基可以计算高分子的平均分子量、可以反馈出在聚合时用什么进行封端氨基、可以反映出抗氧化能力及染色难易程度。

本方法采用三氟乙醇体系测尼龙材料的氨基和羧基含量，用电位滴定法直接进行滴定，通过终点电位突跃变化判断终点，方法简单，操作方便，满足尼龙材料氨基和羧基检测需求。

2 仪器和试剂

2.1 仪器

T960 全自动电位滴定仪 非水 pH 复合电极、10mL 滴定管

2.2 试剂

盐酸标准溶液（0.1079mol/L），氢氧化钠标准溶液（0.1012mol/L），三氟乙醇

3 实验方法

3.1 实验步骤

准确称取 1.0g(准确至 0.0001g) 于滴定杯中，加入 50mL 三氟乙醇，65℃加热搅拌直至完全溶解，放置电位滴定台上，开启搅拌，使试样混和均匀，插上电极和滴定头，待电位平稳后，用盐酸标准溶液（0.1mol/L）滴定至终点，记下消耗体积，计算出该样品氨基含量。之后用氢氧化钠标准溶液（0.1mol/L）继续滴定该样品，滴定至突跃终点，记下消耗体积，计算出羧基含量。

注：计算羧基含量时，要将之前滴定氨基时过量的盐酸计算进去，计算出样品实际消耗的氢氧化钠体积。

3.2 仪器参数

3.2.1 氨基含量测定：

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：	10mL	预滴定添加体积	0.001mL
电位突跃量：	750	滴定前平衡电位：	10mv
预控 mv 值:	200		

3.2.1 羧基含量测定：

滴定模式：	动态滴定	最小添加体积	0.001mL
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：	10mL	预滴定添加体积	0.001mL
电位突跃量：	750	滴定前平衡电位：	10mv
预控 mv 值:	300		

4 结果与讨论

4.1 实验数据

4.1.2 尼龙材料氨基羧基含量测定

样品名称	滴定液浓	取样量	空白体	滴定体积	含量	平均含量
氨基	0.10790	1.00233	0.001	0.462	49.7339	52.5196
		0.99014		0.522	56.8847	
		1.02096		0.482	50.9401	
羧基	0.10115	1.00233		0.923	82.5968	83.474
		0.99014		0.943	86.7375	
		1.02096		0.923	81.0897	

4.2 计算公式

4.2.1 氨基含量计算公式：
$$X_1 = \frac{(V_1 - V_0) \times c}{m} \times 1000$$

式中： X_1 ---试样的氨基含量，单位为毫摩尔每千克 (mmol/kg);

V_1 ---试样消耗盐酸标准滴定溶液体积，单位为毫升 (ml);

V_0 ---空白消耗盐酸标准滴定溶液体积，单位为毫升 (ml);

C ---盐酸标准滴定的实际浓度，单位为摩尔每升 (mol/L);

m ---试样质量，单位为克 (g);

4.2.2 羧基含量计算公式：
$$X_4 = \frac{(V_3 - V_2) \times c}{m} \times 1000$$

式中： X_4 ---试样的羧基含量，单位为毫摩尔每千克 (mmol/kg);

V_3 ---试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积，单位为毫升 (ml);

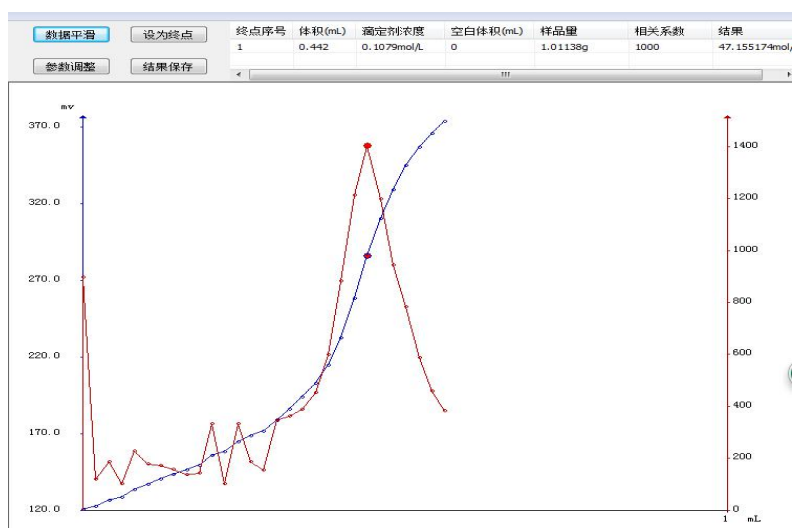
V_0 ---中和过量盐酸消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积，单位为毫升 (ml);

C ---氢氧化钠标准滴定的实际浓度，单位为摩尔每升 (mol/L);

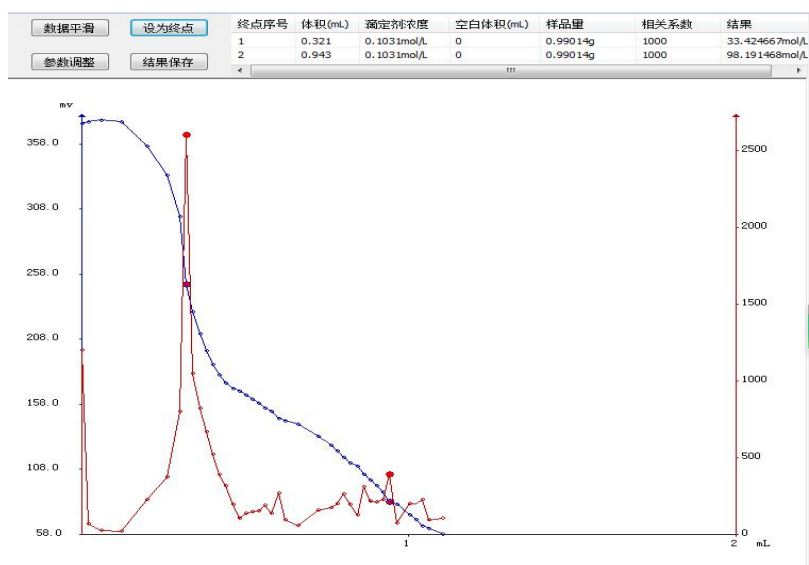
m ---试样质量，单位为克 (g)。

4.3 滴定图谱

4.3.1 氨基



4.3.2 羧基



4.4 结论

从结果可以看出，用电位滴定仪测定尼龙材料方便快捷，操作安全，减少人与有机试剂的接触，并且提高了工作效率，减少了人为对于实验的影响误差。

参考文献

[1] GBT 38138-2019 纤维级聚己内酰胺(PA6)切片试验方法.[S]

注意事项

尼龙材料在三氟乙醇体系中溶解过慢，导致溶解时间长或溶解不好是影响实验重复性的主要因素，所以在做滴定实验前，尽量将样品加热溶解或者粉碎处理之后在进行实验，否则会影响实验的重复性。

海能技术

海能技术