

电位滴定法测定聚乙烯亚胺中伯胺的含量

一、前言

乙烯亚胺（PEI）是一款极具特色的水溶性高分子产品，分子内所含有的伯胺、仲胺、叔胺等基团，赋予了 PEI 非常独特的性能和极高的化学反应活性。因此使得相关衍生物，共同形成了一个独立、完整、特色鲜明的水溶性高分子产品。在生物医药、日化、涂料、油墨、胶粘剂、电镀、纤维处理、污水处理、空气净化、纺织印染、油田化学品、造纸化学品、金属表面加工等领域均有广泛应用。本次实验采用 T960 全自动电位滴定仪按照其电位突跃点确定终点，测定其伯胺含量，验证实验方案的可行性。

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

无水甲醇，水杨醛，0.5mol/L 盐酸标准滴定液

三、实验方法

3.1、实验过程：

1) 总胺值测试过程：

称取 0.15g 左右的聚乙烯亚胺原液，加入 50mL 无水甲醇溶解试样，放置于滴定台上，启动编辑好的方法用标定好的 0.5mol/L 的盐酸滴定液滴定至电位突跃终点。重复测试三组，取其平均值，即为总胺值含量。

2) 仲叔胺值测定过程：

称取 0.15g 左右的聚乙烯亚胺原液，加入 50mL 无水甲醇溶解试样，再用 5mL 移液管准确移取 5mL 水杨醛，加入到滴定杯中，放置于滴定台上，开启搅拌，让其反应 10min，然后启动编辑好的方法用标定好的 0.5mol/L 的盐酸滴定液滴定至电位突跃终点。重复测试三组，取其平均值，即为仲叔胺值含量。

3) 伯胺含量测定：在上述两个实验结果相减即为伯胺含量

3.3、仪器参数

1) 总胺值测试仪器参数，如表 1 所示：

表 1 滴定仪参数设置

滴定类型：	动态滴定	方法名：	聚乙烯亚胺总胺值测定
滴定管体积：	10mL	样品计量单位：	g
工作电极：	PH 复合电极	参比电极：	无
搅拌速度：	7	预搅拌时间：	5s
电极平衡时间：	6s	电极平衡电位：	1mv
滴定速度：	慢	滴定前平衡电位：	6mv
显示单位：	PH	结束体积：	20mL
预滴定添加体积：	0（也可适当设置）	最小添加体积：	0.03mL
电位突跃量：	160mV	预控 PH 值：	5.5
相关系数：	56.1	结果单位：	mg/g
滴定剂名称：	盐酸	理论浓度：	0.5444(标定的浓度)

3) 仲叔胺值测试仪器参数，如表 2 所示：

表 2 滴定仪参数设置

滴定类型：	动态滴定	方法名：	聚乙烯亚胺仲叔胺值测定
滴定管体积：	10mL	样品计量单位：	g
工作电极：	PH 复合电极	参比电极：	无
搅拌速度：	7	预搅拌时间：	5s
电极平衡时间：	8s	电极平衡电位：	1mv
滴定速度：	慢	滴定前平衡电位：	6mv
显示单位：	PH	结束体积：	20mL
预滴定添加体积：	0（也可适当设置）	最小添加体积：	0.02mL
电位突跃量：	100mV	预控 PH 值：	7
相关系数：	56.1	结果单位：	mg/g
滴定剂名称：	盐酸	理论浓度：	0.5444(标定的浓度)

四、结果与讨论

4.1、实验结果

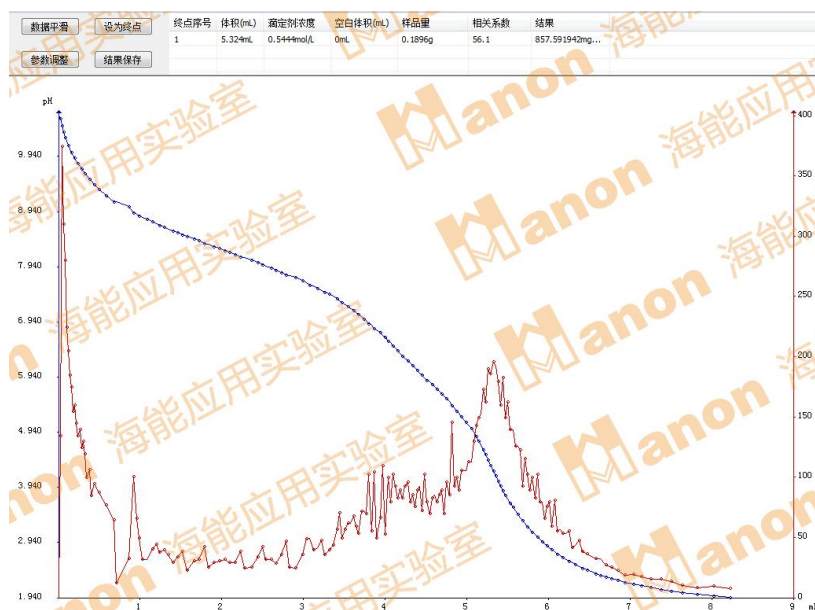
样品经测试，得到实验结果如表 2 所示：

表 2 含量测试结果

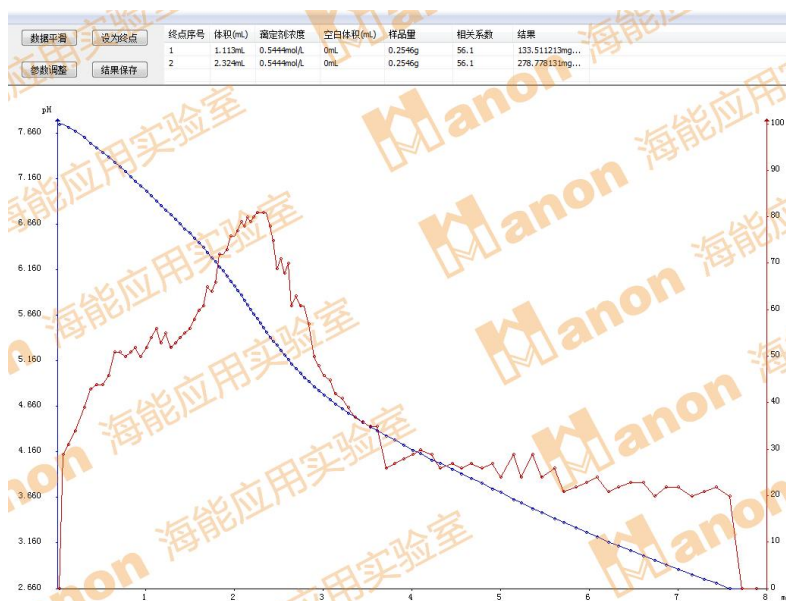
样品名称	取样量/g	c(HCL)/mol/L	滴定体积V _I /mL	总胺值/mg/g	平均值mg/g
聚乙烯 亚胺	0.1896	0.5444	5.324	857.592	857.779
	0.1511		4.232	855.386	
	0.1722		4.851	860.358	
				仲叔胺值/mg/g	
	0.1643		1.494	278.050	277.915
	0.2079		1.893	278.085	
	0.2217		2.016	277.719	
				伯胺值/mg/g	579.915

4.2、滴定图谱

1) 总胺值测定图谱：



2) 仲叔胺值滴定图谱:



4.3、结论

本次测试通过电位滴定法测试聚乙烯亚胺中伯胺的含量，仪器判断减少了人工误差，大大提高了实验的精度。因此电位滴定法是检测该类样品的不错选择。

五、注意事项

测定仲叔胺值时，加入水杨醛的反应时间不宜过长，10-20min 之内，加入之后颜色由橙黄到黄色，观察到生成均一黄色即可。本实验每次反应时间为 10min。