

电位滴定法测定聚酯多元醇中羟值含量

一、前言

聚酯多元醇的羟值直接决定其后续聚氨酯材料的交联密度与性能，因此需快速、准确地测定。传统乙酰化法耗时长、试剂毒性强，而电位滴定法借助对甲苯磺酰异氰酸酯（TSI）选择性衍生羟基，再以四丁基氢氧化铵非水电位滴定，可在 30 min 内获得特征三突跃曲线，通过差减突跃体积实现精确定量。本研究依据 ASTM E1899-23，在 T960 电位滴定仪上建立适用于聚酯多元醇的羟值测定方法，并对不同牌号样品进行验证，为工艺控制和产品质量评价提供可靠数据。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 电位滴定仪，非水 pH 复合电极。

2.2、试剂

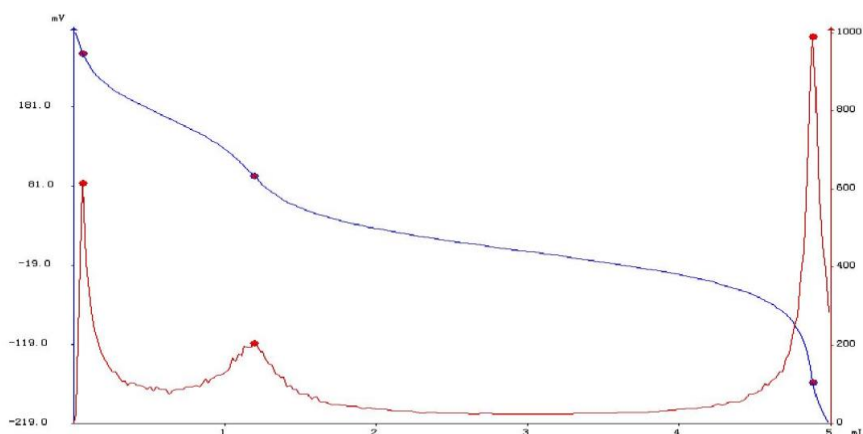
四丁基氢氧化铵甲醇异丙醇滴定溶液（0.1mol/L），甲苯，乙腈，TSI 试剂。

三、实验方法

3.1、羟值含量测试

准确在 100 mL 聚丙烯滴定杯中称取约 0.08 g 样品，精确至 0.0001g，加入 3 mL 甲苯和 7 mL 乙腈，密封搅拌溶解 30 s，加入 10 mL TSI 试剂溶液，重新密封缓慢搅拌 5 min。加入 0.5 mL 去离子水以中断化学反应，搅拌 1 min，加入 30 mL 乙腈，按照下表设置仪器参数，用四丁基氢氧化铵甲醇异丙醇滴定溶液滴定，当滴定至出现完整的突跃曲线后停止滴定。

3.3、滴定图谱



3.3、仪器参数

仪器参数设置见下表：

滴定模式：	动态滴定	方法名：	聚酯多元醇中羟值测定
滴定管体积：	10 mL	样品计量单位：	g
工作电极：	9112PH	参比电极：	无
滴定显示单位：	mV	补液速度：	4
搅拌速度：	5	电极平衡时间：	20 s
电极平衡电位：	1 mV	预搅拌时间：	30 s
滴定速度：	标准	每次添加体积：	0.02 mL
滴定前平衡电位：	5 mV	结束体积：	13 mL
预滴定添加体积：	0 mL	预滴定速度：	1
预滴定后搅拌时间：	10 s	终点一电位突跃：	200
终点一预控 mV 值：	-	终点一计算公式：	V1
终点一结果单位：	mL	终点一结果精度：	3
终点二电位突跃：	150	终点二预控 mV 值：	8
终点二计算公式：	$C \cdot (V3 - V2 - V1) \cdot 56.1 / m$	终点二结果单位：	mg KOH/g
终点二结果精度：	2	终点三电位突跃：	200
终点三预控 mV 值：	-	终点三计算公式：	V3
终点三结果单位：	mL	终点三结果精度：	3
主滴定剂名称：	四丁基氢氧化铵	理论浓度：	0.1044 mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

样品	质量 g	滴定液浓度 mol/L	滴定体积 V1 mL	滴定体积 V2 mL	羟值 (mg KOH/g)	平均值
7730	0.0868	0.1044	1.006	4.086	203.775	196.100
	0.0861		0.74	3.57	188.426	
4320	0.0850		1.236	4.794	241.026	249.516
	0.0765		1.137	4.567	258.007	

3190	0.0932		1.107	4.722	223.402	229.323
	0.0905		1.191	4.886	235.244	

4.2、结论

实验表明, 0.08 g 样品经 3 mL 甲苯-7 mL 乙腈溶解、10 mL TSI 衍生、0.5 mL 水淬灭后, 用 0.1044 mol/L 四丁基氢氧化铵-甲醇-异丙醇溶液滴定, 可得到清晰的三突跃图谱; 按 $(V_3-V_2-V_1) \times 56.1/m$ 计算, 7730、4320、3190 三款聚酯多元醇羟值分别为 196.1、249.5、229.3 mg KOH/g。该方法操作简便、试剂用量少、重现性好, 可满足研发与质控对聚酯多元醇羟值快速、精准检测的需求。

参考文献

[1] ASTM E1899-23 《使用对甲苯磺酰异氰酸酯反应和四丁基氢氧化铵电位滴定法检测羟基的含量》.[s]