

实验一 盐酸吡啶法测定环氧值

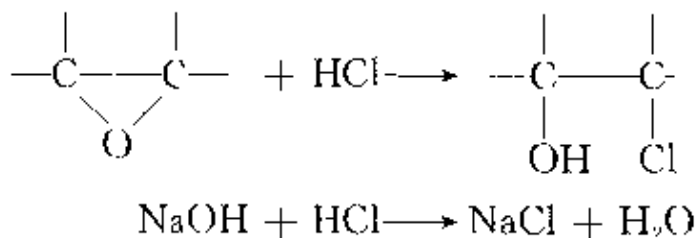
一、 实验目的

1. 掌握环氧值的几种测定方法并了解各测定方法的优缺点。
2. 熟悉使用各种分析仪器。

二、 实验原理

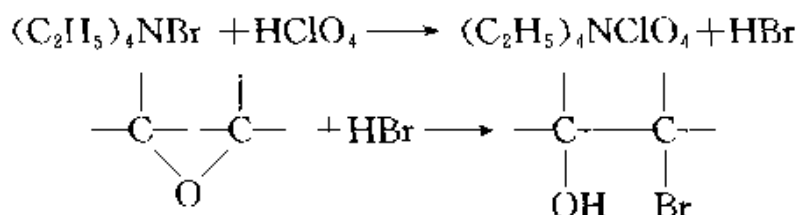
环氧值可以利用环氧基与氯化氢或溴化氢的加成反应来测定。以氯化氢为加成试剂的方法分盐酸吡啶法、盐酸丙酮法、盐酸二氧杂环己烷法三种。盐酸吡啶法是经典的方法，通常反应要在加热回流的情况下进行，操作较麻烦，而且吡啶刺激性气味大。盐酸丙酮法可在室温反应，终点敏锐，但分子量高的环氧树脂，由于在丙酮中溶解性差而无法测定。盐酸二氧杂环己烷法较为理想，反应可在室温下进行，且二氧杂环己烷是环氧树脂的良溶剂，测定范围宽，但由于商品二氧杂环己烷质量不稳定，需经纯化处理。

以氯化氢为加成试剂的反应原理如下：



过量的盐酸用 NaOH 乙醇溶液滴定至粉红色(酚酞作指示剂)。

以溴化氢为加成试剂的高氯酸滴定法是日前最理想的方法。它在室温下反应迅速，试剂也易于制备，此法已成为国际标准。在冰醋酸—氯仿溶液中，先将试样与溴化四乙铵混合，然后在结晶紫指示剂存在下逐滴加入高氯酸标准溶液，高氯酸与溴化四乙铵作用生成的初生态溴化氢立即与环氧基反应。终点时，过量的高氯酸使结晶紫由紫色变为绿色。反应式如下：



本实验主要以盐酸吡啶法和高氯酸滴定法为例，比较这两种方法的优缺点。但无论哪种方法，当试样有酸值时，计算时必须考虑进去。

三、 实验仪器设备及流程

磨口锥形瓶 回流冷凝管 盐酸 吡啶 氢氧化钠 乙醇 酚酞 高氯酸 冰醋酸 氯仿 溴化四乙铵 结晶紫

四、实验操作步骤

准确称取 0.5g(精确至 1mg)环氧树脂，放入 250ml 磨口锥形瓶中，用移液管加入 0.2mol/L 的盐酸吡啶溶液 20mL，装上回流冷凝管，轻轻摇动使样品溶解。待样品完全溶解后，将锥形瓶浸入甘油浴中，于 95~100 摄氏度下保温 30min 后取出，用 5 mL 吡啶冲洗冷凝管。冷至室温后卸下冷凝管，加入 3 滴酚酞溶液，用 0.2mol/L 的 NaOH 乙醇溶液滴定至浅粉红色。按相同方法做空白滴定，重复 2 遍，环氧值定义为 100g 试样中环氧基的摩尔数结果按下式计算：

$$EPV=(V_0-V_1)M/(10W)$$

式中 EPV—环氧值

V_0 、 V_1 —空白滴定、样品滴定所消耗的NaOH标准溶液的体积(mL)

M—NaOH 标准溶液的浓度(mol/L)

W—样品的重量(g)

五、 数据处理

将实验数据处理后填入实验报告，分别写出用两种方法测得的环氧值。

六、 分析讨论题

简述不同分子量环氧树脂的物理状态和环氧值的大小以及测定环氧值的方法。

(执笔人：鲁钢)