

电位滴定法测定环氧树脂的环氧当量

1 前言

环氧树脂由于粘附力强、收缩性好、耐酸碱、稳定性高，具有适应性广、工艺性好等优点被广泛应用于胶粘剂、电气绝缘材料、电子元器件灌封和包封，以及玻璃钢 / 复合材料等领域，但是环氧树脂的优异性能是要通过树脂的固化反应形成固化物才能得以实现。环氧当量（环氧值）是环氧树脂类胶粘剂、灌封料、复合材料等使用和质量控制的一项十分重要的指标（环氧当量=100 / 环氧值），环氧树脂当量高说明它的分子结构里环氧基的含量较高，和固化剂反应程度较大，因而长期以来受到广泛关注并开展了大量研究，形成多种化学分析方法。

本文依据国标进行试验，实验结果显示三种样品的平行性良好。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 电位滴定仪、10mL 滴定管、Hamilton pH 复合电极



2.2 试剂

高氯酸溶液浓度（0.10054mol/L，标定时室温为 28℃，测试样品时室温为 28℃）、三氯甲烷、溴化四乙铵溶液

3 实验方法

3.1 参数设置

| | | | |
|----------|--------|----------|-----|
| 滴定模式： | 动态滴定 | 搅拌速度： | 5 |
| 电极平衡时间： | 10s | 预搅拌时间： | 8s |
| 电极平衡电位： | 0.5mv | 滴定速度： | 标准 |
| 最小添加体积： | 0.02mL | 预滴定添加体积： | 0mL |
| 结束体积： | 10mL | 预滴定搅拌时间： | 6s |
| 滴定前平衡电位： | 10mV | 补液速度： | 6 |
| 电位突跃量 1： | 90 | 预控 mV 值： | 无 |

3.2 实验步骤

称取适量试样，置于滴定杯中，加入 10mL 三氯甲烷，然后超声振荡溶解试样，冷却至室温，加入 20mL 冰乙酸，然后用移液管准确加入 10mL 的溴化四乙铵溶液，用高氯酸溶液滴定至终点，同时做空白实验。

4 讨论与讨论

4.1 实验结果

| 编号 | 取样量 (g) | 滴定体积 (mL) | 含量 (g/mol) | 平均值 (g/mol) |
|------|------------|--------------|---------------|----------------|
| R140 | 0.3564 | 3.805 | 946.557 | 942.471 |
| | 0.37466 | 4.026 | 939.606 | |
| | 0.4419 | 4.720 | 943.190 | |
| | 0.39082 | 4.193 | 940.530 | |

| 编号 | 取样量 (g) | 滴定体积 (mL) | 含量 (g/mol) | 平均值 (g/mol) |
|-----|------------|--------------|---------------|----------------|
| E10 | 0.15189 | 2.863 | 538.973 | 537.022 |
| | 0.16938 | 3.181 | 539.796 | |
| | 0.15382 | 2.901 | 538.521 | |
| | 0.10273 | 1.985 | 530.796 | |
| E1 | 0.22052 | 11.886 | 185.469 | 184.203 |

计算公式：

$$EE = \frac{1000m}{(V_1 - V_0) \left(1 - \frac{t-t_s}{1000}\right)} c$$

式中：

EE --环氧当量，g/mol；

m --试样质量，g；

V_1 --滴定样品时高氯酸溶液的消耗量，mL；

V_0 --滴定空白时高氯酸溶液的消耗量，mL；

t --测定和空白试验时高氯酸溶液的温度，单位为摄氏度(°C)；

t_s --标定时高氯酸溶液的温度，单位为摄氏度(°C)；

c --高氯酸溶液的浓度，mol/L。

4.3 结论

本次试验结果平行良好，峰形明显。

参考文献

[1] GB/T 4612-2008 塑料 环氧化合物 环氧当量的测定

注意事项

试样图谱可能出现双峰，建议通过“数据平滑”寻找终点。建议将配制好的溴化四乙铵溶液转移至带塞的锥形瓶中，防止冰乙酸的挥发。每次实验完成后用冰乙酸冲洗搅拌桨和电极。建议将滴定速度调至“慢”，保证峰形的稳定性。监测室温，并根据温差计算高氯酸真实浓度。