

环氧树脂易皂化氯含量测定

1 前言

易皂化氯是环氧树脂生产检测中最常规的检测项目，它的含量高低，直接影响到成品绝缘性、强度以及固化速度，所以在生产过程中，需要对易皂化氯的含量进行严格的控制，以保障产品的性能和质量。

在本实验中采用 T960 全自动电位滴定仪去测定环氧树脂中易皂化氯含量，通过和氢氧化钾-甲醇溶液在 100℃ 反应，使样品产生皂化氯，丙酮溶解，用硝酸银-异丙醇溶液进行滴定，测出该样品中易皂化氯含量。该方法大大提升了操作的安全性，减少人员与试剂的接触时间，滴定效率大大提升，同时也提高了检测的精度。

2 仪器和试剂

2.1 仪器

T960 全自动电位滴定仪，银离子选择电极，10mL 滴定管。

2.2 试剂

硝酸银溶液-异丙醇 (0.1mol/L)，丙酮 (AR)，甲苯 (AR)，纯化水 (一级)。

3 实验方法

3.1 实验步骤

称取 1g 试样(准确至 0.1 mg) 于 200mL 两口瓶中，加入 15mL 甲苯，用磁力搅拌器溶解试样，加入 50mL 氢氧化钾的甲醇溶液(0.1mol/L)，充分混合溶解，混合物在 100℃ 水浴(中反

应 15 min，反应完成后倒入 250mL 烧杯中，量取 20mL 甲苯充分清洗两口瓶并倒入烧杯中，最后加入 30ml 的 30%冰醋酸，搅拌数分钟，直至加入冰醋酸时生成的沉淀全部溶解，把电极放入试样溶液中并用 0.002mol/L 硝酸银标准溶液进行电位滴定。加入冰醋酸后，应立即进行滴定，否则可能得到偏低值。滴定至电位突跃终点，读出达到终点所需硝酸银溶液的体积，准确至 0.01mL。同时做空白试验。

3.2 仪器参数

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：	20mL	预滴定添加体积	0mL
电位突跃量：	150	滴定前平衡电位：	10mv

4 结果与讨论

4.1 实验数据

4.1.2 易皂化氯含量测定：

样品名称	滴定液浓度 (mol/L)	取样量 (g)	空白 (mL)	滴定体积 (mL)	含量 (mg/kg)	平均含量 (mg/kg)
环氧树脂样品	0.1023	1.09118	0.02	1.463	4.796	4.8377
		1.07325		1.457	4.856	
		1.08324		1.472	4.861	

4.2 计算公式

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times C_1 \times 35.45}{m_0}$$

X ---样品中皂化氯离子含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

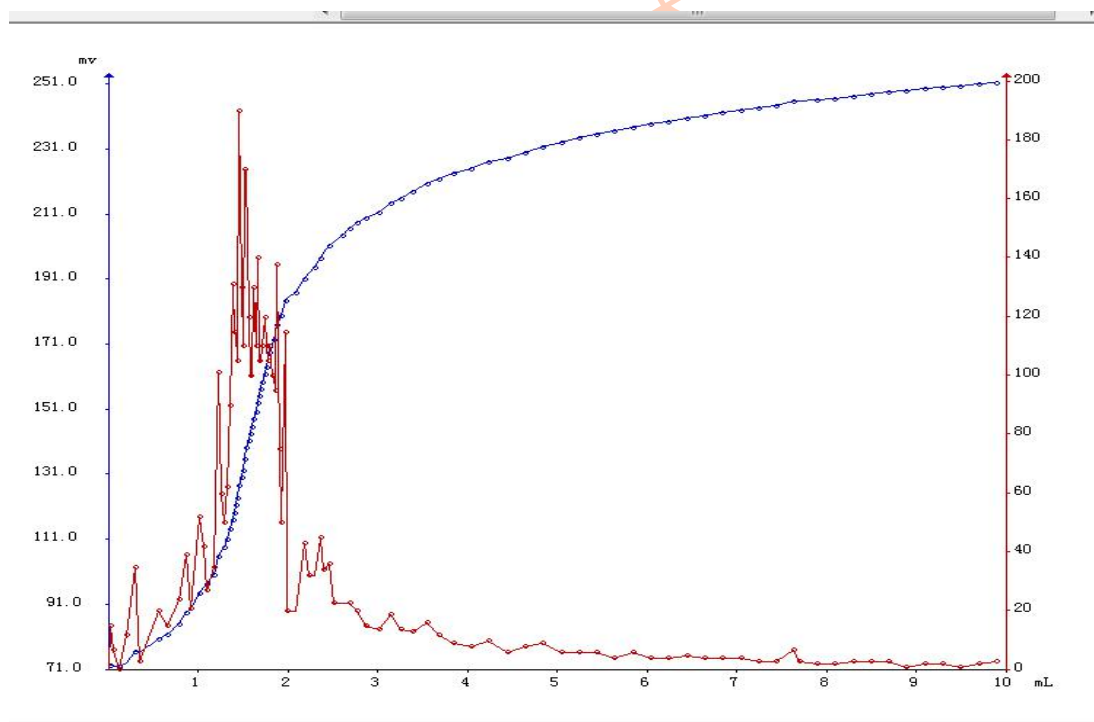
V_1 ---测定用试样消耗硝酸银标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ---试剂空白试验消耗硝酸银标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

m_0 ---称取试样的质量，单位为g；

C_2 ---硝酸银标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）。

4.3 滴定图谱



4.4 结论

用电位滴定法测定环氧树脂易皂化氯含量，数据重复性良好，结果准确，增加了人员操

作的安全性，降低了外界条件对实验的干扰，增加了实验的可行性。

参考文献

[1] ASTM/D1726-11 Standard Test Methods for Hydrolyzable Chloride Content of Liquid Epoxy Resins.[S]

注意事项

在试样处理过程中，对于反应的温度和时间都要进行严格的控制，否则会导致实验结果有较大的偏差。