

环氧树脂的制备

所属实验课程：《高分子化学实验》

一、实验目的

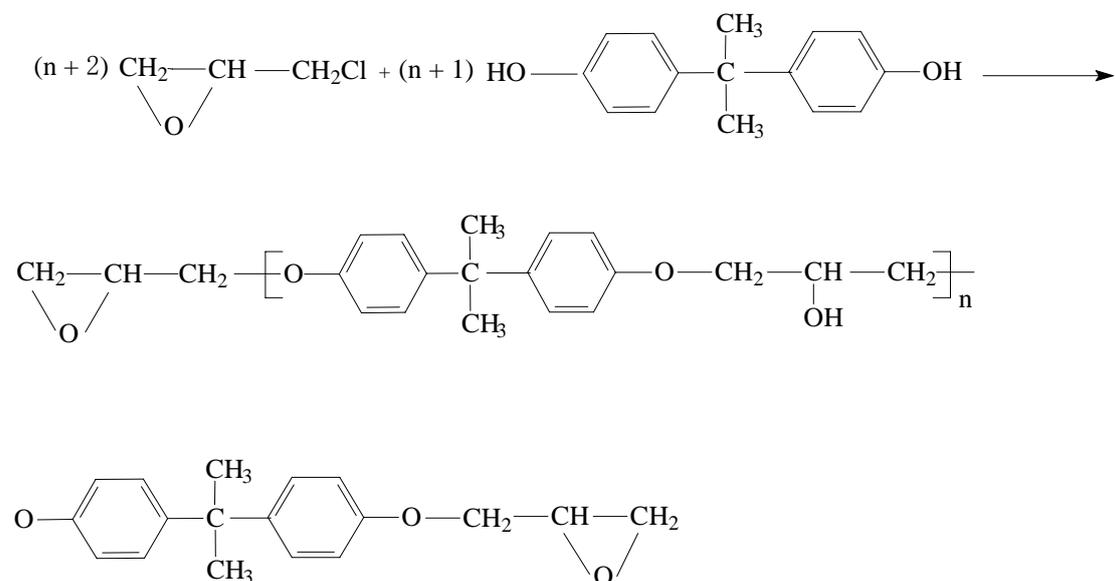
1. 了解热固性树脂双酚 A 的反应原理及制备方法。
2. 了解双酚 A 的性能及使用方法。
3. 掌握环氧值的测定方法。

二、实验原理

含有环氧基团的聚合物通称为环氧树脂。环氧树脂品种多，用途广泛。双酚 A 型环氧树脂是通过环氧氯丙烷与双酚 A 缩合而成，是目前应用最广泛的热固性树脂。根据不同的原料配比，不同反应条件，可以制成不同软化点、不同相对分子量的环氧树脂。环氧树脂固化后具有良好的物理和化学性能，它对金属和非金属表面具有优异的粘接性。此外它的固化过程收缩率小，耐腐蚀、耐介电性能好，机械强度高，是最重要的合成树脂之一。

环氧值是表征环氧树脂质量的重要指标。它表示每 100g 环氧树脂中含环氧基的摩尔数。国内产品的牌号基本上是根据不同类型的树脂以及环氧值大小来划分。

双酚 A 和环氧氯丙烷在氢氧化钠作用下聚合而成。反应机理属于逐步聚合，反应式为：



三、主要试剂和仪器

1. 主要试剂：双酚 A ， 环氧氯丙烷， 30%氢氧化钠溶液， 甲苯， 盐酸-丙酮溶液（将 2mL 浓盐酸溶于 80mL 丙酮）， 0.1mol/L 氢氧化钠-乙醇标准溶液（邻苯二甲酸氢钾标定）， 酚酞溶液， 乙二胺；

2. 主要仪器： 250mL 四口烧瓶， 电动搅拌器， 回流冷凝管， 滴液漏斗， 分液漏斗， 减压蒸馏装置， 水浴， 碱式滴定管等。

四、实验步骤

1. 环氧树脂的合成

在装有搅拌器， 回流冷凝管、滴液漏斗的四口烧瓶内， 加入 11.4g 双酚 A 和 12mL 环氧氯丙烷， 再将 20mL30%氢氧化钠溶液置于滴液漏斗中。 开动搅拌器， 将水浴温度升至 60~65℃， 待双酚 A 全部溶液成均匀溶液后， 开始缓慢向烧瓶中滴加氢氧化钠溶液， 约 1.5 小时完成， 此间保持温度 60~65℃。 继续反应 30min， 反应结束后， 加入 30mL 甲苯及 15mL 去离子水， 搅拌均匀， 趁热倒入分液漏斗中， 静置分层， 除去水层。

将上层树脂溶液倒回烧瓶中， 进行减压蒸馏， 除去甲苯和未反应的环氧氯丙烷， 直至无馏出物为止， 最后瓶内剩余物即为黄色透明的环氧树脂

2. 环氧值的测定

环氧值是环氧树脂的重要标志之一， 也是计算固化剂用量的依据。 相对分子质量较低的环氧树脂用盐酸-丙酮法测定环氧值， 体系中的盐酸可与环氧基团反应， 使其开环， 过量的盐酸用氢氧化钠-乙醇溶液进行滴定。

准确称取 1g 左右的树脂（m）置于锥形瓶中用移液管加入 25mL 新配置的盐酸-丙酮溶液， 盖好瓶塞， 摇动使树脂完全溶解， 放置 1h。 加酚酞指示剂， 用 0.1mL/L 标准氢氧化钠-乙醇溶液进行滴定（消耗体积 V_2 ）。 做平行和空白试验（消耗体积 V_1 ）， 由下式计算环氧值（E）， 单位是 mol/100g 树脂：

$$E = \frac{(V_1 - V_2)N}{m} \times 100$$

3. 环氧树脂粘结性试验

取两块铝片及两块橡胶片， 洗净、干燥。

用硅油纸称取环氧树脂 4g，加入 0.25~0.3g 乙二胺（以实测环氧值计算的乙二胺用量为准），用力充分搅匀后，取少量分别涂于铝片、橡胶片的一端，并刮均匀，胶层要薄（0.1~0.2mm）而均匀，将另一铝片、橡胶片分别贴上，用夹子固定，室温放置一周后，测环氧树脂胶的剪切强度。

五、注意事项

1. 预聚物反应完毕要趁热倒入分液漏斗，分液需要充分静置，在通风橱中进行，并注意排气。
2. 热塑性的环氧树脂也是具有很大粘度的，要及时从烧瓶中取出，烧瓶用丙酮洗净。
3. 测定环氧值时，滴定开始要慢些，环氧氯丙烷开环反应是放热的，反应液温度会升高。相对分子质量较高环氧树脂的环氧值用盐酸-吡啶法滴定。
4. 注意观察各步反应体系色状情况。