

胶粘剂实验

北 京 林 业 大 学
森林工业学院木工系
一九九七年六月

前 言

胶粘剂实验是胶粘剂课的重要教学环节和实践环节。通过胶粘剂合成和胶粘剂检验方法的实验,可以训练学生进行胶粘剂实验的基本技能,培养学生从事胶粘剂科学实验和解决实际问题的能力,也有利于培养学生理论联系实际的作风,实事求是、严格认真的科学态度与良好的工作习惯。

在重编实验讲义的时候,有几点需说明一下。1.树脂合成实验来源于生产配方,但为了在3~4小时内完成实验,对生产工艺作了适当修改。2.胶粘剂检验方法以国家颁布的标准方法为准。在粘度测定中,我们介绍了几种方法。这是因为,作为树脂技术指标的粘度指标,必须用国颁标准方法测定,但作为生产控制,工厂可以采用不同的方法进行粘度测定。为了估算不同粘度的换算关系,附录中增补了粘度换算表。

为了保证实验顺利进行,学生必须做到以下几点。

1.实验前,必须按教师的安排认真阅读实验讲义中的有关内容和指定的参考资料,写出预习报告。

2.实验室中,应保持清洁、安静和良好的秩序。实验过程要思想集中,认真操作,不得擅自离开。要养成及时记录的习惯,凡观察到的现象,有关的重量、体积、温度、时间及测试数据等,都应立即如实地写在记录本中。

3.尊重教师指导,注意安全,严格按照操作规程和实验步骤进行实验。发生意外事故,应立即报告教师进行处理。

4.注意节约,爱护公物。公用仪器和药品用后立即归还原处。

5.实验结束,把合成的树脂倒入指定容器,将自己使用的仪器、实验台面清洗、整理干净,把本组通用仪器放回橱中。含有树脂的废水不能倒入下水道,要倒进废物缸中。经教师检查并在记录本上签字之后,学生方能离开实验室。

6.学生轮流值日。值日生要整理公用仪器、药品,打扫实验室,倒废物缸,检查水、电,关好门窗。

7.按要求和指定时间交实验报告。

胶粘剂作为高分子科学和材料科学的一个重要分支,是一个异常活跃的科技领域,新理论、新工艺、新技术不断涌现;现代化实验手段和先进仪器被大量应用。鉴于这种情况,本讲义尚有很多不足之处,希望同学们多提宝贵意见,以便不断改进我们的实验课。

编者 韦 铮

实验指导教师 吴瑞萱

1997、6

目 录

实验一	水溶性酚醛树脂的制造	1
实验二	脲醛树脂的制造	2
实验三	聚醋酸乙烯酯乳胶的制造	3
实验四	固体含量的测定	4
实验五	粘度的测定	8
实验六	pH值的测定	11
实验七	游离苯酚的测定	12
实验八	可被溴化物的测定	17
实验九	游离甲醛的测定	17

附录一	减压蒸馏	
-----	------	--

附录二	粘度换算表	
-----	-------	--

实验一 水溶性酚醛树脂的制造

该树脂系苯酚与甲醛经加成缩聚反应制成的水溶性初期酚醛树脂，涂胶单板不需要低温干燥可直接压制胶合板。

一、实验目的

1. 掌握酚醛树脂的实验室制造方法；
2. 了解水溶性酚醛树脂的形成过程；
3. 学会安装和使用实验室合成树脂的装置。

二、仪器

合成装置：包括电动搅拌器、三口烧瓶、球形冷凝管、温度计、搅拌轴套（或水封）、搅拌棒、水（油）浴锅、加热器。

台秤、烧杯。

三、制造方法

1. 配方

苯酚（100%）(1)	50克
甲醛（37%）	86.3克
氢氧化钠（30%）	35.5克

2. 操作步骤

(1) 在教师指导下，安装、调试合成装置。

(2) 将熔化之苯酚加入三口瓶，开动搅拌器，依次加入氢氧化钠溶液和一次甲醛溶液（为总量的 $4/5$ ）。

(3) 开始加热，在 40—50 分钟内使内温均匀升至 $94 \pm 2^\circ\text{C}$ （注意放热反应，勿使胶液喷出！），保温 15 分钟。

(4) 降温至 80°C ，加入二次甲醛溶液（为总量的 $1/5$ ），加完后使内温升至 $94 \pm 2^\circ\text{C}$ ，保温。

(5) 保温 20 分钟，开始测粘度(2)。当粘度达到要求时，立刻倒出水浴锅中的热水，加入冷水冷却，当内温降至 40°C 以下，放料。

纯苯酚用量

注：(1) 苯酚实际用量 =

苯酚的纯度(%)

(2) 粘度控制可用气泡粘度计，当流动秒数达 4—8 秒（ 20°C ）即达到粘度要求。气泡粘度计测定粘度准确度较差，一般只用于树脂生产中粘度的控制。

3. 树脂技术指标

外观：红褐色透明粘液

粘度：400—1100 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ (0.40 — $1.10 \text{ Pa}\cdot\text{s}$)

固体含量：大于 45%

游离酚：小于 1.5%

贮存期：大于 20 天（20℃）

四、思考题

1. 计算原料配方的克分子比。
2. 分析该树脂生产的工艺类型。
3. 写出初期酚醛树脂的生成反应。
4. 在反应过程中，氢氧化钠的作用是什么？

实验二 脲醛树脂的制造

该树脂系尿素与甲醛经加成缩聚反应制成的初期脲醛树脂，加入固化剂（有时要加入填料等辅助材料）调成胶液，可用于压制胶合板和碎料板。

一、实验目的

1. 掌握脲醛树脂的实验室制造方法；
2. 了解脲醛树脂的形成过程；
3. 了解减压蒸馏原理及减压蒸馏装置的操作方法。

二、仪器

合成装置：同实验一。

台秤、烧杯。

减压蒸馏装置：见附录一。

三、制造方法

1. 配方

尿素（100%）

50 克

甲醛（37%）

108.2 克

氢氧化钠（30%）

适量

氯化铵（20%）

适量

2. 操作步骤

(1) 将甲醛加入三口烧瓶，开动搅拌器。用氢氧化钠溶液调节 pH 至 9，升温至 40℃。

(2) 加入一次尿素（为总量的 3/4），在 20 分钟内温升至 90℃，保温 20 分钟，用氯化铵溶液调 pH 值至 6，继续在 90℃ 保温 20 分钟。

(3) 加入二次尿素（为总量的 1/4），升温至 $95 \pm 2^\circ\text{C}$ ，约 30 分钟出现混浊，混浊 15 分钟降温至 70℃，用氢氧化钠溶液调节 pH 值到 7。

(4) 将反应液转移至克氏烧瓶中进行减压脱水（真空度为 650—670 毫米汞柱，内温低于 70℃），脱水量为甲醛溶液含水量的 40%。脱水后冷却至 40℃ 放料。

3. 技术指标

外观：乳白色粘稠液体

粘度：250—1000 mPa·s（0.25—1.00 Pa·s）

固体含量：大于 60 %

游离醛：不大于 2.5 %

pH 值：7.0—7.5

四、思考题

1. 计算原料配方的克分子比。
2. 分析树脂形成过程，写出初期脲醛树脂的生成反应。
3. 在反过程中，你有没有观察到反应液自动升温 and pH 值下降的现象？为什么会
出现上述现象？
4. 在加料次序上，为什么合成脲醛树脂时先加甲醛，而合成酚醛树脂时一般先加
苯酚？

实验三 聚醋酸乙烯酯乳胶的制造

该乳胶系醋酸乙烯酯单体经乳液聚合反应制得的高聚物水乳液。它可直接作胶粘剂使用，也可以加入各种颜料、助剂制成涂料（乳胶漆）。

一、实验目的

1. 掌握聚醋酸乙烯乳胶的实验室制造方法；
2. 了解乳液聚合方法和乳胶形成过程。

二、仪器

合成装置：见实验一、100ml 滴液漏斗。

台秤、烧杯、10ml 小量筒。

三、制造方法

1. 配方

醋酸乙烯酯	100 克
聚乙烯醇溶液（8.8 %）	100 克
辛烷基苯酚聚氧乙烯醚（OP-10）	1.12 克
过硫酸铵	0.3 克
碳酸氢钠	0.3 克
邻苯二甲酸二丁酯	11.2 克

2. 操作步骤

(1) 把合成装置安装调试好。

称 0.3 克过硫酸铵，倒入小量筒中，加 9 毫升蒸馏水溶解之，待用。

(2) 把聚乙烯醇溶液和 OP-10 加入三口瓶中，开动搅拌器，然后加入单体 20 克，过硫酸铵水溶液 3 毫升。加热水浴，控制浴温 65℃。（聚合反应过程有明显放热现象，注意观察！）

(3) 取下三口瓶上的温度计，装上滴液漏斗，向滴液漏斗加单体 40 克，滴加三口瓶

中（速度不能快，一调一滴加入）。加完后，加入 1.5 毫升过硫酸铵溶液，再滴加余下的 40 克单体，单体滴完再加 1.5 毫升过硫酸铵溶液。取下滴液漏斗，装上温度计。加热回流，至内温升至 $90^{\circ}\text{C} - 95^{\circ}\text{C}$ 无回流。

如反应液温度偏低（ 85°C 以下），可补加 1.5 毫升过硫酸铵溶液，如内温仍升不到 90°C 以上，可把余下的 1.5 毫升过硫酸铵溶液加入，直至内温升至 90°C 以上。

(4) 在 $90 - 95^{\circ}\text{C}$ ，保温 10 分钟，冷却至 50°C 以下，加入碳酸氢钠溶液（予先用 5 毫升水溶解），再加入邻苯二甲酸二丁酯，搅拌均匀，出料。

3. 技术指标

外观：乳白色粘稠液体，均匀而无明显粒子。

固体含量：大于 50 %

粘度：1500 — 4000 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ (20°C)

(1.5 — 4.0 $\text{Pa} \cdot \text{s}$)

粒度：1 — 5 μm

pH 值：4 — 6

四、思考题

1. 配方中各组份的作用是什么？

2. 你有没有观察到放热现象？为什么会出现这种现象？

3. 反应后期，内温在 85°C 以下，有时会出现较长时间回流现象，原因是什么？怎样处理？

4. 在反应过程中，有没有出现异常现象？你是怎样处理的？为什么这样处理？

5. 用图示法表示乳液聚合的反应机理，并加以说明。

实验四 固体含量的测定

固体含量是在规定的测试条件下，测得的胶粘剂中非挥发性物质的重量百分数。

一、原理

加热使胶粘剂中挥发成分蒸发，剩余物重量与试样重量比值，以百分数表示就是固体含量。

用烘干法测固含有常压烘干法和（或加也行）减压烘干法。测试条件（温度时间、常压烘干还是减压烘干、减压烘干的真空度等）不同，所得数据相差悬殊，最大可达 5 %。

一般地说，用常压烘干法测固含温度较高、加热时间较长，否则挥发成分不能完全挥发掉。但高温、长时间加热会使胶粘剂中的树脂发生不同程度的分解反应，也会使缩聚类树脂进一步缩聚，生成低分子物质。由于挥发成分增加，使测定固含量值偏低。由上可知，测定固含应尽量避免高温或长时间加热。

和常压法比较，减压烘干法具有低温、快速、准确的优点。这是因为，减压烘干可降低水分子及其它挥发物分子从胶液中逸出胶液表面所需要的能量，从而加速挥发物的

蒸发, 烘干过程可在较低温度下, 较长时间内完成, 减少了树脂分解或进一步缩聚的可能性。常压法操作简单, 减压法操作比较复杂。

二、仪器

1. 瓷皿: 直径 24 mm。
2. 真空烘箱。
3. 分析天平: 感量 0.1 mg。
4. 干燥器。

三、操作步骤

在予先洗净干燥恒重的瓷皿中, 用分析天平称取 1~1.2 g 试样。将瓷皿放入恒定温度的真空烘箱内, 按下表规定的干燥条件干燥, 然后取出放入干燥器内, 冷却 20 min 称重。要求平行测两个试样。

胶粘剂种类	试样重, g	干燥温度, °C	干燥时间, min	真空度, mmHg
脲醛、三聚氰胺树脂	1~1.2	100±5	60	10~20
醇溶性酚醛树脂	1~1.2	100±5	120	10~20
水溶性酚醛树脂	1~1.2	120±5	120	10~20

四 计算

固体含量按下式计算:

$$R = \frac{m - m_1}{m_2 - m_1} \times 100\%$$

式中: R——固体含量, %;

m——瓷皿与干燥后树脂的重量, g;

m_1 ——瓷皿的重量, g;

m_2 ——瓷皿与干燥前树脂的重量, g。

注: (1)一般弹性式真空表的刻度采用负压式。如真空表读数为 740 mmHg, 则真空度为: $760 - 740 = 20$ (mmHg)。

(2)醇溶性酚醛树脂与三聚氰胺树脂在 80 °C 时放入烘箱, 达到 100 °C 开始抽真空, 以防样品飞溅造成损失。

(3)平行测定两个试样。平行结果之差不大于 1.0 % (部标要求不大于 0.5 %)。

五、思考题

1. 为什么说用烘干法测定的是固体含量而不是树脂含量?
2. 试述常压烘干法和减压烘干法的优缺点。
3. 如果你测试的结果不准确, 请分析一下原因。

实验五 粘度的测定

胶粘剂熔体或浓溶液的物态属粘流态，这时大分子链处于紊乱状态，链段之间互相缠结，故流动时产生内摩擦而呈现粘性。粘性的定量表征是粘度，它是克服内摩擦的一种量度。

粘度影响胶粘剂的流动性和润湿性。

一、粘度及粘度的单位

$$\frac{F}{A} = \eta \frac{dv}{dr}, \quad \eta = \frac{F/A}{dv/dr}$$

式中 F 为作用于液层面积为 A 之上的推力， F/A 称为剪切应力，所产生的流动速度为 v ，其液层递减速度梯度 dv/dr 称为剪切速率。粘度是剪切应力与剪切速率之间的比例系数，当剪切应力一定时，粘度越大的液体，其剪切速率越小。

按国际单位制 (SI) 规定，粘度单位为帕〔斯卡〕秒 ($P_a \cdot s$)。

$$\text{根据 } \eta = \frac{F}{A \cdot \frac{dv}{dr}}$$

$$1 P_a \cdot s = 1 \frac{N \cdot s}{m^2}$$

$$(\text{即 } 1 \text{ 帕〔斯卡〕秒} = 1 \frac{\text{牛顿} \cdot \text{秒}}{\text{米}^2})$$

粘度单位的定义为：1 帕〔斯卡〕秒是指在流体内每米距离有 1 米/秒速度差的速度时，在垂直于该速度梯度的面上，沿速度方向每 1 平方米面积产生 1 牛顿力的应力时的粘度。

在工程单位制中，粘度单位为泊 (P)，厘泊 (cp, $1/100 P$)，是可以与国际单位制单位并用的单位。

$$1 P = 1 \frac{\text{dyn} \cdot \text{s}}{\text{cm}^2} \quad (1 \text{ 泊} = 1 \frac{\text{达因} \cdot \text{秒}}{\text{厘米}^2})$$

换算：

$$\because 1 N = 100000 \text{ dyn}$$

$$\therefore 1 P = 0.1 P_a \cdot s$$

$$1 \text{ cp} = \frac{1}{1000} P_a \cdot s = 1 \text{ mPa} \cdot s$$

测粘度的仪器很多，常用的有改良奥氏粘度计，气泡粘度计，涂-4 粘度计，恩格

拉粘度，旋转式粘度计等。

改良奥氏粘度计结构比较简单，能对粘度进行精密准确的测定，应用广泛，是我国木材胶粘剂国家标准检验方法。气泡粘度计结构非常简单，测定方便迅速，但测定结果不准确、不精密，只能得到一个大致粘度。气泡粘度计广泛用于生产车间控制反应程度。本实验要求学生用上述两种方法测定液状胶粘剂的粘度，其它测定方法由学生选作或由教师做演示实验。

二、用改良奥氏粘度计测定液体胶粘剂的粘度。

试样经过毛细管而流动，测定一定体积的试样经过毛细管所需时间以求粘度。改良奥氏粘度计毛细管部分有一定斜度，使下球D（测定球）与扩张部分H（试样球）的液面中心在同一垂直线上，故可以改变压力差，减少倾斜误差。

（一）仪器

1. 恒温水浴

2. 温度计 0~50℃水银温度计，精度0.1℃。

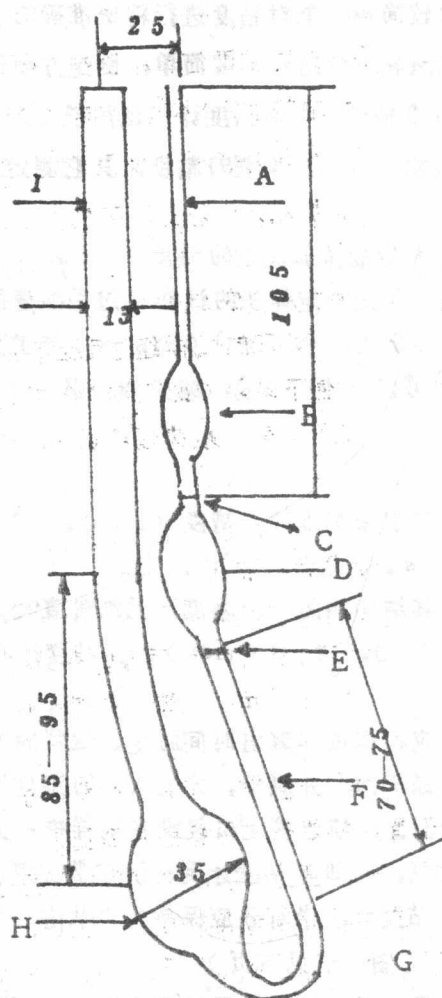
3. 秒表：精确度0.2s。

4. 改良奥氏粘度计：其结构如图一。粘度计毛细管直径，根据试样粘度大小选定。常用的有1.2，1.5，2.0，2.5（mm）等。粘度计必须标定其常数。

（二）操作步

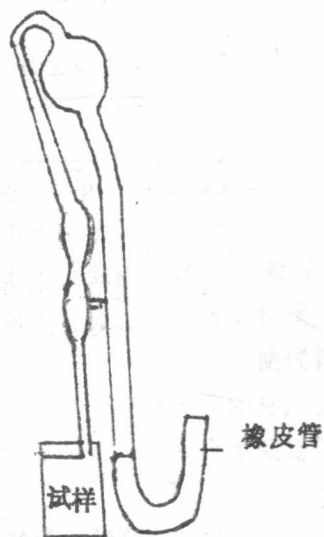
测定时粘度计的选用，应根据试样流出时间而定。试样的流动时间须在50~300秒范围内。粘度计应仔细洗涤干净，并烘干。先把水浴的温度调节到 $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ （夏季用冰水调温）。将粘度计倒置，使A管上口浸没在试样中（见图二），用吸气球抽气，使试样升至标线E时停止抽气，立即将粘度计倒转回正常位置。然后把盛有试样的粘度计夹在恒温水浴的夹子上，粘度计上半部分应保持垂直状态，水面浸没粘度计的上球B，保温15min后进行测定。（图一请见下页）

用橡胶管接到粘度计A管上口，然后用吸气球抽气，使试样液面升到标线C以上，当试样液面流至标线C时，按动秒表，液面流至标线E时，按停秒表，记录时间。重复测定三次，平行测定结果之差不大于0.2S，求出平均值。



图一 改良式奥氏粘度计

A——管身； B——上球； C——标线； D——下球； E——标线；
F——毛细管； G——弯管部分； H——扩张部分； I——管身



图二 改良奥氏粘度计
抽样示意图

(三) 计算

粘度按下式计算

$$\eta = tk\rho$$

式中： η ——粘度， $\text{mPa} \cdot \text{s}$ ；

t ——时间， s ；

k ——粘度计常数， mm^2/s^2 ；

ρ ——密度， g/cm^3 (20°C)

注：粘度计常数用已知粘度的标准油样来测定。不同直径的粘度计应选用粘度的标准油样。

k 按下式计算：

$$k = \frac{\nu_{\text{标}}}{t}$$

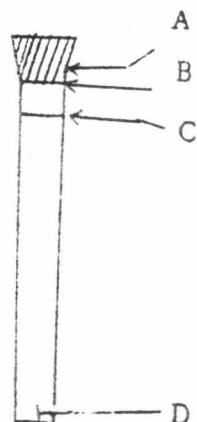
式中： ν ——标准油样运动粘度，单位厘斯 (CS t)， $1 \text{CS t} = 1 \text{mm}^2/\text{s}$ ；

t ——时间， s 。

三、用气泡粘度计测定粘度

在玻璃管内注入试样和一定量的空气，由气泡上的上升速度求粘度。

气泡粘度计的构造如图 3，由硬质玻璃制成。



图三说明 单位 mm

内 径	10.00 ± 0.05
A 与 B 之距离	约 5
B 与 C 之距离	8 ± 1
C 与 D 之距离	100 ± 1

图三 气泡粘度计

操作步骤

将试样倒入气泡粘度计 C 处，塞上胶塞或木塞至 B 处。放入 25℃ 的恒温水浴杯内，保温 15 分钟。然后取出粘度计，在倒转 180° 时立即按动秒表，当气泡上端上升到 D 处时，按停秒表，所得秒数为试样粘度的秒数。重复测定三次，求出平均值。

* 本实验在 20℃ 恒温水槽中测定。

四、用涂—4 粘度计测定粘度

是短管粘度计的一种。使试样通过短的细管而流出，测定一定体积的试样的流出时间而求粘度。

涂—4 粘度计的上部为圆柱形，下部为圆锥形，锥形底部有可以更换的漏嘴，杯上部的凹槽作多余试样溢出用。杯装置在可以调节水平的架上。基本尺寸：容量 100 ± 1 ml，漏嘴用不锈钢制成，孔高 4 ± 0.02 mm，孔内径 4 ± 0.02 mm，粘度计内部角度为 $81^\circ \pm 15'$ ，圆柱直径， $\varnothing 50 \pm 0.2$ mm。

操作步骤

测定之前须用纱布蘸溶剂将粘度计内部仔细擦拭干净，在空气中干燥或用冷风吹干，对光观察粘度计漏嘴应清洁，然后将粘度计置于支架上。调整水平螺钉使粘度计处于水平位置。在粘度计下面放置 150 ml 的烧杯或搪瓷杯，用手指堵住漏嘴孔，将调正至 $25 \pm 1^\circ \text{C}$ 的试样倒满粘度计中，用玻璃棒将气泡和多余之试样刮入凹槽，然后松开手指使试样流出，同时立即按动秒表，当试样流丝中断时，立即按停秒表。试样从粘度计流出的全部时间 (s) 即为试样的粘度。重复三次，求其平均值。两次测定值之差不应大于平均值的 3%。

五、用旋转法测粘度

使圆筒、圆板或球在试样中以一定角速度旋转，测定此时产生的粘性力矩而求粘度。

液态胶粘剂大多属于非牛顿流体，粘度随剪切速率或剪切应力的变化而变化，上述测定法测得的只是胶粘剂的表现粘度，而旋转法可测定各种剪切速率下的剪切应力，因

而可以测定非牛顿流体的粘度和流动曲线。

用旋转法测粘度的仪器很多，本实验使用的 NDJ—1 型旋转式粘度计是一种单一圆筒旋转粘度计。

操作步骤

1. 准备被测液体，置于直径不小于 70mm 的烧杯或直筒形容器中，准确的控制被测液体温度。

2. 将保护架装在仪器上（逆时针方向旋入装上，顺时针方向旋出卸下）。

3. 将选配好的转子旋入连接螺杆（装卸方向与 2 相反）。调正仪器水平。转动变速旋扭，使所需转速对准速度指示点。旋转升降旋扭，使仪器缓慢下降，转子浸入被测液体中至转子液面标志和液面相平为止。放松指针控制杆，开动电机，使转子在液体中旋转。待指针趋于稳定。轻轻按下指针控制杆，使读数固定下来，再关闭电机，使指针停在读数窗内，读取读数。

4. 测定完毕，取下保护架、转子，清洗干净。

5. 仪器结构、原理、使用中的注意事项等，请参阅仪器说明书。粘度按下式计算

$$\eta = k \alpha$$

式中： η ——粘度，cp；

k ——系数（由转子大小和转速决定）；

α ——指针所指读数（ 100° 转角度，约 30 ~ 90 格为宜）。

六、思考题：在各种粘度测定方法中，为了准确地测定粘度，需要共同注意的问题是什么？

实验六 pH 的测定

$pH = -\lg[H^+]$ ，表示液体胶粘剂的酸度和碱度。胶粘剂的 pH 值关系到胶粘剂的贮存稳定性。

一、原理

用电位法测定溶液的 pH 值是将指示电极和参比电极插入待测溶液组成一个原电池，它们在不同的 pH 值溶液中能产生不同的电动势。根据能斯特（W. Nernst）方程式可推导出关系式：

$$\Delta mV = -0.1984 \times (273 + t) \times \Delta pH$$

式中： ΔpH ——两种 pH 值不同的溶液的 pH 值的差数；

ΔmV ——所产生电动势毫伏值的差数；

t ——被测溶液的温度（ $^\circ C$ ）。

这对电极中，参比电极的电位是恒定的，指示电极的电位随被测溶液的 pH 值不同而变化，并满足能斯特公式。目前，以电位法测定 pH 值的酸度计，用的最多的是以玻璃电极作指示电极，用比较法进行测定的。上述关系式就是这类仪器的设计依据。

本实验用的 25 型酸度计，以玻璃电极作指示电极，参比电极是甘汞电极，最小分度值为 0.1 pH ，精确度为 $\pm 0.1 \text{ pH} / 3 \text{ pH}$ 。由于玻璃电极存在不对称电位，初次使用必须把玻璃泡浸在蒸馏水中 24 小时以上，不用时也应浸在蒸馏水中，以稳定其不对称电位。测定前，必须用已知 pH 值的标准缓冲液进行校正，以抵消不对称电位。校正后的酸度计，可以连续测定很多未知液的 pH 值，指针可以直接指出溶液的 pH 值。

二、仪器

1. 酸度计

2. 玻璃电极，甘汞电极。

3. 烧杯，50 毫升。

三、试剂(1)

1. pH 值 < 0.03 标准缓冲液：称取经 110°C 烘 2~3 小时的苯二甲酸氢钾（优级纯）10.21g 用蒸馏水稀释至 1000ml。

2. pH 值 6.864 标准缓冲液：称取经 110°C 烘 2 小时的磷酸二氢钾（优级纯）3.4g 和磷酸氢二钠（优级纯）3.55g，用蒸馏水稀释至 1000ml。

3. pH 值 9.182 硼砂标准缓冲液：称取硼砂（ $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ，优级纯）5.81g，用蒸馏水稀释至 1000ml。

四、操作步骤 (2) (图四见下页)

1. 将仪器安装、校正好，待用 (1)。

2. 用滤纸将附于电极上的剩余溶液吸干，或用被测溶液洗涤电极。

3. 在烧杯中加入试样，放至室温，调节温度补偿器与试样温度相同。将电极浸入试样，两极相距 1 cm 左右，轻轻摇动烧杯，使试样均匀（注意：玻璃电极下端玻璃泡极易损坏，切忌与硬物接触！）。

4. 调零点调节器，使指针在 pH 7 位置。

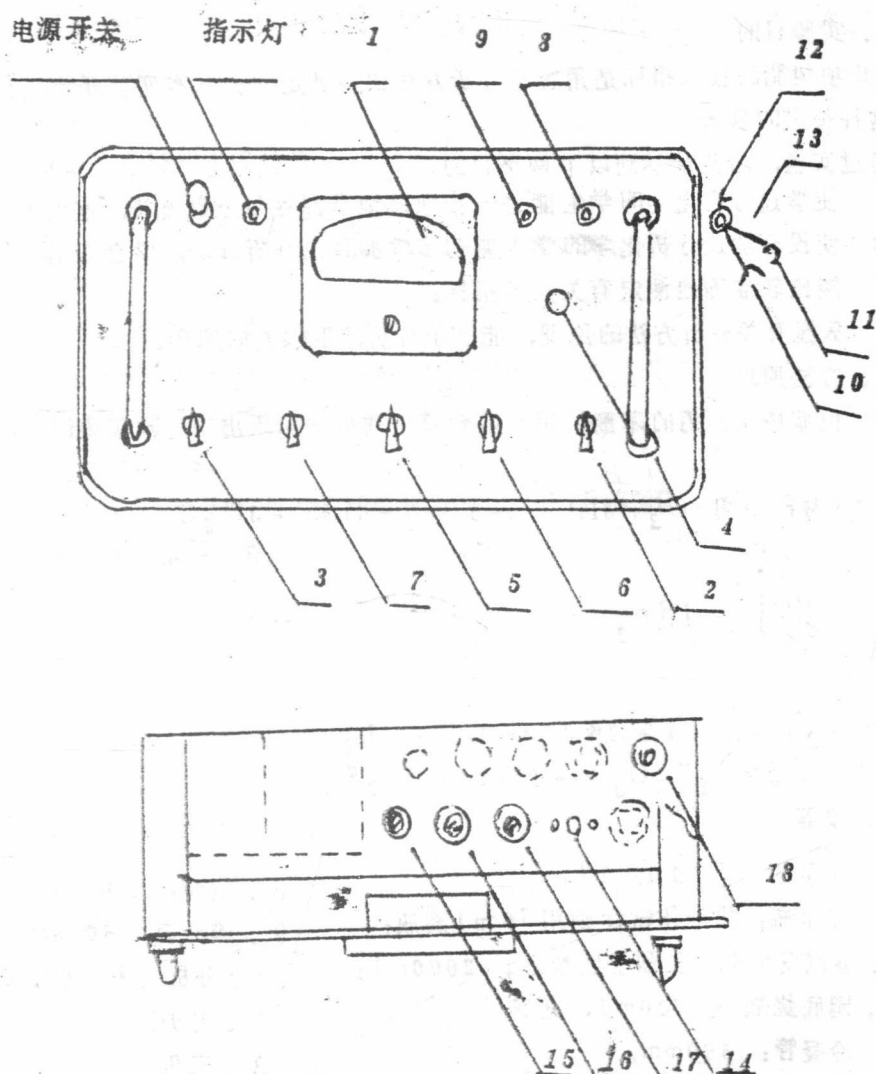
5. 按下读数开关，指针所指的值即为试样的 pH 值。

6. 如指针读数超出刻度“0~7”的范围，在标度尺的左端，可将量程开关置于“7~14”的位置，然后重复 4、5 二步操作。

7. 测量完毕后，放开读数开关，冲洗电极。

注：(1) 标准缓冲液配制，仪器安装、校正，由实验指导教师完成。

(2) 本实验用的是 25 型酸度计，其它型号酸度计，请按使用说明书操作。



图四 主要调节器示意图

- | | | |
|-------------|----------------|----------------|
| 1. 指示电表 | 7. 温度补偿器 | 13. 螺丝 (紧钢电极梗) |
| 2. 另点调节器 | 8. 玻璃电极插孔 | 14. 另点粗调节器 |
| 3. 定位调节器 | 9. 参比电极接线柱 | 15. +mV 调节器 |
| 4. 读数开关 | 10. 大电极夹 | 16. -mV 调节器 |
| 5. pH-mV 开关 | 11. 小电极夹 | 17. mV 准确度调节器 |
| 6. 量程选择开关 | 12. 螺丝 (紧钢电极夹) | 18. 工作点调节器 |

实验七 游离苯酚的测定

一、实验目的

有几项树脂的技术指标是用容量分析方法进行测定的。从本实验开始，我们安排了几个这种类型的实验。

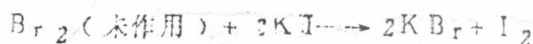
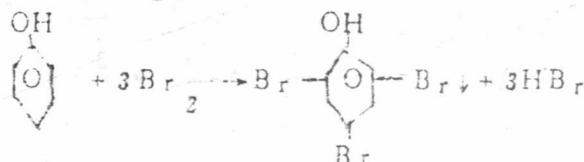
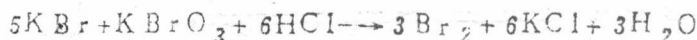
通过实验，希望能达到以下两个目的：

1. 使学过分析化学的学生能进一步熟练地掌握容量分析方法，准确地测定有关技术指标；使没有学过分析化学的学生能初步掌握容量分析方法，学会正确地使用容量分析仪器，能比较准确地测定有关技术指标。

2. 掌握有关分析方法的原理，能初步分析产生误差的原因。

二、方法原理

酚醛树脂中未作用的苯酚，用水蒸汽蒸馏与水一起蒸出来，收集蒸馏液，用溴量法测定。



三、仪器

- | | |
|--------------------------|--------------------|
| 1. 容量瓶：1000 ml， | 8. 量筒：20 ml， |
| 2. 称量瓶：如液体试样则用30 ml滴瓶， | 9. 碘价瓶：500 ml， |
| 3. 蒸汽发生瓶：长颈平底烧瓶。2000 ml， | 10. 分析天平：感量0.1 mg， |
| 4. 园底烧瓶：1000 ml，短颈， | 11. 电炉， |
| 5. 冷凝管：600 mm， | 12. 三角架， |
| 6. 棕色滴定管：50 ml， | 13. 夹具等。 |
| 7. 移液管：50 ml，25 ml， | |

四、试剂

五、操作步骤

在分析天平上准确称取试样2 g，置于1000 ml园底烧瓶内，以20 ml蒸馏水溶解，（如果为醇溶性固体树脂，则称取1 g，用移液管吸取25 ml乙醇，移入烧瓶，摇动使树脂完全溶解）然后连接蒸汽发生器，冷凝管及容量瓶。（蒸馏装置见图五）装好后开始蒸馏，要求在40~50分钟内蒸馏物达到500 ml，这时取一滴蒸馏液，滴入少许饱和碘水中，如果不发生混浊即停止蒸馏。取下容量瓶加蒸馏水稀释至1000 ml。用移液管吸取50 ml蒸馏液移入碘价瓶中，再用移液管移入25 ml 0.1 N溴化钾——溴酸钾溶液，然后加入5 ml浓盐酸，迅速盖上瓶塞用水封瓶口，摇匀，放置暗处15分钟，