

采用电位滴定法进行聚氨酯中异氰酸酯基含量测定

随着聚氨酯工业的发展,对于聚氨酯含水量检测和聚氨酯中 NCO 的测定已进行了广泛的研究,其中禾工 AKF-PL2015C 塑料粒子专用卡氏水分仪和 AKF-2010V 卡尔费休容量法水分测定仪检测聚氨酯的含水量分析方法,由于操作简便,测量结果重复性、可靠性较好因而得到广泛的应用。本文介绍使用禾工 CT-1Plus 多功能全自动滴定仪来测聚氨酯中异氰酸酯基的含量,来验证可行性。

化学材料中异氰酸酯基,其值是指 100g 试样所含的异氰酸酯 ($-NCO$) 基团的质量。利用异氰酸酯基与过量的二正丁胺反应生产脬,再用盐酸滴定过量的二正丁胺来定量计算异氰酸酯基的含量。

---仪器配置---

1. CT-1Plus 电位滴定仪
2. 搅拌台
3. PH 复合电极
4. 100mL 滴定杯

---试剂---

滴定剂： 0.5mol/L 盐酸乙醇标准溶液	溶剂： 乙酸乙酯
样品： 聚氨酯胶黏剂	反应物： 0.5mol/L 二丁胺甲苯溶液

——测定方法——

利用异氰酸酯基与过量的二正丁胺反应生产脬，再用盐酸滴定过量的二正丁胺来定量计算异氰酸酯基的含量。$R-NCO+(C_4H_9)_2NH\rightarrow RNHCON(C_4H_9)_2(C_4H_9)_2NH+HCL\rightarrow (C_2H_9)_2NH+HCL$ 在 100mL 滴定杯中加入 25mL 乙酸乙酯和 5mL 的二丁胺甲苯溶液，设置空白滴定方法，用盐酸乙醇溶液进行空白滴定。 称取试样 1 克左右试样于 100ml 的滴定杯中，加入 25ml 乙酸乙酯，摇匀使溶解，5mL 二丁胺甲苯溶液充分摇匀后，置于电位滴定仪上，设置好 NCO 滴定方法进行滴定，测量结束仪器会自动计算结果并显示在屏幕上。 结果计算公式：$NCO\%=(V_0-V_1)\times 0.5\times 4.2\div m$ 式中： V_0 ——空白耗用 HCL 标准溶液的体积（ ml ）； V_1 ——试样耗用 HCL 标准溶液的体积（ ml ）； m ——试样的质量（ g ）；

——仪器参数——

终点模式： 智能判断终点	终点判断微分值： 100
终点判断体积： 前 0.5； 后 0.3	斜率计算间隔： 4
最慢滴加体积： 7uL	最高滴定速度： 4
每滴间隔时间： 600ms	搅拌速度： 200

HOGON 电位滴定样品测定记录

样品来源：广东某用户提供 环境湿度：55% 环境温度：24 ℃

空白滴定记录：

样品名称	二丁胺甲苯溶液	
测定次序	进样量	终点体积
1	5mL	4. 8113
2	5mL	4. 8373
3	5mL	4. 8174
分析时长：约 10min	平均值：4. 822	RSD 值： 0. 28%

样品测定记录：

样品名称	聚氨酯胶黏剂		
测定次序	进样量	终点体积	含量结果
1	1. 1185g	1. 6271mL	12. 7575%
2	1. 1405g	1. 5592mL	12. 6365%
3	1. 1428g	1. 5373mL	12. 6513%
分析时长：约 10min	结果平均值：12. 6818%		RSD 值： 0. 52%

——滴定曲线——

