

异氰酸酯基团含量的测定

1 简介

异氰酸酯是有机合成的重要中间体，可制成一系列氨基甲酸酯类杀虫剂、杀菌剂、除草剂，也用于改进塑料、织物、皮革等的防水性。二官能团及以上的异氰酸酯可用于合成一系列性能优良的聚氨酯泡沫塑料、橡胶、弹力纤维、涂料、胶粘剂、合成革、人造木材等。而异氰酸酯脂基的含量是聚氨酯材料的一个重要指标，对判断聚氨酯材料质量有重要意义；同时，异氰酸酯的脂基测定对研究聚氨酯材料的合成有重要的作用，是研究聚氨酯材料最佳反应合成的重要手段。

该方法根据 HB/T 2409-92 中规定的甲苯-二正丁氨滴定法制定的电位滴定方法。根据变色终点的 PH 值采用终点滴定的方法，较手工滴定更加准确、高效、安全，并且数据重复性良好，完全可以满足检测、研究的需求。

2 仪器和试剂

2.1 仪器

T960 全自动电位测定仪 非水 PH 复合电极

10ml 滴定管

2.2 试剂

盐酸 (0.1060mol/L)，无水碳酸钠，甲苯，异丙醇，二正丁胺。

3 实验方法



3.1 实验步骤

测定方法：称取异氰酸酯试样 0.1g,精确至 0.0001g,放入滴定杯中，加入无水甲苯的正丁胺溶液 15ml,用保鲜膜封上的的杯口振摇 15min,加入 40ml 异丙醇溶液，搅拌 10min 后，用 pH 非水复合电极为工作电极，用 0.1M 的盐酸进行滴定至突跃点出现，同时做空白试验。

3.2 仪器参数

滴定模式：	终点滴定	搅拌速度：	4
滴定显示单位：	pH	预搅拌时间：	10s
快滴平衡电位：	1mv	慢滴平衡电位：	4mv
慢滴体积：	0.01mL	慢滴体积：	0.1mL
滴定前平衡电位：	10mv	预滴定搅拌时间：	8s
终点值：	2.8	预控范围：	4.6

4 结果与讨论

4.1 实验数据

样品名称	滴定液浓度	取样量	滴定体积	脂基含量
空白		0	15.817	/
D03	0.09798	0.11750	5.822	35.0051
		0.11997	5.632	34.9361

4.2 计算公式

$$\text{异氰酸酯基团 (\%)} = \frac{(V_1 - V_0) \times C}{m} \times 0.042 \times 100$$

其中 V_0 --空白试验所消耗的盐酸滴定液的体积, ml

V_1 --试样所消耗的盐酸滴定液的体积, ml

C --盐酸标准滴定液的实际浓度, mol/L

m --试样的质量

0.0420--与 1.00ml 盐酸标准滴定溶液 $c(\text{HCl})=1.000\text{mol/L}$ 相当的, 以克表示的异氰酸酯基的质量。

4.4 结论

由于滴定的电位突跃终点和溶液的变色点没有在同一点, 所以不适宜用动态滴定方法, 改为终点滴定。该方法数据的重复性良好, 实验的准确性也大大提高, 并且减少了实验中与甲苯等有害溶剂的接触时间, 增加了实验人员的安全性, 相比于传统的手工滴定实验更安全、更高效、更精准。

参考文献

[1] HB/T 2409-92 聚氨酯预聚体中异氰酸酯基含量的测定[S]