

电位滴定法测定聚氨酯新材料中异氰酸酯基团中含量

一、前言

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。

本方法是在之前终点滴定的基础上进行动态滴定的研究，采用甲苯-二正丁胺反应方法，用盐酸滴定其含量，通过指示剂指示的方式，确定滴定终点和指示剂指示的终点是否一致，进而判断动态滴定的可行性。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，PH 复合电极，分析天平等

2.2、试剂

盐酸（0.1014mol/L），无水碳酸钠，甲苯，异丙醇，二正丁胺。

三、实验方法

3.1、样品检测

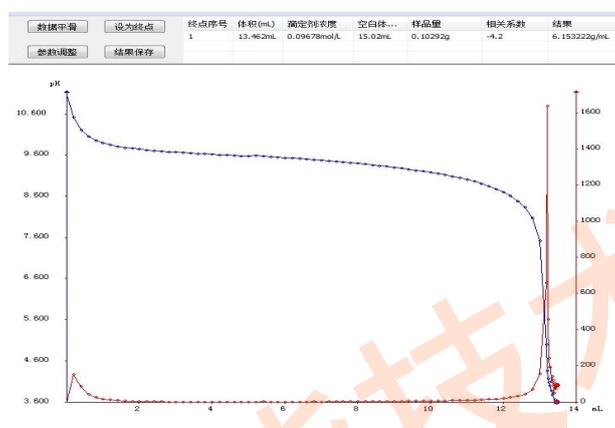
称取异氰酸酯试样 0.1g，精确至 0.0001g，放入滴定杯中，用适量甲苯加热溶解，加入二正丁胺-甲苯溶液 10ml，用保鲜膜封上杯口振摇 15min，加入 40ml 异丙醇溶液，搅拌 10min 后，用 pH 非水复合电极为工作电极，用 0.1M 的盐酸进行滴定至突跃点出现，同时做空白试验。

设定滴定仪参数如表 1 所示：

表 1 滴定参数设置

滴定模式:	终点滴定	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:	根据实际设定
预控 PH 值:	7.5	滴定终点 PH 值:	3.6

3.3、测试图谱示例



四、结果与讨论

4.1、实验结果

异氰酸酯基团实验结果如表 3 所示:

表 2 测试结果

样品名称	样品质量 g	滴定液浓度 (盐酸) (mol/L)	滴定体积 mL	异氰酸酯基团含量 (%)	平均值 (%)
空白	/	0.1014	9.822	/	9.822
空白	/		9.822	/	
E820	0.13420		6.898	9.530	9.425
	0.17849		6.022	9.312	
1032	0.13384		9.062	2.484	2.554
	0.15648		8.883	2.625	
A106	0.13400		9.099	2.360	2.215
	0.19418		8.903	2.070	

4.2、结论

通过指示剂颜色和电位滴定突跃终点对比来看，二者基本是同步的，所以说，选用电位动态滴定的方式是可行的，能够准确的检测出异氰酸酯基团含量。但是，针对不同材料样品来说，可能会出现二者相差较大的状况，所以推荐在样品检测前期，进行方法的验证，确定方法的可行性和准确性。

参考文献

[1] HB/T 2409 聚氨酯预聚体中异氰酸酯基含量的测定[S] .