

凯氏定氮仪测定异佛尔酮二异氰酸酯中的氮含量

一、前言

异佛尔酮二异氰酸酯（简称 IPDI），是一种脂环族的二异氰酸酯，在常用的该类产品中属于活性最小的品种之一，具有平稳反应的特性，经常用来制备各种预聚体，在塑料、胶粘剂、医药和香料行业中应用广泛。由于 IPDI 的氮含量恒定，因此，其氮含量是表征 IPDI 原料纯度的一个重要指标。本方案给出了利用凯氏定氮仪测定 IPDI 中氮含量的方法。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1100 全自动凯氏定氮仪，SH520 电热消解仪，分析天平等

2.2、试剂

硫酸（分析纯），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，400g/L 氢氧化钠溶液，混合催化剂（3g K_2SO_4 、0.2g $CuSO_4$ ），0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

三、实验方法

3.1、样品制备

准确称取样品 0.15g 左右（精确至 0.1mg）后加入消化管，加入混合催化剂（3g 硫酸钾，0.2g 硫酸铜），加入硫酸 10mL。

3.2、消解

将加完样品和试剂的消化管放置于消解仪上，盖好排废罩，设定消解仪参数如表 1 所示：

表 1 消解参数设置

阶段	温度	保温
1	220°C	10min
2	360°C	10min
3	420°C	60min
4	冷却	30min

3.3、测试

消解完成后，待消化管冷却至室温后取下备用。检查定氮仪各试剂是否充足，同时做仪器空白，待仪器空白稳定后，可将消解好的样品上机测试。定氮仪参数设置如表 2 所示：

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏时间	蒸汽流量	蛋白系数	滴定酸浓度
20mL	40mL	30mL	5min	100%	-	0.1081mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的 IPDI 样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 IPDI 氮含量测试结果

样品	称样量 /g	空白体积 /ml	滴定体积 /ml	氮含量 /%	均值 /%	RSD	理论氮含量 /%	纯度 /%
IPDI	0.1572	0.0707	12.4313	11.900	11.912	0.24 %	12.600	94.535
	0.1505		11.9585	11.954				
	0.1614		12.7642	11.902				
	0.1568		12.3908	11.891				

4.2、结论

本次测试的 IPDI 样品的氮含量为 11.912%，RSD 为 0.24% 结果平行性良好；根据 IPDI 的理论氮含量推算，本方案测试的 IPDI 样品的纯度为 94.535%。

参考文献