

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2409—92

聚氨酯预聚体中异氰酸酯基 含量的测定

1992-10-22 发布

1993-07-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发布

含量的测定

1 主题内容与适用范围

本标准规定了聚氨酯预聚体或中间产物中异氰酸酯基(NCO)含量的测定方法。

本标准适用于聚氨酯预聚体或中间产物中异氰酸酯基含量的测定。

本标准试样中二异氰酸酯有一定的毒性(如2,4-甲苯二异氰酸酯的允许浓度TLV为0.02 ppm),为避免吸入其蒸汽,防止皮肤与其直接接触,分析过程需要在良好的通风下进行。

2 定义

异氰酸酯基含量:聚合多元醇与过量的二异氰酸酯反应生成的聚氨酯预聚体或中间产物中所含的异氰酸酯基。

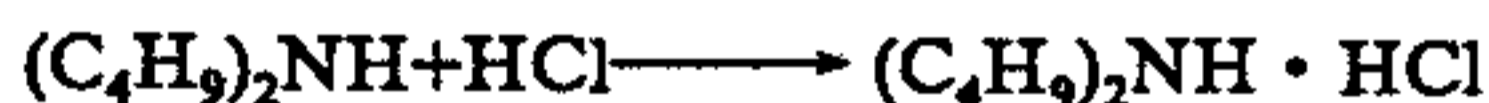
3 方法原理

聚氨酯预聚体或中间产物中的异氰酸酯基与过量的二正丁胺在甲苯中反应,反应完成后,用盐酸标准滴定溶液滴定过量的二正丁胺,其反应如下:

异氰酸酯基与二正丁胺反应:



盐酸与二正丁胺反应:



4 试剂

本标准使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 甲苯:无水或经分子筛小球干燥。

4.2 异丙醇。

4.3 二正丁胺无水甲苯溶液: $c((C_4H_9)_2NH) = 0.1 \text{ mol/L}$,取16.6 mL(12.9 g)二正丁胺,溶于甲苯后稀释至1 L。

4.4 盐酸标准滴定溶液: $c(HCl) = 0.1 \text{ mol/L}$,用溴酚蓝指示剂标定。

4.5 溴酚蓝指示剂:1 g/L,将0.1 g酸性非水溶性溴酚蓝溶于1.5 mL $c(NaOH) = 0.1 \text{ mol/L}$ 氢氧化钠溶液中,用蒸馏水稀释至100 mL。

5 仪器

5.1 酸式滴定管:50 mL。

5.2 移液管: 25 mL.

5.3 分析天平: 感量 0.1 mg.

6 分析步骤

称取 5% (m/m) 的异氰酸酯试样约 1 g, 精确至 0.000 2 g, 放入 250 mL 的具塞锥形瓶中, 不要沾附在瓶颈上, 加入无水甲苯 (4.1) 25 mL¹⁾, 盖上瓶塞, 振摇使试样完全溶解, 也可在加热板上温热加速溶解. 用移液管 (5.2) 吸取 25 mL 二正丁胺无水甲苯溶液 (4.3) 于锥形瓶中, 盖上瓶塞继续振摇 15 min, 然后加入异丙醇 (4.2) 100 mL, 滴入溴酚蓝指示剂 (4.5) 4~6 滴, 用盐酸标准滴定溶液 (4.4) 滴定至溶液由蓝色变成黄色.

按上述测定的方法同时进行空白试验.

注: 1) 样品如不溶, 在甲苯中加入 10 mL 无水丙酮.

7 分析结果的表述

异氰酸酯基含量以质量百分数表示, 由下式计算:

$$\frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 0.0420 \times 100}{m}$$

$$= \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 4.2}{m}$$

式中: V_1 ——空白试验所消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——试样所消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

0.0420——与 1.00 mL 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.

所得结果应表示至二位小数.

8 允许差

平行测定的两个结果之差不大于 0.11% (m/m) NCO.

9 试验报告内容

- a. 本测试方法所参照标准;
- b. 测定结果和表示方法;
- c. 在测定过程中注意到的任何异常现象;
- d. 测定日期.

附加说明

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由全国橡胶标准化技术委员会合成橡胶分技术委员会归口。

本标准由山西省化工研究所负责起草。

本标准主要起草人萧定方、左敏、乔悦、宫涛。

本标准参照采用美国试验与材料学会 ASTM D 2572—87《氨基甲酸酯物料或预聚体中异氰酸酯基标准试验方法》。

中华人民共和国
化工行业标准
聚氨酯预聚体中异氰酸酯基
含量的测定
HG/T 2409—92

编辑 化工行业标准编辑部
(化工部标准化研究所)
邮政编码: 100013
印刷 化工部标准化研究所
版权专有 不得翻印

开本 880×1230 1/16 印张 1/4 字数 4 000
1993 年 3 月第一版 1993 年 3 月第一次印刷
印数 1—500