

シート No.

GT200-PT036 化学

4,4'-ジイソシアン酸メチレンジフェニルの イソシアネート基含有率分析

1/4

※本シートはご参考として提供するものであり、分析値を保証するものではありません。
分析環境などによる外的要因や試料の性状を考慮し、最適条件でご使用ください。

測定 の 概要

イソシアネート基含有率は試料を脱水トルエンで溶解した後、ジ-n-ブチルアミンのトルエン溶液を過剰量加えて反応させ、相当する尿素を生成させた後、残ったジ-n-ブチルアミンを塩酸溶液で逆滴定して測定します。

滴定の種類	: 逆中和滴定
滴定モード	: INF, 検出:pH
参考規格	: JISK7301 熱硬化性ウレタネラストマー用トリレンジイソシアネート型プレポリマー試験方法 JISK1603-1 プラスチックーポリウレタン原料芳香族イソシアネート試験方法 第一部 イソシアネート基の求め方

装置 構成

自動滴定装置 GT-200(GT0EA) 電極 : 複合ガラス電極 (GTPC1B)
電極内部液: 3.3mol/L 塩化カリウム溶液

使用 試薬

- [滴定液] ■0.5mol/L-塩酸溶液 (容量分析用)
[試薬] ■脱水トルエン … 水分量が50ppm以下のもの
■ジ-n-ブチルアミン溶液 … ジ-n-ブチルアミン 13gを脱水トルエンに溶解して 100mlとする。

分析 操作

- 200ml共栓付き三角フラスコに試料0.6gを精秤します。
- 脱水トルエン25mlを加えて試料を溶解します。
- ジ-n-ブチルアミン溶液10mlを加え、15分間静置します。
- 2-プロパノール100mlを加え、0.5mol/L-塩酸溶液で滴定します。
- 同様に空試験を行い、0.5mol/L-塩酸の滴定量を求めます。

シート No.

GT200-PT036 4,4'-ジイソシアン酸メチレンジフェニルのイソシアネート基含有率分析 — 2 / 4

[計算式]

$$\text{イソシアネート基含有率(\%)} = ((\text{BL} - \text{A1}) \times \text{M} \times f \times \text{FW}) / (\text{S} \times 1000) \times 100$$

BL : 空試験における0.5mol/L-塩酸溶液の滴定量(ml)

A1 : 本滴定における0.5mol/L-塩酸溶液の滴定量(ml)

M : 0.5mol/L-塩酸溶液のモル濃度

f : 0.5mol/L-塩酸溶液のファクター

FW : イソシアネート基の化学式量 42.02 (g/mol)

S : 試料採取量(g)

1000 : 単位変換係数(mg→g)

100 : 単位変換係数(百分率に変換)

その他

- 測定前にはpH標準液を用いてpH校正を行ってください。
- ビュレットの初回吸引位置を75%に設定してください。
- 測定に使用する薬品のラベル表示や安全データシートを必ず確認し、充分注意して取り扱ってください。
- 試薬の取り扱い時には保護めがねや手袋等の保護具を着用ください。

測定結果

	試料採取量(g)	滴定量(ml)	測定値(%)
1	0.6306	10.0552	33.12
2	0.6039	10.4533	33.20
3	0.6110	10.4259	32.91

データ数 (n) 3
 平均 A 値 33.07
 標準偏差 (SD) 0.15
 相対標準偏差 (RSD%) 0.4600
 ブランク 19.9872ml

4,4'-ジイソシアン酸メチレンジフェニル(市販試薬)のイソシアネート基含有率を測定致しました。このサンプルをGT-200で測定した結果は33.07%でした。相対標準偏差(RSD%)は約0.5%であり、再現性良く測定出来ています。

シート No.

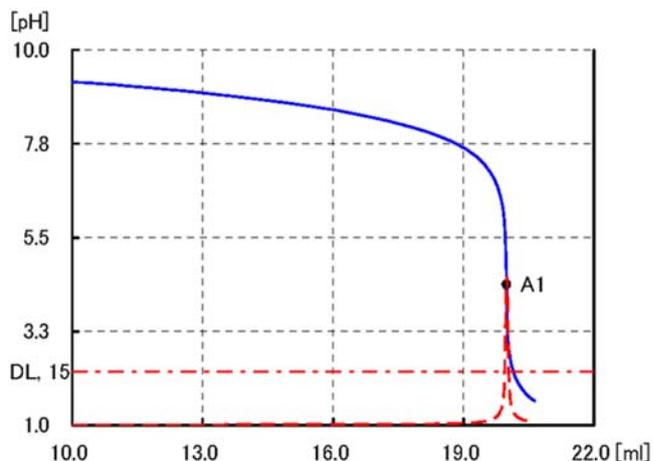
GT200-PT036 4,4'-ジイソシアン酸メチレンジフェニルのイソシアネート基含有率分析 — 3 / 4

ID No. : 1 GT No.1

User : GT-200

測定日時 : 2016/01/27 11:28
サンプル名 : 空試験

測定の種類 : Sample Titr
サンプルサイズ(S) : 1 [ml]



C1 : 19.9872 [ml]

A1 : 19.9872 [ml] 4.371 [pH]

測定開始電位(Pi) : 11.393 [pH]
 滴定開始(Start) : 10 [ml] 9.228 [pH]
 滴定終了(End) : 20.638 [ml] 1.575 [pH] 測定時間(Time) : 9' 50"

実行ファイル No. : 16 イソシアネート基
 滴定ファイル No. : 21 イソシアネート基含有率空試験
 滴定モード(Mode) : INF 終点 1(End1) 電位幅(End1 Width) : 5 [pH] ± 5.7 [pH]
 検出器(Detect) : pH
 ビュレット番号(BRT No.) : 1
 滴定試薬番号(Reagent) : 39 プリセット 1 モード(Mode) : V ビュレット(BRT) : 1
 滴定前待ち時間(WTint) : 10 [sec] 注入量(Vol) : 10 [ml]
 最大滴下量(Vup) : 300 [μl] 位置(Pos) : Titration
 最小滴下量(Vlow) : 20 [μl]
 安定待ち感度(dE) : 0.05 [pH]
 安定待ち時間(dT) : 4 [sec]
 微分判定値(DL) : 15 [pH/ml]
 終点判定数(DetCnt) : 6
 最大滴定量(Vmax) : 50 [ml]
 過剰滴定量(Vover) : 0.5 [ml] C1 : A1

[ml]

当量数(E) : 1
 試薬名(Reag) : HCl モル濃度(M) : 0.5 [Mol/l]
 ファクタ(f) : 1.001

シート No.

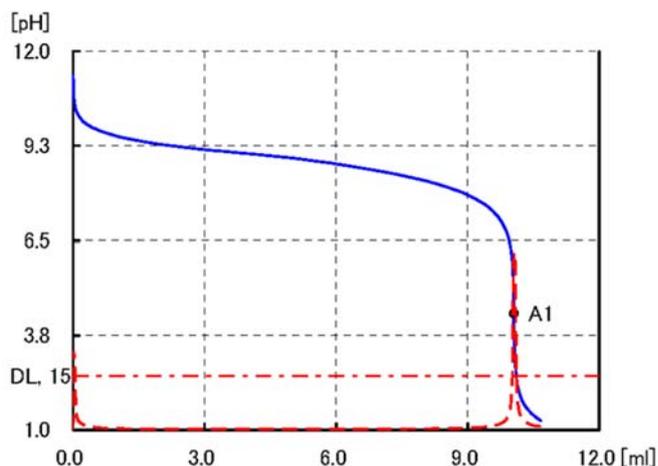
GT200-PT036 4,4'-ジイソシアン酸メチレンジフェニルのイソシアネート基含有率分析 — 4 / 4

ID No. : 2 GT No.1

User : GT-200

測定日時 : 2016/01/27 14:58
 サンプル名 : TEST SAMPLE

測定の種類 : Sample Titr
 サンプルサイズ(S) : 0.6306 [g]



C1 : 33.124 [%]

A1 : 10.0552 [ml] 4.384 [pH]

測定開始電位(Pi) : 11.295 [pH]
 滴定開始(Start) : 0 [ml] 11.295 [pH]
 滴定終了(End) : 10.666 [ml] 1.272 [pH] 測定時間(Time) : 9' 29"

実行ファイル No. : 16 イソシアネート基
 滴定ファイル No. : 11 イソシアネート基含有率
 滴定モード(Mode) : INF 終点 1(End1) 電位幅(End1 Width) : 5 [pH] ± 5.7 [pH]
 検出器(Detect) : pH
 ビュレット番号(BRT No.) : 1
 滴定試薬番号(Reagent) : 39
 滴定前待ち時間(WTint) : 10 [sec]
 最大滴下量(Vup) : 300 [μl]
 最小滴下量(Vlow) : 20 [μl]
 安定待ち感度(dE) : 0.05 [pH]
 安定待ち時間(dT) : 4 [sec]
 微分判定値(DL) : 15 [pH/ml]
 終点判定数(DetCnt) : 6 C1 : $((BL-A1)*M*f*FW)/(S*1000)*100$
 最大滴定量(Vmax) : 50 [ml] [%]
 過剰滴定量(Vover) : 0.5 [ml]
 当量数(E) : 1
 試薬名(Reag) : HCl ブランク(BL) : 19.9872 [ml]
 ファクタ(f) : 1.001 モル濃度(M) : 0.5 [Mol/l]
 式量(FW) : 42.02