

HIRANUMA APPLICATION DATA		滴定データ COMシリーズ	データNo	M9	14/03/26
樹脂、油脂、ゴム 接着材、塗料	接着剤のイソシアネート (NCO) 量の測定				

1. 測定の概要

合成系接着剤のうち、水性高分子イソシアネート系木材接着剤は、高分子の水溶液もしくは水性分散体またはそれらを組み合わせたものを主成分とする主剤と、イソシアネート系化合物を主成分とする架橋剤からなります。本接着剤のイソシアネート (NCO) 量の測定法は、JIS K 6806 に規格化されています。試料とジ-n-ブチルアミンを混合して反応させ、残ったジ-n-ブチルアミンを塩酸標準液で中和滴定することにより NCO 量を求めます。JIS K 6806 ではブロモクレゾールグリーン指示薬を使用した目視法によって終点を求めています。本報では電位差滴定法を用いて測定した例について紹介します。

2. 装置構成および試薬

(1) 装置構成

本体	：	平沼自動滴定装置	COM シリーズ
電極	：	ガラス比較複合電極	GR-522B

注意) 本体付属のスターラ K-2000T2 のシャフト変更、ビュレットチップ変更
およびチューブオサエ他の追加部品の改造が必要となります。

(2) 試薬

滴定液	：	0.5mol/L 塩酸標準液
滴定溶媒	：	2-プロパノール (イソプロピルアルコール)
添加液	：	ジ-n-ブチルアミントルエン溶液

ジ-n-ブチルアミン 130g を乾燥トルエンに溶解して 1L に調製します。

3. 測定手順

- ① 300mL 共栓付き三角フラスコに試料を約 2g 採取し精秤します。
- ② ジ-n-ブチルアミントルエン溶液をホールピペットを用いて 25mL 加えます。
- ③ 攪拌子を入れて栓をし、スターラによって 15 分間緩やかに攪拌します。
- ④ 2-プロパノール 150mL を加えます。
- ⑤ 電極を浸漬し、0.5mol/L 塩酸標準液で滴定を行ないます。
- ⑥ 同様の操作で空試験を行なってブランクを求めます。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

ブランクの測定

コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	4
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0 g	山越タイマ	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	9
アンプ No.	1	M:滴定液濃度	0.5 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.005	待ち時間	3 秒
スタートタイマ	5 秒	K:係数 1	0	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	45 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイマ	0 秒	結果単位	mL	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	D		
検出感度	1000	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.3 mL	滴定液名			
最大滴加 mL	60 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

試料の測定

コンディション No.	2	コンスタント No.	2	制御モード No.	4
メソッド	変曲点検出	S:試料量	2.0412 g	山越タイマ	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	50.196 mL	滴加係数	9
アンプ No.	1	M:滴定液濃度	0.5 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.005	待ち時間	3 秒
スタートタイマ	10 秒	K:係数 1	42.02	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	27 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイマ	10 秒	結果単位	%	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	$(B-D)*K*F*M/(S*10)$		
検出感度	1000	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0.3 mL	滴定液名			
最大滴加 mL	60 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

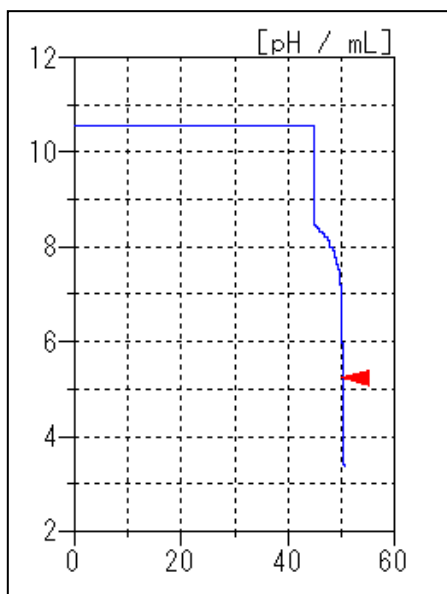
測定結果

ブランクの測定結果

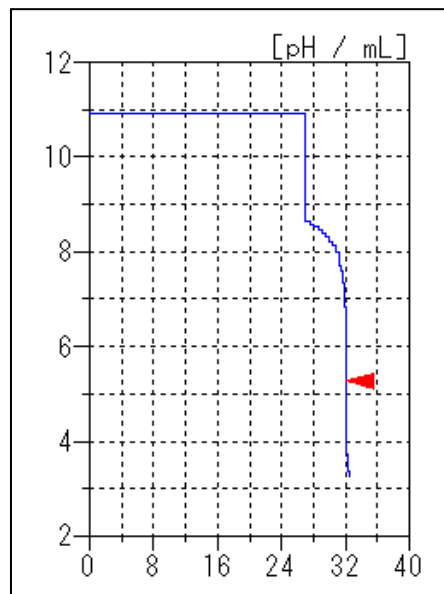
測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)
1	—	50.178
2	—	50.214
	平均値	50.196
	(ブランク)	

試料の測定結果

測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)	NCO 量 (%)
1	2.0412	32.105	18.714
2	2.0429	32.035	18.771
3	2.0473	32.017	18.749
		平均値	: 18.74%
	統計計算	標準偏差	: 0.0287%
		変動係数	: 0.15%



ブランクの測定



試料の測定

滴定曲線例

5. 摘要

(1) 溶媒について

試料を溶解する溶媒については、良く脱水したトルエン（水分 50ppm 以下）を使用します。溶媒の水分はイソシアネート基と反応し測定誤差となるため注意が必要です。

(2) NCO 測定に関する JIS 規格について

本稿では接着剤の NCO 量の測定について紹介しました。NCO 測定に関する他の JIS 規格としては以下があります。

- JIS K 1603-01 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
ー第 1 部：イソシアネート基含有率の求め方
- JIS K 7301 熱硬化性ウレタンエ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

上記 JIS の測定法も本稿で紹介した測定法と類似しています。特に JIS K 7301 では本稿で使用した電位差滴定法による終点検出法が推奨されています。

(3) 電極アセンブリについて

滴定時の検出電極としては、三角フラスコに直接挿入できる電極が好適です。図 1 に電極アセンブリの使用例を示します。

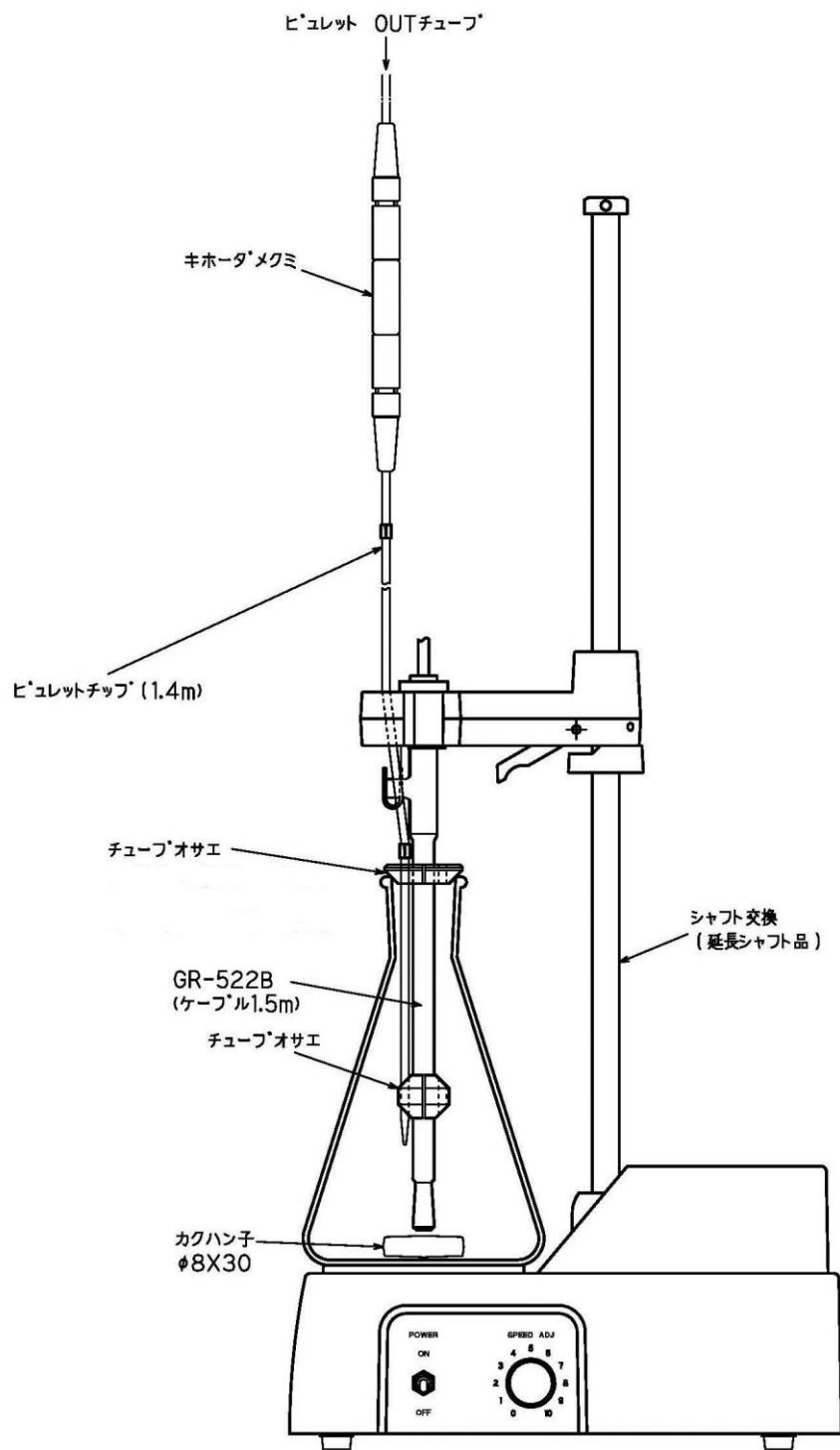


図1. 電極アッセンブリおよびスターラ K-2000 改造の一例

キーワード：イソシアネート、NCO、中和滴定、JIS K 6806、JIS K 1603、JIS K 7301

装置のオプション構成によっては、測定できない場合があります。