

Application Note AN-T-167

# Isocyanate content of polyurethane raw materials

Titration according to EN ISO 14896 for unsaturated polyester resin and polyurethane resin

Polyurethane (PU) is a class of very important polymers due to its flexibility and insulating properties. It is used in various industries such as the automobile industry, in building construction, as well as in the production of synthetic fibers. PU is mostly produced via a chemical reaction between polyisocyanates and polyols. This results in linked networks forming «duroplasts», while the use of diisocyanates and diols will lead to linear polymers, so-called «elastomers».

The isocyanate (NCO) content in the raw material is crucial to control its properties. If the isocyanate content of the raw material is unknown, a polyurethane with undesirable properties might be obtained. It is therefore quite important to determine the isocyanate content in these compounds. This Application Note shows an easy and straightforward way to determine the NCO content in polyurethane raw materials using a fully automated titration system from Metrohm.

## SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

The method is demonstrated on a polyurethane resin (PUR) and an unsaturated polyester resin (UPR). For

both samples, no sample preparation is required.

## EXPERIMENTAL

The analyses are performed fully automatically using an 814 USB Sample Changer in combination with a 907 Titrande and a Solvotrode easyClean. The sample is weighed into a beaker, and toluene along with the reaction solution (consisting of dibutylamine in toluene) is added. After a reaction time of 15 minutes, acetone is added and the solution is titrated with hydrochloric acid until after the equivalence point is reached.

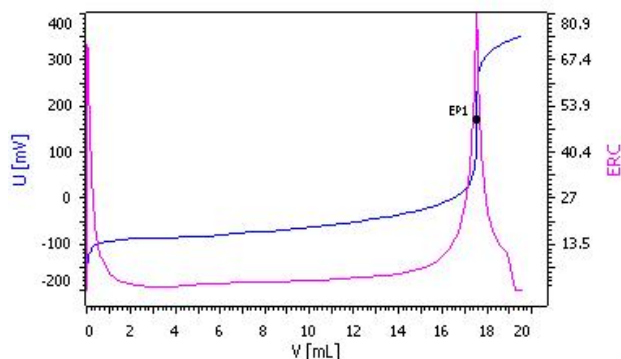
The blank is determined in the same way, but by omitting the sample.



**Figure 1.** Titration system consisting of an 814 USB Sample Changer in combination with a 907 Titrande and tiamo.

## RESULTS

Steep and smooth titration curves (see **Figure 2**) are obtained for all analyses. The automated analysis leads to reproducible results with a RSD < 2% as shown in **Table 1**.



**Figure 2.** Titration curve of the determination of the NCO value in polyurethane resin.

**Table 1.** Results of the determination of the NCO content in polyurethane resin (PUR) and unsaturated polyester resin (UPR)

	n	Mean value /%	SD(abs)/ %	SD(rel) /%
Polyurethane resin (PUR)	5	2.335	0.022	0.94
Unsaturated polyester resin (UPR)	5	0.826	0.016	1.94

## CONCLUSION

The NCO content determination according to **EN ISO 14896** is carried out without difficulties and can easily be automated. The waiting time of 15 minutes must be followed strictly, otherwise results might become

falsified as the reaction time is elongated. Therefore, the automated addition of the auxiliary solutions is highly recommended.

Internal reference: AW TI CH1-1228-102016

## CONTACT

Metrohm France  
13, avenue du Québec - CS  
90038  
91978 VILLEBON  
COURTABOEUF CEDEX

[info@metrohm.fr](mailto:info@metrohm.fr)

## CONFIGURATION



### 907 Titrando

Titreur haut de gamme pour le titrage potentiométrique et volumétrique Karl Fischer avec une interface de mesure et des unités de dosage Dosino.

- jusqu'à quatre systèmes de dosage du type 800 Dosino
- titrage dynamique à point d'équivalence (DET), titrage monotone à point d'équivalence (MET) et titrage à point final (SET), titrages enzymatiques et pH-STAT (STAT), titrage Karl Fischer (KFT)
- mesure avec des électrodes ioniques spécifiques (MEAS CONC)
- électrodes intelligentes « iTrode »
- fonctions de dosage avec contrôle, manipulation des liquides
- quatre connecteurs MSB pour des agitateurs ou des systèmes de dosage supplémentaires
- connecteur USB
- utilisation avec le logiciel OMNIS, *tiamo* ou le Touch Control
- satisfait aux exigences des BPF/BPL et de la FDA, telles que celles de la réglementation 21 CFR Part 11, le cas échéant



### 814 USB Sample Processor (1T/1P)

USB Sample Processor avec un poste de travail et une pompe à membrane intégrée pour un traitement automatique des échantillons de routine en série, en petit à moyen nombre. En plus de la pompe intégrée, il est possible de raccorder une deuxième pompe (à membrane ou péristaltique), ainsi que jusqu'à trois burettes pour les tâches de manipulation des liquides (LQH).

En raison du grand nombre des variantes d'applications, le rack, l'agitateur, la tête de titrage et la Swing Head, ainsi que les récipients d'échantillon, sont conçus spécifiquement pour chaque application et doivent donc être commandés séparément.

Le Touch Control permet un contrôle en « stand alone ». Pour un contrôle par le biais d'un PC, les produits logiciels suivants sont disponibles : le logiciel de titrage tiamo™, le logiciel de chromatographie MagIC Net, le logiciel de voltampérométrie viva ou OMNIS.



### Solvotrode easyClean (câble fixe 1,2 m)

Électrode pH combinée avec diaphragme flexible easyClean et câble fixe (1,2 m) pour tous les titrages acide-base en milieu non aqueux.

La membrane de verre est optimisée pour les solutions peu conductrices et, grâce au diaphragme easyClean facile à nettoyer, cette électrode est également adaptée à des échantillons fortement contaminés (par ex. de l'huile usagée).

Cette électrode peut être utilisée avec des électrolytes de référence non aqueux (tels que le chlorure de lithium ou le bromure de tétraéthylammonium). Conservation dans l'électrolyte de référence correspondant.

La Solvotrode easyClean est également disponible avec une longueur de câble fixe de 2,0 m sous la référence article 6.0229.020.