



Application Note AN-T-167

Teneur en isocyanates des matières premières de polyuréthane

Titrage selon EN ISO 14896 pour les résines polyester insaturées et les résines polyuréthanes

Le polyuréthane (PU) est une classe de polymères très importante en raison de sa flexibilité et de ses propriétés isolantes. Il est utilisé dans diverses industries telles que l'industrie automobile, la construction de bâtiments, ainsi que dans la production de fibres synthétiques. Le PU est principalement produit par une réaction chimique entre des polyisocyanates et des polyols. Il en résulte des réseaux liés formant des "duroplastes", tandis que l'utilisation de diisocyanates et de dioles conduit à des polymères linéaires, appelés "élastomères".

La teneur en isocyanates (NCO) de la matière première est cruciale pour contrôler ses propriétés. Si la teneur en isocyanates de la matière première est inconnue, on peut obtenir un polyuréthane aux propriétés indésirables. Il est donc très important de déterminer la teneur en isocyanate de ces composés. Cette note d'application présente une méthode simple et directe pour déterminer la teneur en NCO des matières premières de polyuréthane à l'aide d'un système de titrage entièrement automatisé de Metrohm.

La méthode est démontrée sur une résine de polyuréthane (PUR) et une résine de polyester

insaturé (UPR). Pour les deux échantillons, aucune préparation n'est nécessaire.

EXPERIMENTAL

Les analyses sont effectuées de manière entièrement automatique à l'aide d'un passeur d'échantillons USB 814 en combinaison avec un Titrando 907 et un Solvotrode easyClean. L'échantillon est pesé dans un bêcher et le toluène ainsi que la solution de réaction (composée de dibutylamine dans le toluène) sont ajoutés. Après un temps de réaction de 15 minutes, de l'acétone est ajouté et la solution est titrée avec de l'acide chlorhydrique jusqu'à ce que le point d'équivalence soit atteint.

Le blanc est déterminé de la même manière, mais en omettant l'échantillon.



Figure 1. Système Titrando composé d'un changeur d'échantillons USB 814 en combinaison avec un Titrando 907 et un tiamo.

RÉSULTATS

Des courbes de titrage raides et lisses (voir **figure 2**) sont obtenues pour toutes les analyses. L'analyse automatisée donne des résultats reproductibles avec un RSD < 2 %, comme le montre le **tableau 1**.

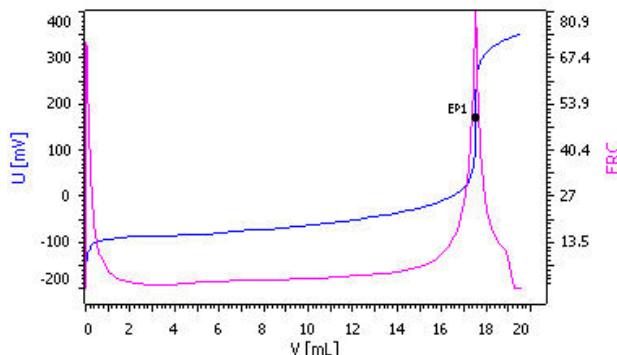


Figure 2. Courbe de titrage pour la détermination de la valeur NCO dans la résine de polyuréthane.

Tableau 1. Résultats de la détermination de la teneur en NCO dans la résine de polyuréthane (PUR) et la résine de polyester insaturé (UPR)

	n	Valeur moyenne /%	SD(abs)/ %	SD(rel) /%
Résine de polyuréthane (PUR)	5	2.335	0.022	0.94
Résine de polyester insaturé (UPR)	5	0.826	0.016	1.94

La détermination de la teneur en NCO conformément à la norme **EN ISO 14896** s'effectue sans difficulté et peut être facilement automatisée. Le temps d'attente de 15 minutes doit être strictement respecté, sinon les

résultats risquent d'être faussés par l'allongement du temps de réaction. Par conséquent, l'ajout automatisé des solutions auxiliaires est fortement recommandé.

Internal reference: AW TI CH1-1228-102016

CONTACT

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

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 tiamoTM, 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.