



Application Note AN-T-167

Contenuto di isocianato delle materie prime poliuretaniche

Titolazione secondo la norma EN ISO 14896 per la resina poliestere insatura e la resina poliuretanica

Il poliuretano (PU) è una classe di polimeri molto importanti per la sua flessibilità e le sue proprietà isolanti. Viene utilizzato in vari settori industriali come l'industria automobilistica, nella costruzione di edifici, così come nella produzione di fibre sintetiche. Il PU è prodotto principalmente attraverso una reazione chimica tra poliisocianati e polioli. Ciò si traduce in reti collegate che formano «duroplasti», mentre l'uso di diisocianati e dioli porterà a polimeri lineari, i cosiddetti «elastomeri».

Il contenuto di isocianato (NCO) nella materia prima è

fondamentale per controllarne le proprietà. Se non si conosce il contenuto di isocianato della materia prima, si potrebbe ottenere un poliuretano con proprietà indesiderabili. È quindi molto importante determinare il contenuto di isocianato in questi composti. Questa Application Note mostra un modo semplice e diretto per determinare il contenuto di NCO nelle materie prime poliuretaniche utilizzando un sistema di titolazione completamente automatizzato di Metrohm.

CAMPIONE E PREPARAZIONE CAMPIONE

Il metodo è dimostrato su una resina poliuretanica (PUR) e una resina poliestere insatura (UPR). Per

entrambi i campioni non è richiesta alcuna preparazione del campione.

ANALISI

Le analisi vengono eseguite in modo completamente automatico utilizzando uno scambiatore di campioni USB 814 in combinazione con un Titrando 907 e un Solvotrode easyClean. Il campione viene pesato in un becher e viene aggiunto toluene insieme alla soluzione di reazione (costituita da dibutilammmina in toluene). Dopo un tempo di reazione di 15 minuti si aggiunge acetone e si titola la soluzione con acido cloridrico fino al raggiungimento del punto di equivalenza.

Il bianco viene determinato allo stesso modo, ma omettendo il campione.



Figure 1. Sistema Titrando composto da un 814 USB Sample Changer in combinazione con un 907 Titrando e tiamo.

RISULTATI

Curve di titolazione ripide e lisce (vedi figura 2) si ottengono per tutte le analisi. L'analisi automatizzata porta a risultati riproducibili con un RSD < 2% come mostrato in Tabella 1.

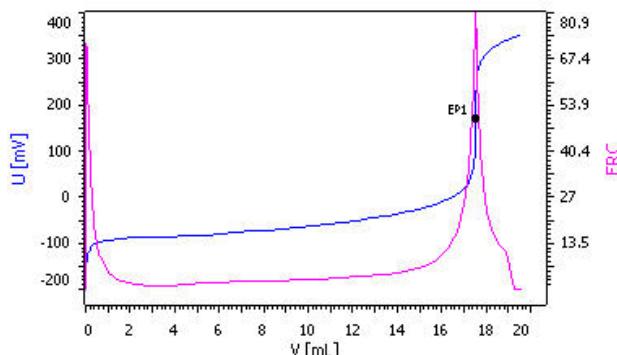


Figure 2. Curva di titolazione della determinazione del valore NCO in resina poliuretanica.

Tabella 1. Risultati della determinazione del contenuto di NCO in resina poliuretanica (PUR) e resina poliestere insatura (UPR)

	n	Valore medio /%	SD(abs)/%	SD(rel) /%
Resina poliuretanica (PUR)	5	2,335	0,022	0,94
Resina poliestere insatura (UPR)	5	0,826	0,016	1,94

CONCLUSIONE

La determinazione del contenuto NCO secondo **EN ISO 14896** viene eseguita senza difficoltà e può essere facilmente automatizzata. Il tempo di attesa di 15 minuti deve essere rigorosamente rispettato,

altrimenti i risultati potrebbero essere falsificati in quanto il tempo di reazione si allunga. Pertanto, l'aggiunta automatizzata delle soluzioni ausiliarie è altamente raccomandata.

Internal reference: AW TI CH1-1228-102016

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



907 Titrando

Titolatore di fascia alta per la titolazione Karl Fischer potenziometrica e volumetrica con un'interfaccia di misura e unità di dosaggio Dosino.

- fino a quattro sistemi di dosaggio del tipo 800 Dosino
- titolazione dinamica (DET), monotonica (MET) e a punto finale (SET), titolazioni enzimatiche e pH-STAT (STAT), titolazione Karl Fischer (KFT)
- Misura con elettrodi iono-selettivi (MEAS CONC)
- elettrodi intelligenti "iTrode"
- Funzioni di dosaggio con monitoraggio, trasferimento liquidi
- quattro connettori MSB per ulteriori agitatori o sistemi di dosaggio
- connettore USB
- Utilizzo con software OMNIS, software *tiamo* o Touch Control
- Conforme ai requisiti GMP/GLP e FDA, nonché 21 CFR Parte 11, se necessario



814 USB Sample Processor (1T/1P)

USB Sample Processor con una stazione di lavoro e una pompa a membrana incorporata per il trattamento automatico di campioni di routine in serie in piccole e medie quantità. Oltre a quella incorporata, può essere collegata un'altra pompa (a membrana o peristaltica) nonché fino a tre dosatori per i compiti di Liquid Handling.

Considerate le numerose varianti di applicazione, i rack, gli agitatori, la testa di titolazione e la Swing Head, nonché i contenitori, sono personalizzati in base all'applicazione e devono quindi essere ordinati separatamente.

Il controllo avviene in modalità "stand alone" tramite Touch Control. Per il controllo da PC sono disponibili i seguenti software: software per titolazione tiamoTM, software per cromatografia MagIC Net, software per voltammetria viva oppure OMNIS.



Solvotrode easyClean (cavo fisso da 1,2 m)

Elettrodo per pH combinato con diaframma easyClean flessibile e cavo fisso (1,2 m) per tutte le titolazioni acido/basiche non acquose.

La membrana di vetro è ottimizzata per le soluzioni cattive conduttrici e grazie al diaframma easyClean, di facile pulizia, l'elettrodo è adatto anche a campioni molto sporchi (ad es. olio esausto).

L'elettrodo è utilizzabile con elettroliti di riferimento non acquosi (cloruro di litio o tetraetilammonio bromuro). Conservazione nel relativo elettrolita di riferimento.

Solvotrode easyClean è disponibile anche con un cavo di lunghezza fissa pari a 2,0 m, con numero dell'articolo 6.0229.020.