
**Plastiques — Matières de base pour
polyuréthannes — Détermination des
teneurs en isomères 2,4 et 2,6 du toluylène
diisocyanate par spectroscopie infrarouge**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Plastics — Basic materials for polyurethanes — Determination of the
amounts of 2,4- and 2,6-isomers in toluenediisocyanate by infrared
spectroscopy*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2466f53-57a8-46e1-a60e-c4c6cd489464/iso-tr-9372-1993>



Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales, mais, exceptionnellement, un comité technique peut proposer la publication d'un rapport technique de l'un des types suivants:

- type 1, lorsque, en dépit de maints efforts, l'accord requis ne peut être réalisé en faveur de la publication d'une Norme internationale;
- type 2, lorsque le sujet en question est encore en cours de développement technique ou lorsque, pour toute autre raison, la possibilité d'un accord pour la publication d'une Norme internationale peut être envisagée pour l'avenir mais pas dans l'immédiat;
- type 3, lorsqu'un comité technique a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales (ceci pouvant comprendre des informations sur l'état de la technique, par exemple).

Les rapports techniques des types 1 et 2 font l'objet d'un nouvel examen trois ans au plus tard après leur publication afin de décider éventuellement de leur transformation en Normes internationales. Les rapports techniques du type 3 ne doivent pas nécessairement être révisés avant que les données fournies ne soient plus jugées valables ou utiles.

L'ISO/TR 9372, rapport technique du type 2, a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Plastiques — Matières de base pour polyuréthannes — Détermination des teneurs en isomères 2,4 et 2,6 du toluylène diisocyanate par spectroscopie infrarouge

AVERTISSEMENT — PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ

Les isocyanates doivent être manipulés avec précaution. On doit en particulier en éviter l'inhalation. Il y a lieu de les manipuler en portant des lunettes et des gants et de ventiler les lieux de travail.

iTeh STANDARD PREVIEW

1 Domaine d'application

Le présent Rapport technique décrit une méthode pour le dosage des isomères 2,4 et 2,6 (voir note 1) dans le toluylène diisocyanate (voir note 2).

La méthode est applicable aux mélanges contenant de 5 % à 95 % d'isomère 2,4.

NOTES

1 La méthode ne prend pas en compte la présence des autres isomères. Les toluylène diisocyanates purifiés peuvent contenir de faibles quantités d'isomère 2,5. Cet isomère interfère légèrement sur la détermination, à 810 cm^{-1} , de l'isomère 2,4. Par exemple, à 810 cm^{-1} , 1 % d'isomère 2,5 a approximativement la même absorbance que 0,5 % d'isomère 2,4.

2 Dénomination usuelle de diisocyanate-2,4 (ou -2,6) de toluylène.

2 Principe

Mise en solution de l'échantillon à analyser dans le cyclohexane.

Mesurage de l'absorbance des bandes à 810 cm^{-1} et 782 cm^{-1} , caractéristiques des substitutions 1,2,4 et 1,2,6 du noyau aromatique.

Calcul du rapport des absorbances (5.3).

Conversion du rapport des absorbances en rapport des pourcentages en masse des isomères 2,4 et 2,6 (5.1.2) au moyen d'une droite d'étalonnage établie

préalablement à l'aide de solutions d'étalonnage et vérifiée, avant chaque série d'analyses, au moyen d'une solution de référence.

3 Réactifs

3.1 Cyclohexane, pour spectroscopie.

3.2 Toluylène diisocyanate-2,4, répondant aux spécifications suivantes (voir note 3):

Température de cristallisation (°C)	21,95
Indice de réfraction (à 20 °C)	1,567 8
Masse volumique à 23 °C (kg/m^3)	1 218,6

3.3 Toluylène diisocyanate-2,6, répondant aux spécifications suivantes (voir note 3):

Température de cristallisation (°C)	18,15
Indice de réfraction (à 20 °C)	1,571 1
Masse volumique à 23 °C (kg/m^3)	1 227,0

NOTE 3 Si l'on ne dispose pas de toluylène diisocyanate-2,6 (ou -2,4) pur, choisir un échantillon de toluylène diisocyanate-2,6 (ou -2,4) le plus pur possible dont la teneur en isomère 2,6 (ou 2,4) est connue et qui ne contient pas d'impuretés présentant d'interférence aux nombres d'onde de dosage.

3.4 Échantillon de référence (voir note 4).

Il s'agit de toluylène diisocyanate commercial, contenant $X \pm 1,5\%$ (m/m) d'isomère 2,4 dont la teneur en isomère 2,4 a été déterminée 10 fois par la méthode

décrite dans le présent Rapport technique immédiatement après l'étalonnage. (X est la teneur approximative en isomère 2,4 de l'échantillon du toluylène diisocyanate à analyser, déterminée éventuellement par des essais préalables.)

NOTE 4 Pour conserver le même échantillon de référence le plus longtemps possible, il est avantageux de sélectionner une masse relativement importante de ce produit, de la répartir et de la conserver, sous atmosphère d'argon, dans des flacons de faible capacité hermétiquement bouchés ou dans de petites ampoules scellées.

4 Appareillage

4.1 Spectromètre infrarouge à simple faisceau¹⁾ ou spectromètre infrarouge à double faisceau, équipé d'un enregistreur, ayant un pouvoir de résolution suffisant pour faire apparaître le doublet présenté par le toluylène diisocyanate-2,4 à 810 cm^{-1} et 814 cm^{-1} (voir figure 1) et capable d'une précision de 0,2 % en transmission.

4.2 Cuves optiques pour spectrométrie infrarouge, comprise entre 0,19 mm et 0,21 mm, connue à 0,002 mm près, à fenêtres en chlorure de sodium ou bromure de potassium.

4.3 Fioles jaugées, bouchées, de 25 ml de capacité.

4.4 Fioles coniques, bouchées, de 10 ml de capacité.

4.5 Seringues, de 1 ml.

4.6 Seringues, de 5 ml.

4.7 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

5 Étalonnage

La verrerie utilisée au cours des manipulations doit être parfaitement sèche.

5.1 Solutions d'étalonnage

5.1.1 Préparer sept solutions contenant des mélanges étalons d'isomères 2,4 (3.2) et 2,6 (3.3) de concentrations $X-1,5$, $X-1$, $X-0,5$, X , $X+0,5$, $X+1$, $X+1,5$; où X est la valeur présumée de la concentration à déterminer, exprimée en pourcentage en masse. Procéder en prélevant les isomères à l'aide des seringues (4.6) de manière à obtenir dans des fioles coniques de 10 ml (4.4) environ 5 g, pesés à 0,1 mg près, de chacun des mélanges étalons.

5.1.2 Pour chaque mélange, calculer le rapport R_n des pourcentages en masse des isomères:

$$R_n = \frac{\text{masse d'isomère 2,6}}{\text{masse d'isomère 2,4}}$$

où n est un entier variant de 1 à 7.

5.1.3 Transvaser 0,8 ml de chaque mélange à l'aide des seringues (4.5) dans des fioles jaugées de 25 ml (4.3), compléter à 25 ml avec du cyclohexane (3.1) et homogénéiser.

5.2 Mesurages des absorbances

5.2.1 Mode opératoire sur un spectromètre à double faisceau:

- Remplir les cuves optiques (4.2) de mesure et de référence avec du cyclohexane et enregistrer le spectre de 850 cm^{-1} à 750 cm^{-1} .
- Laisser la cuve optique (4.2) de référence remplie de cyclohexane. Vider et sécher la cuve optique (4.2) de mesure; remplir cette cuve avec l'une des solutions d'étalonnage préparées en 5.1.3. Tracer le spectre de 850 cm^{-1} à 750 cm^{-1} sur le même enregistrement que le spectre différentiel du solvant obtenu en 5.2.1 a). Répéter l'opération pour chacune des autres solutions d'étalonnage (5.1.3).
- Sur le spectre obtenu en 5.2.1 b), le doublet de l'isomère 2,4 apparaît à 810 cm^{-1} et 814 cm^{-1} et la bande de l'isomère 2,6 à 782 cm^{-1} . Mesurer les absorbances $A_{2,4}$ à 810 cm^{-1} et $A_{2,6}$ à 782 cm^{-1} à partir du spectre différentiel du solvant obtenu en 5.2.1 a).

5.2.2 Mode opératoire sur un spectromètre à simple faisceau:

- Remplir la cuve optique (4.2) de mesure avec du cyclohexane et enregistrer le spectre de 850 cm^{-1} à 750 cm^{-1} .
- Vider et sécher la cuve de mesure; la remplir avec l'une des solutions d'étalonnage préparées en 5.1.3 et enregistrer le spectre de 850 cm^{-1} à 750 cm^{-1} .
- Tracer le spectre différentiel de la solution d'étalonnage [5.2.2 b)] par rapport au solvant [5.2.2 a)]. Répéter l'opération pour chacune des autres solutions d'étalonnage (5.1.3).
- Sur le spectre obtenu en 5.2.2 c), le doublet de l'isomère 2,4 apparaît à 810 cm^{-1} et 814 cm^{-1} , et la bande de l'isomère 2,6 à 782 cm^{-1} . Mesurer les absorbances $A_{2,4}$ à 810 cm^{-1} et $A_{2,6}$ à 782 cm^{-1} .

1) Par exemple spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (IR-TF).

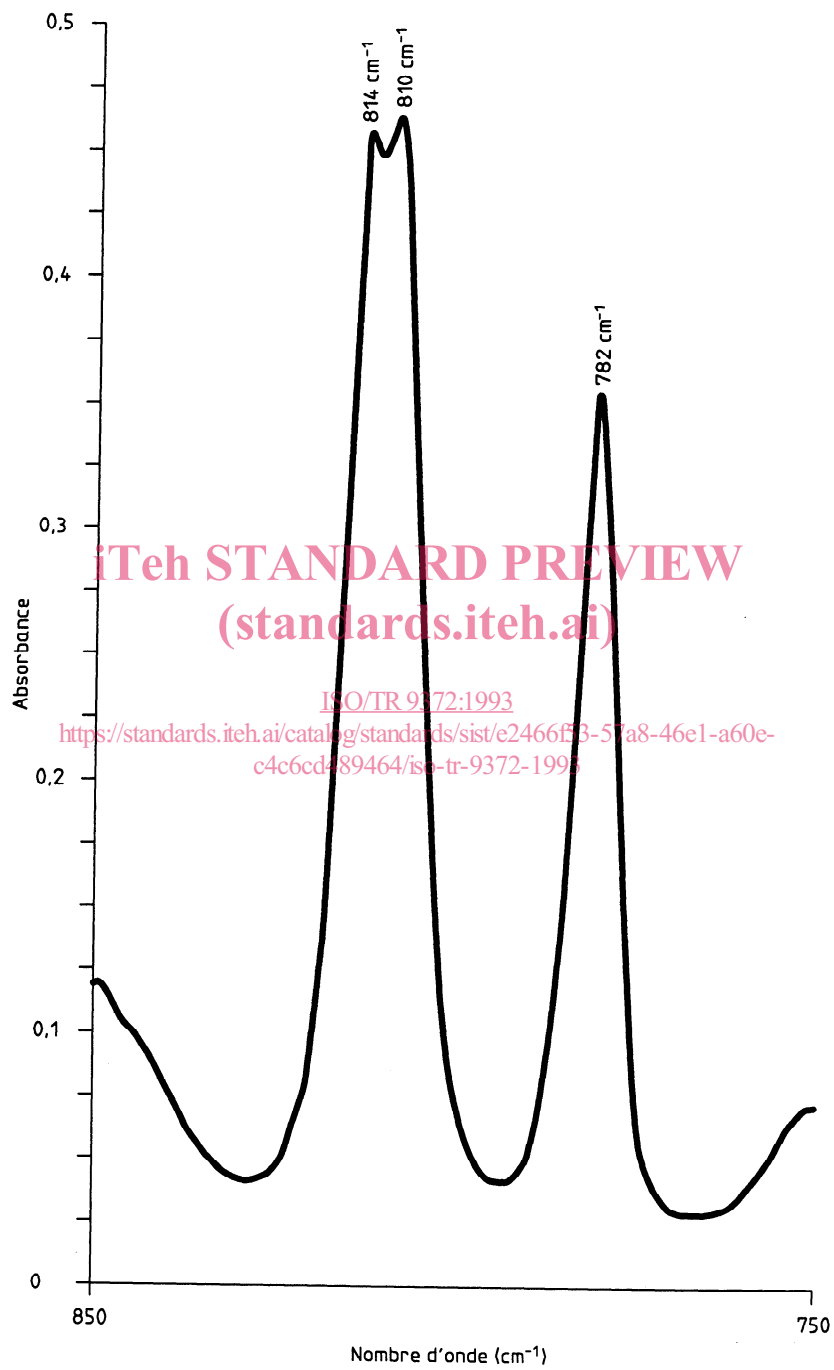


Figure 1

5.3 Rapport des absorbances

5.3.1 Pour chaque solution d'étalonnage, calculer le rapport K_n des absorbances:

$$K_n = \frac{A_{2,6}}{A_{2,4}}$$

où n est un entier variant de 1 à 7.

5.3.2 Tracer la courbe d'étalonnage en portant en ordonnées les valeurs de K_n obtenues en 5.3.1 et en abscisses les valeurs correspondantes de R_n obtenues en 5.1.2.

6 Mode opératoire

6.1 Transvaser 0,8 ml de toluylène diisocyanate à analyser dans une fiole jaugée de 25 ml (4.3), compléter la fiole jusqu'au trait repère avec du cyclohexane (3.1) et homogénéiser. Cela constitue la solution d'essai.

Transvaser 0,8 ml de l'échantillon de référence (3.4) dans une autre fiole jaugée de 25 ml (4.3), compléter la fiole jusqu'au trait repère avec du cyclohexane (3.1) et homogénéiser. Cela constitue la solution de référence.

6.2 Pour chaque solution préparée en 6.1, enregistrer le spectre de 850 cm^{-1} à 750 cm^{-1} , et mesurer l'absorbance $A_{2,4}$ à 810 cm^{-1} et $A_{2,6}$ à 782 cm^{-1} comme décrit en 5.2.1 ou 5.2.2.

6.3 Calculer le rapport des absorbances pour la solution d'essai et pour la solution de référence comme décrit en 5.3.1.

7 Calcul et expression des résultats

7.1 Reporter les valeurs des rapports des absorbances obtenues en 6.3 sur la courbe d'étalonnage établie en 5.3.2.

7.2 Calculer les rapports des pourcentages en masse des isomères

R' dans le cas de l'échantillon à analyser;

R'_0 dans le cas de l'échantillon de référence.

7.3 Au moyen de R' et R'_0 , calculer R , rapport des pourcentages en masse des isomères de l'échantillon à analyser, corrigé de toute variation de la droite d'étalonnage, à l'aide de l'équation

$$R = R' + (R_0 - R'_0)$$

où

R_0 est la valeur moyenne du rapport des pourcentages en masse des isomères de l'échantillon de référence (3.4) qui a été déterminée après l'étalonnage en appliquant le mode opératoire décrit dans l'article 6;

R' et R'_0 sont définis en 7.2.

Si $(R_0 - R'_0)$ reste dans le domaine de fidélité de la méthode (article 8), il n'y a pas lieu d'appliquer de correction, et dans ce cas, $R = R'$.

7.4 Calculer la teneur en isomère 2,4, $c_{2,4}$, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon à analyser, à l'aide de l'équation

$$c_{2,4} = \frac{100}{1 + R}$$

Calculer la teneur en isomère 2,6, $c_{2,6}$, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon à analyser, à l'aide de l'équation

$$c_{2,6} = 100 - c_{2,4}$$

8 Fidélité

8.1 Répétabilité

Les limites de confiance à 95 % pour la valeur moyenne de deux déterminations sont $\pm 0,3 \%$ (m/m) dans le cas d'un échantillon de toluylène diisocyanate contenant environ 80 % (m/m) d'isomère 2,4.

8.2 Reproductibilité

Les limites de confiance à 95 % pour la valeur moyenne de deux déterminations sont $\pm 0,6 \%$ (m/m) dans le cas d'un échantillon de toluylène diisocyanate contenant environ 80 % (m/m) d'isomère 2,4.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence au présent Rapport technique;
- tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- résultats obtenus;
- tout écart par rapport au mode opératoire prescrit ou tout incident observé au cours des essais susceptible d'avoir eu une répercussion sur les résultats.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TR 9372:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2466f53-57a8-46e1-a60e-c4c6cd489464/iso-tr-9372-1993>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TR 9372:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2466f53-57a8-46e1-a60e-c4c6cd489464/iso-tr-9372-1993>

CDU 678.664:543.422.4:546.268.1

Descripteurs: plastique, produit alvéolaire rigide, polyuréthane, analyse chimique, dosage, isocyanate, spectroscopie infrarouge.

Prix basé sur 4 pages
