
**Liants pour peintures et vernis —
Détermination des diisocyanates
monomères dans les résines
polyisocyanates**

*Binders for paints and varnishes — Determination of monomeric
diisocyanates in polyisocyanate resins*
(standards.iteh.ai)

ISO 10283:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a7aece3-a190-4286-875c-34fb2d33f50b/iso-10283-1997>



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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 10283 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 10, *Méthodes d'essai des liants pour peintures et vernis*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10283:1997
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a7aece3-a190-4286-875c-34fb2d33f50b/iso-10283-1997>

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Introduction

Il est bien connu que, en raison des méthodes de fabrication utilisées, toutes les résines isocyanates commerciales désignées dans la présente Norme internationale contiennent une certaine quantité d'isocyanates monomères volatils. Cette quantité est généralement inférieure à 0,5 % en valeur relative de la résine fournie. Compte tenu des réglementations relatives à la manipulation des substances dangereuses, il est devenu particulièrement important de disposer d'une méthode de détermination généralement acceptable et applicable. La présente Norme internationale n'est pas destinée à fournir une méthode appropriée pour une détermination analytique des isocyanates volatils sous n'importe quelle forme et en n'importe quelle quantité. La présente Norme internationale prescrit une méthode limitée à la détermination des quantités d'isocyanates volatils qui se rencontrent en pratique dans les résines isocyanates, à savoir environ 0,1 % à 0,4 %. Un autre objectif de la présente Norme internationale était de développer une méthode de détermination, avec une exactitude appropriée, du plus grand nombre d'isocyanates monomères qui se rencontrent dans les résines isocyanates. Elle détecte les principaux isocyanates, à savoir TDI, HDI, MDI et IPDI; c'est une méthode reconnue par l'industrie, les autorités compétentes et les instituts, comme étant à la pointe de la technologie en matière d'analyse.

[ISO 10283:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a7aece3-a190-4286-875c-34fb2d33f50b/iso-10283-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a7aece3-a190-4286-875c-34fb2d33f50b/iso-10283-1997>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10283:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a7aece3-a190-4286-875c-34fb2d33f50b/iso-10283-1997>

Liants pour peintures et vernis — Détermination des diisocyanates monomères dans les résines polyisocyanates

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode par chromatographie en phase gazeuse pour la détermination des diisocyanates monomères tels que le diisocyanate de toluène¹⁾, le diisocyanate d'hexaméthylène, le diisocyanate d'isophorone²⁾, le diisocyanate de diphenylméthane³⁾ et les autres diisocyanates dans les résines diisocyanates comme définis dans l'article 3 et dans les solutions préparées à partir de ces résines, dans la mesure où elles sont utilisées dans les formulations de peintures et de matériaux de revêtement assimilés.

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 842:1984, *Matières premières pour peintures et vernis — Echantillonnage.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique:

3.1 résine isocyanate: Résine synthétique, avec ou sans solvant, basée sur des isocyanates aromatiques, aliphatiques ou cycloaliphatiques contenant des groupes isocyanates (NCO).

NOTE 1 Pour les besoins de la présente Norme internationale, ces résines isocyanates comprennent

— celles qui sont fabriquées à partir de n'importe quel diisocyanate, en particulier le diisocyanate de toluène (TDI), le diisocyanate d'hexaméthylène (HDI), le diisocyanate d'isophorone (IPDI), le diisocyanate de diphenylméthane (MDI), et qui contiennent de l'uréthane et/ou du biuret et/ou des groupes isocyanurates;

¹⁾ Le terme "diisocyanate de toluène" est utilisé ici et dans la suite du texte en tant que 4-méthyl-1,3-phénylène diisocyanate (2,4-toluène diisocyanate) et en tant que 2-méthyl-1,3-phénylène diisocyanate (2,6-toluène diisocyanate).

²⁾ Le terme "diisocyanate d'isophorone" est utilisé ici et dans la suite du texte en tant que 2-(isocyanatométhyl)-3,5,5-triméthylcyclohexylisocyanate. Les stéréoisomères sont identifiés aux endroits appropriés dans le texte par (I) et (II).

³⁾ Le terme "diisocyanate de diphenylméthane" est utilisé ici et dans la suite du texte en tant que 4,4-diisocyanatodiphenylméthane, 2,4-diisocyanatodiphenylméthane et 2,2-diisocyanatodiphenylméthane.

— celles qui sont préparées à partir de mélanges des résines isocyanates indiquées ci-dessus.

4 Principe

Détermination par chromatographie en phase gazeuse de la teneur en diisocyanate monomère dans les résines isocyanates, en utilisant comme étalon interne le tétradécane ou, dans le cas de diisocyanates de faible volatilité, de l'antracène.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Acétate d'éthyle, anhydre (séché sur un tamis moléculaire de 0,5 nm) et exempt d'éthanol (teneur en éthanol < 200 ppm).

5.2 Tétradécane ou **anthracène**.

5.3 Diisocyanate de toluène (mélange isomère).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.4 Diisocyanate d'hexaméthylène.

[ISO 10283:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a7aece3-a190-4286-875c-34fb2d33f50b/iso-10283-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a7aece3-a190-4286-875c-34fb2d33f50b/iso-10283-1997>

5.5 Diisocyanate d'isophorone (mélange isomère).

5.6 Diisocyanate de diphenylméthane.

5.7 Étalon interne, solution.

Peser environ 1,4 g de tétradécane ou d'antracène, à 0,1 mg près, dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec l'acétate d'éthyle (5.1).

5.8 Diisocyanate monomère, solution de référence.

Peser, à 0,1 mg près, environ 1,4 g du diisocyanate monomère concerné dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec l'acétate d'éthyle (5.1).

Mettre à l'abri de l'air et de l'humidité les solutions de référence de diisocyanate monomère.

NOTE 2 Si elles sont conservées dans de bonnes conditions, elles resteront stables environ deux semaines.

5.9 Solution d'étalonnage.

Prélever à la pipette 10 ml de la solution d'étalon interne (5.7) et 10 ml de la solution de référence (5.8) et les introduire dans un flacon à échantillons ou une fiole conique (6.2). A l'aide de l'éprouvette graduée de 25 ml, ajouter 15 ml d'acétate d'éthyle (5.1), et mélanger.

NOTE 3 Au lieu de préparer une solution d'étalonnage, l'étalon interne et le diisocyanate monomère peuvent être directement pesés avec 40 ml d'acétate d'éthyle dans un flacon à échantillons de 50 ml, muni d'une fermeture avec un septum (séché). Les opérations 5.7 et 5.8 ne sont donc plus nécessaires.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Balance analytique.

6.2 Fiole conique, de 50 ml de capacité, munie d'un bouchon en verre rodé, ou **flacon à échantillons**, de 50 ml de capacité, muni d'un septum.

6.3 Pipette à un trait, de 10 ml de capacité.

6.4 Eprouvette graduée, de 25 ml de capacité.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a7aece3-a190-4286-875c-34fb2d33f50b/iso-10283-1997>

6.5 Fiole jaugée à un trait, de 1 000 ml de capacité.

6.6 Seringue d'injection, de 2 µl ou 10 µl de capacité.

6.7 Appareil de chromatographie en phase gazeuse, avec un tube d'évaporation d'échantillon en verre interchangeable, un détecteur du type à ionisation de flamme et un intégrateur.

7 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer, selon l'ISO 842. Stocker l'échantillon dans un endroit frais et sec, à l'abri de la lumière.

Dans des conditions de stockage défavorables, des réactions peuvent se produire, particulièrement à des températures élevées, entraînant une modification de la teneur en isocyanate monomère de certaines résines isocyanates. En vue d'éviter autant que possible ces réactions, les échantillons doivent être stockés au frais et à l'obscurité. Toutefois, il est ensuite nécessaire de ramener les échantillons à la température ambiante avant d'ouvrir les récipients, pour éviter que l'humidité atmosphérique ne puisse se condenser et ainsi modifier la teneur en isocyanate monomère. En cas de doute, rejeter les solutions de référence ou les échantillons qui ont été stockés durant des périodes prolongées.

8 Mode opératoire

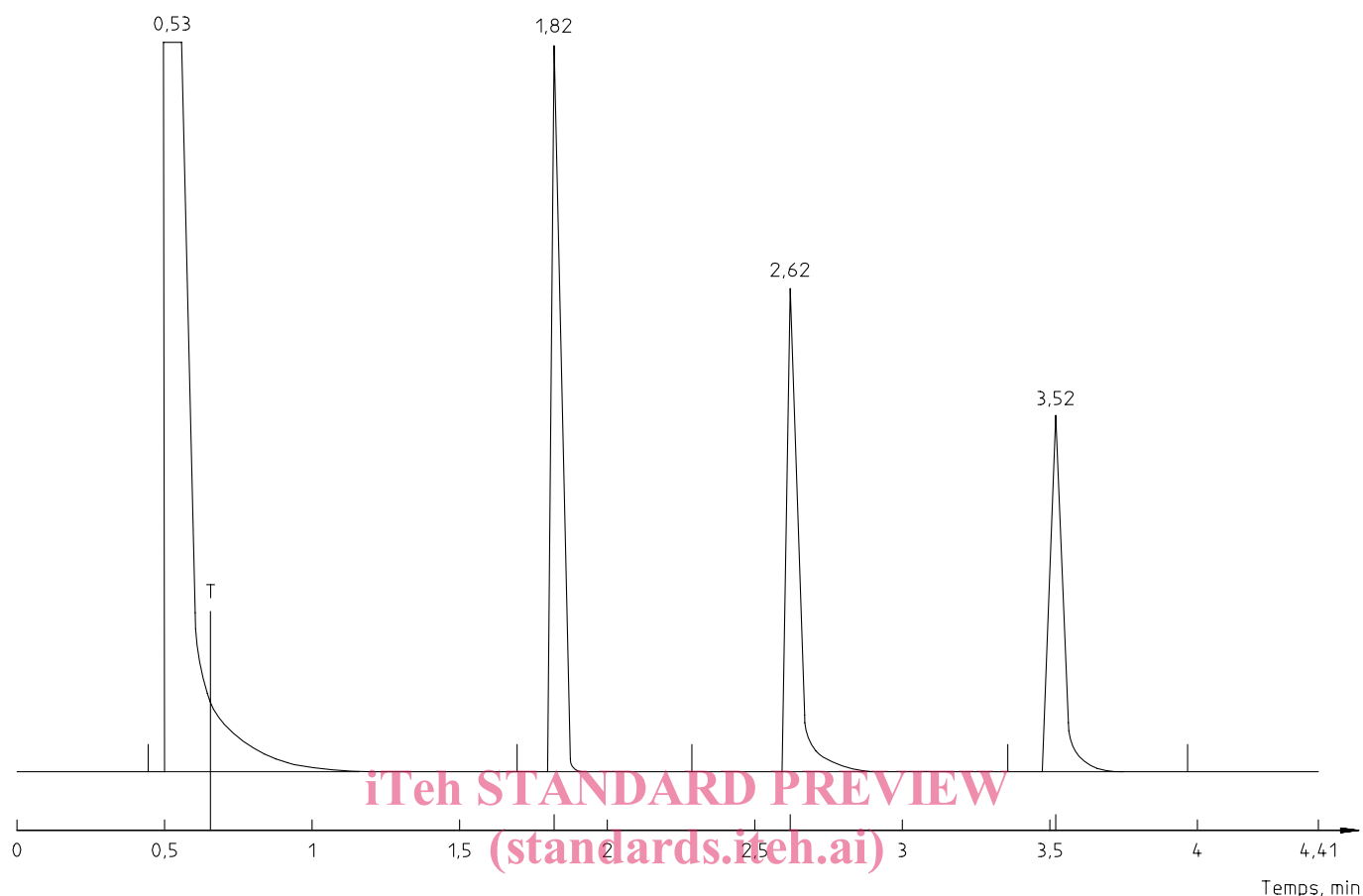
8.1 Conditions opératoires

Les conditions d'essai données dans les exemples sont considérées comme appropriées et recommandées. Les colonnes et les conditions d'essai ou opératoires donnant des performances équivalentes ou supérieures peuvent également être utilisées.

Les températures prescrites pour le dispositif d'injection et la colonne dépendent de la stabilité thermique de la résine polyisocyanate à l'essai. La teneur en diisocyanate monomère de plusieurs résines polyisocyanates, par exemple celles ayant une structure biuret, peut être modifiée à température élevée. Dans ces cas-là, les températures prescrites dans les exemples doivent être utilisées. Le tube d'évaporation d'échantillon en verre doit être nettoyé ou changé si nécessaire, au moins au début de chaque journée de travail.

8.1.1 Exemple: Diisocyanate d'hexaméthylène (HDI) et diisocyanate de toluène (TDI)

Colonne	capillaire en quartz, longueur 15 m, diamètre intérieur 0,32 mm	
Matériau de remplissage de la colonne	phénylméthylsilicone (OV® 1701), épaisseur du film 0,25 µm	
Températures	injecteur	125 °C
	colonne	130 °C
	détecteur	250 °C
Gaz vecteur	hélium	
	pression de la colonne chauffée	environ 100 kPa
	débit dans la colonne	environ 4 ml/min
	séparateur	environ 60 ml/min
Gaz du détecteur de type à ionisation de flamme	hydrogène	environ 35 ml/min
	air	environ 400 ml/min
Balayage	environ 25 ml d'azote/min	
Volume d'injection	environ 1 µl	
Temps de rétention	tétradécane (étalon interne)	1,82 min
	TDI (2,4-)	2,62 min
	HDI	3,52 min



ISO 10283:1997
 Figure 1 – Chromatogramme pour le diisocyanate d'hexaméthylène et le diisocyanate de toluène

8.1.2 Exemple: diisocyanate d'isophorone (IPDI) (premier exemple)

Colonne	capillaire en quartz, longueur 15 m, diamètre intérieur 0,32 mm	
Matériau de remplissage de la colonne	phénylméthylsilicone (OV® 1701), épaisseur du film 0,25 µm	
Températures	injecteur	160 °C
	colonne	140 °C
	détecteur	250 °C
Gaz vecteur	hélium	
	pression de la colonne chauffée	environ 120 kPa
	débit dans la colonne	environ 6 ml/min
	séparateur	environ 60 ml/min
Gaz du détecteur de type à ionisation de flamme	hydrogène	environ 35 ml/min
	air	environ 400 ml/min
Balayage	environ 25 ml d'azote/min	