

---

---

**Plastiques — Matières de base pour  
polyuréthannes — Isocyanates purs —  
Analyse des groupes isocyanates**

*Plastics — Basic materials for polyurethanes — Pure isocyanates —  
Analysis of isocyanate groups*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 9369:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a91759d0-b236-4f09-b09f-b1921cd118b9/iso-9369-1997)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a91759d0-b236-4f09-b09f-  
b1921cd118b9/iso-9369-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a91759d0-b236-4f09-b09f-b1921cd118b9/iso-9369-1997)



## 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.

**iTeh STANDARD PREVIEW**

La Norme internationale ISO 9369 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurocissables*.

[ISO 9369:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a91759d0-b236-4f09-b09f-b1921cd118b9/iso-9369-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a91759d0-b236-4f09-b09f-b1921cd118b9/iso-9369-1997>

© 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

Les types d'isocyanates suivants sont habituellement utilisés comme matière de base pour polyuréthanes dans la pratique industrielle:

- les isocyanates purifiés par rectification et leurs prépolymères (notamment le TDI pur qui est un mélange des isomères 2,4 et 2,6 du tolylène-diisocyanate) auxquels s'applique la présente Norme internationale;
- les isocyanates non rectifiés comme le MDI brut [méthylène bis(4-phénylisocyanate)], ou les isocyanates modifiés comme les isocyanates contenant des adducts tels que les adducts carbodiimides (par exemple l'urétonimine) et les adducts phénoliques pour lesquels la méthode prescrite devra être adaptée. Ces adaptations seront fonction des produits particuliers concernés et relèvent d'un agrément entre acheteur et producteur:

- pour certains isocyanates, notamment les isocyanates modifiés, la température de réaction avec la di-*n*-butylamine devra être choisie de manière à garantir la transformation complète des groupes isocyanates (méthode à chaud);

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a91759d0-b226-4f09-b09f-b1921e411850/iso-9369-1997>

- pour les isocyanates bruts, qui contiennent généralement des impuretés acides, les résultats devront être corrigés des impuretés acides présentes dans l'échantillon brut car la méthode comprend un titrage acide-base.

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 9369:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a91759d0-b236-4f09-b09f-b1921cd118b9/iso-9369-1997>

# Plastiques — Matières de base pour polyuréthannes — Isocyanates purs — Analyse des groupes isocyanates

**AVERTISSEMENT** — Les isocyanates doivent être manipulés avec précaution. On doit en particulier éviter l'inhalation. On doit les manipuler en portant des lunettes et des gants, et les lieux de travail doivent être adéquatement ventilés.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour l'analyse des groupes isocyanates dans les isocyanates purs (notamment TDI pur et MDI pur) et leurs prépolymères.

(standards.iteh.ai)

## 2 Référence normative

[ISO 9369:1997](#)

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 760:1978, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*.

## 3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

**3.1 concentration d'isocyanate:** Quantité d'isocyanate dans un produit, exprimée de l'une des trois manières suivantes:

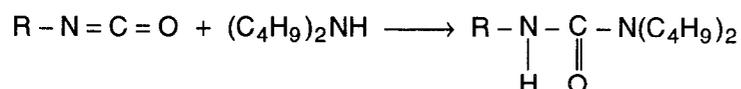
**3.1.1 équivalent isocyanate:** Nombre de groupes isocyanates (NCO) par kilogramme de produit (pour le calcul, voir 8.1).

**3.1.2 pourcentage d'isocyanate:** Pourcentage en masse d'un composé défini d'isocyanate pur dans un produit (pour le calcul, voir 8.2).

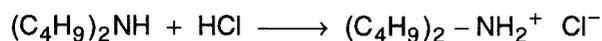
**3.1.3 pourcentage des groupes isocyanates:** Pourcentage en masse des groupes isocyanates (NCO) dans un produit (pour le calcul, voir 8.3).

## 4 Principe

Les groupes isocyanates dans une prise d'essai de produit sont mis à réagir avec un excès de di-*n*-butylamine à température ambiante pour former de l'urée substituée correspondante:



L'excès d'amine est ensuite neutralisé par titrage avec l'acide chlorhydrique:



et la concentration d'isocyanate est calculée.

## 5 Réactifs

**5.1 Toluène**, de qualité analytique ou équivalente, conservé sur tamis moléculaire de 0,4 nm.

Avant utilisation, régénérer le tamis moléculaire par chauffage à 400 °C pendant 4 h. La teneur en eau du toluène, déterminée conformément à l'ISO 760, doit être inférieure à 1 mg/100 ml.

**5.2 Di-*n*-butylamine**, solution à environ 1 mol/l dans le toluène.

Compléter 129 g de di-*n*-butylamine à 1 000 ml avec du toluène (5.1).

**5.3 Acétone** (ou méthanol, éthanol ou alcool isopropylique), de qualité analytique ou équivalente.

**5.4 Acide chlorhydrique**, solution titrée à environ 1 mol/l, étalonnée à 0,001 mol/l près.

**5.5 Bleu de bromophénol**, solution à 1 g/l dans l'acétone (ou méthanol, éthanol ou alcool isopropylique) (5.3).

## 6 Appareillage

**6.1 Fiole à indice d'iode**, de 500 ml de capacité, munie d'un bouchon en verre rodé.

**6.2 Pipette à un trait**, de 25 ml de capacité.

**6.3 Pipette graduée**, de 1 ml de capacité, ou compte-gouttes similaire pour l'ajout d'indicateur à la solution à titrer.

**6.4 Burette à piston**, de 20 ml de capacité, à même de délivrer des volumes par pas de 0,01 ml.

**6.5 Éprouvette graduée**, de 250 ml de capacité.

**6.6 Balance**, précise à 0,1 mg.

**6.7 Agitateur magnétique**.

**6.8 Appareil de titrage potentiométrique automatique**, précis à 0,1 mV, muni d'un couple d'électrodes ou d'une électrode combinée, verre/calomel (remplie d'une solution de chlorure de lithium à 1 mol/l dans le méthanol ou d'une solution équivalente).

**6.9 Bêcher**, de 500 ml de capacité.

**6.10 Seringues**, de 2 ml et 5 ml de capacité respective, pour des produits non visqueux, ou **seringues à large embout**, ou tout autre système adapté pour l'échantillonnage des prépolymères visqueux.

## 7 Mode opératoire

**IMPORTANT** — La verrerie utilisée en 7.1 et 7.2 doit être parfaitement sèche (par exemple séchée à 110 °C pendant 1 h).

**7.1** Verser dans la fiole à indice d'iode (6.1), à l'aide de la pipette à un trait (6.2), 25 ml de la solution de di-*n*-butylamine à 1 mol/l (5.2). Rincer les parois de la fiole avec 10 ml de toluène (5.1).

Mettre un barreau aimanté dans la fiole, boucher la fiole et agiter le mélange réactionnel à l'aide de l'agitateur magnétique (6.7) jusqu'à homogénéisation complète.

**7.2** Peser, à 0,1 mg près, une seringue (6.10) remplie de produit à analyser. Ajouter, à l'aide de la seringue, à la solution de di-*n*-butylamine dans la fiole à indice d'iode, une quantité de produit contenant  $(15 \pm 5)$  milliéquivalents isocyanate, soit

- dans le cas du TDI, environ 1,5 g;
- dans le cas du MDI, environ 2,5 g.

Repeser la seringue pour déterminer la quantité exacte ajoutée.

Si l'équivalent isocyanate n'est pas connu, le déterminer par un essai ou une série d'essais préalables.

L'échantillon utilisé pour le dosage doit être complètement liquide. S'il contient des isocyanates cristallisés, le réchauffer avec précaution jusqu'à l'obtention d'un liquide homogène.

**7.3** Dissoudre complètement le produit dans la di-*n*-butylamine et laisser réagir pendant 15 min à température ambiante.

**7.4** Ajouter, à l'aide de l'éprouvette graduée (6.5), 150 ml d'acétone (ou méthanol, éthanol ou alcool isopropylique) (5.3) en prenant soin de laver le bouchon et les parois de la fiole à indice d'iode avec le même solvant.

**7.5** Titrer l'excès de di-*n*-butylamine selon l'une des deux procédures suivantes:

### 7.5.1 Titrage avec indicateur coloré

Placer la fiole conique sur l'agitateur magnétique (6.7) et agiter le mélange réactionnel.

Introduire, à l'aide de la pipette de 1 ml (6.3) ou d'un compte-gouttes similaire, quelques gouttes (par exemple 5 gouttes) de la solution de bleu de bromophénol (5.5).

Titre avec la solution d'acide chlorhydrique à 1 mol/l (5.4) contenu dans la burette (6.4) jusqu'au virage de l'indicateur du bleu au jaune, stable pendant 15 s.

### 7.5.2 Titrage potentiométrique

NOTE 1 Le titrage potentiométrique est recommandé pour déterminer la teneur en isocyanate des échantillons colorés.

Transvaser le contenu de la fiole à indice d'iode dans le bécher de 500 ml (6.9), en rinçant avec 25 ml d'acétone (ou méthanol, éthanol ou alcool isopropylique) (5.3). Placer le bécher sur l'agitateur magnétique (6.7) et agiter son contenu.

Immerger les électrodes dans le mélange réactionnel.

Titrer avec la solution d'acide chlorhydrique à 1 mol/l (5.4), en utilisant l'appareil de titrage potentiométrique (6.8) pour la détermination du point d'équivalence.

NOTE 2 Il est possible d'effectuer le titrage à l'aide d'une burette à écoulement de 25 ml graduée en 0,05 ml au lieu de la burette à piston (6.4); dans ce cas, la précision de la détermination est moins bonne.

**7.6** Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions que celles de l'essai proprement dit, mais en omettant la prise d'essai.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Équivalent isocyanate

L'équivalent isocyanate IEq, correspondant au nombre de groupe isocyanates par kilogramme, est donné par l'équation

$$\text{IEq} = \frac{(V_0 - V_1) \times c}{m}$$

où

$V_0$  est le volume, en millilitres, d'acide chlorhydrique utilisé pour l'essai à blanc (7.6), à 0,01 ml près (voir note 3);

$V_1$  est le volume, en millilitres, d'acide chlorhydrique utilisé pour la détermination (7.5), à 0,01 ml près (voir note 3);

$c$  est la concentration réelle, en moles par litre, de l'acide chlorhydrique utilisé;

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

NOTE 3 Si une burette à écoulement de 25 ml a été utilisée au lieu d'une burette à piston,  $V_0$  et  $V_1$  seront donnés à 0,05 ml près.

Exprimer le résultat avec deux décimales.

### 8.2 Pourcentage d'isocyanate

Dans le cas d'un isocyanate pur, il est également possible de calculer le pourcentage d'isocyanate I% à l'aide de l'équation

$$\text{I}\% = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times E}{10m}$$

où

$E$  est la masse, en grammes, d'isocyanate pur correspondant à un groupe isocyanate;

les autres symboles ont les mêmes significations qu'en 8.1.

NOTE 4 Pour le toluylène-diisocyanate (TDI) pur,  $E = 87,08$ , et pour le méthylène bis(4-phénylisocyanate) (MDI) pur,  $E = 125,13$ .

Exprimer le résultat avec une décimale.

### 8.3 Pourcentage des groupes isocyanates

Il est également possible de calculer le pourcentage des groupes isocyanates NCO% à l'aide de l'équation

$$\text{NCO}\% = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 4,202}{m}$$

où

les symboles ont les mêmes significations qu'en 8.1;

4,202 = (42,02 × 100)/1 000,

42,02 étant la masse moléculaire relative du groupe NCO,

100 convertissant le résultat en pourcentage,

1 000 convertissant les grammes en milligrammes.

Exprimer le résultat avec une décimale.

## 9 Fidélité

Des essais interlaboratoires ont montré que, pour les isocyanates purs, la méthode prescrite, en utilisant une burette à piston et l'acétone comme solvant, présente

- une répétabilité  $r = \pm 0,4$  % (en valeur relative);
- une reproductibilité  $R = \pm 0,8$  % (en valeur relative).

(standards.iteh.ai)

## 10 Rapport d'essai

ISO 9369:1997

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification du produit analysé;
- c) mode de titrage utilisé;
- d) s'il a été fait usage d'une burette à écoulement;
- e) résultats obtenus, exprimés comme indiqué dans l'article 8;
- f) date de l'analyse;
- g) toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ainsi que tous incidents susceptibles d'avoir eu une répercussion sur les résultats.