

---

---

**Plastiques — Matières premières des  
polyuréthanes — Détermination de la  
teneur en isocyanate**

*Plastics — Polyurethane raw materials — Determination of isocyanate  
content*

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

ISO 14896:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e5778f0d-7c0e-41aa-822d-65929cd4ebc0/iso-14896-2000>



**PDF — Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

ISO 14896:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e5778f0d-7c0e-41aa-822d-65929cd4ebc0/iso-14896-2000>

© ISO 2000

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'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

**Sommaire**

	Page
1 Domaine d'application .....	1
2 Références normatives .....	1
3 Termes et définitions .....	2
4 Principe .....	2
5 Applicabilité .....	2
6 Interférences .....	2
7 Échantillonnage .....	3
8 Conditions d'essai .....	3
9 Réactifs .....	3
10 Appareillage .....	4
11 Méthode A — Toluène/di- <i>n</i> -butylamine avec HCl en solution aqueuse .....	4
12 Méthode B — Toluène/TCB/DBA avec HCl en solution méthanolique .....	7

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

ISO 14896:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e5778f0d-7c0e-41aa-822d-65929cd4ebc0/iso-14896-2000>

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 14896 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

Cette première édition annule et remplace l'ISO 9369:1997, dont elle constitue une révision technique.

Une Norme internationale traitant de l'analyse des diisocyanates aromatiques purifiés et de leurs prépolymères a été publiée (voir ISO 9369). La méthode A de la présente Norme internationale repose sur la méthodologie indiquée dans l'ISO 9369, c'est pourquoi celle-ci sera annulée après publication de la présente Norme internationale. La méthode B de la présente Norme internationale est fondée sur la méthode d'essai C de l'ASTM D 5515-91, *Méthode d'essai normalisée relative aux matières premières pour polyuréthanes — Détermination de la teneur en isocyanate des isocyanates aromatiques*.

# Plastiques — Matières premières des polyuréthannes — Détermination de la teneur en isocyanate

**AVERTISSEMENT** — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur avant toute utilisation.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes pour la détermination de la teneur en isocyanate des isocyanates aromatiques utilisés comme matières premières pour polyuréthannes. La méthode A est principalement applicable au toluylène-diisocyanate (TDI), au méthylène-*bis*-(4-phénylisocyanate) (MDI) purifiés et à leurs prépolymères. La méthode B est applicable aux isocyanates purifiés, bruts ou modifiés dérivés du toluylène-diisocyanate, du méthylène-*bis*-(4-phénylisocyanate) et du polyméthylène polyphénylisocyanate. Cette méthode peut également être utilisée avec les mélanges d'isomères de toluylène-diisocyanate, de méthylène-*bis*-(4-phénylisocyanate) et de polyméthylène polyphénylisocyanate. D'autres isocyanates aromatiques peuvent être analysés selon cette méthode si l'on prend soin de vérifier son adéquation. La présente méthode n'est pas applicable aux isocyanates séquencés.

## 2 Références normatives

ISO 14896:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e5778f0d-7c0e-41aa-822d-6600>

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

ISO 4787:1984, *Verrerie de laboratoire — Verrerie volumétrique — Méthodes d'utilisation et de vérification de la capacité.*

ISO 4788:1980, *Verrerie de laboratoire — Éprouvettes graduées cylindriques.*

ISO 6353-1:1982, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 1: Méthodes générales d'essai.*

ISO 6353-2:1983, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série.*

ISO 6353-3:1987, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 3: Spécifications — Deuxième série.*

ISO 14898:1999, *Plastiques — Isocyanates aromatiques utilisés pour la production de polyuréthane — Détermination de l'acidité.*

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions suivants s'appliquent.

#### 3.1

##### **polyuréthane**

polymère obtenu par réaction d'un di- ou polyisocyanate organique avec des composés contenant au moins deux groupes hydroxyles

NOTE Les polyuréthanes peuvent être thermodurcissables, thermoplastiques, rigides, mous et souples, alvéolaires ou solides.

#### 3.2

##### **teneur du produit**

pourcentage en masse d'un isocyanate spécifique dans un échantillon

#### 3.3

##### **teneur en isocyanate**

##### **teneur en NCO**

pourcentage en masse de groupes NCO présents dans un échantillon

#### 3.4

##### **équivalent amine**

masse d'échantillon qui se combine avec une masse équivalente de 1,0 g de di-*n*-butylamine

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

### 4 Principe

#### 4.1 Méthode A

ISO 14896:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e5778f0d-7c0e-41aa-822d-3522ed4eb03e/iso-14896-2000>

Une prise d'essai d'isocyanate est mise à réagir avec un excès de di-*n*-butylamine dans du toluène pour former l'urée substituée correspondante. Après refroidissement jusqu'à la température ambiante, on ajoute de l'acétone comme co-solvant, puis on titre en retour le mélange réactionnel avec de l'acide chlorhydrique titré en solution aqueuse en utilisant une méthode de détermination potentiométrique ou colorimétrique du point d'équivalence.

#### 4.2 Méthode B

Une prise d'essai d'isocyanate est mise à réagir avec un excès de di-*n*-butylamine dans un solvant composé de toluène/trichlorobenzène pour former l'urée substituée correspondante. Après refroidissement jusqu'à la température ambiante, le mélange réactionnel est dilué avec du méthanol et titré en retour avec de l'acide chlorhydrique titré en solution méthanolique en utilisant une méthode de détermination potentiométrique ou colorimétrique du point d'équivalence.

### 5 Applicabilité

Ces méthodes d'essai peuvent être utilisées pour les besoins de la recherche ou des contrôles qualité, pour caractériser les isocyanates utilisés dans les produits à base de polyuréthanes.

### 6 Interférences

Le phosgène, le chlorure de carbamyle de l'isocyanate, l'acide chlorhydrique et tout autre composé acide ou basique interfèrent. Dans les isocyanates purifiés, ces impuretés sont généralement présentes dans de si faibles quantités qu'elles n'influent pas sur le dosage. Toutefois, étant donné que certains isocyanates, bruts ou modifiés, contiennent jusqu'à environ 0,3 % d'acides, il convient d'ajouter la mention «correction apportée» ou «aucune correction apportée pour l'acidité» à côté de la valeur consignée pour la teneur en NCO des isocyanates non purifiés.

## 7 Échantillonnage

Du fait que les isocyanates organiques réagissent avec l'humidité atmosphérique, il faut prendre des précautions particulières lors de l'échantillonnage (voir l'avertissement). Les méthodes habituelles d'échantillonnage (par exemple, échantillonnage en récipient ouvert au moyen d'une canne échantillonneuse), même lorsqu'elles sont conduites rapidement, peuvent provoquer la contamination de l'échantillon par les urées insolubles, c'est pourquoi il faut qu'à tout moment, l'échantillon soit recouvert d'un gaz sec et inerte (tel que de l'azote, de l'argon ou de l'air sec).

**AVERTISSEMENT — Les isocyanates organiques sont dangereux lorsqu'ils sont absorbés par la peau ou lorsque l'on inhale leurs vapeurs. Prévoir une ventilation adéquate et le port de gants de protection et de lunettes.**

## 8 Conditions d'essai

Du fait que les isocyanates réagissent avec l'humidité, maintenir l'atmosphère du laboratoire à un faible degré d'hygrométrie, avec une humidité relative inférieure à 50 %, de préférence.

## 9 Réactifs

Utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue au cours de tous les essais. Sauf indication contraire, tous les réactifs doivent être conformes aux exigences de l'ISO 6353-1, de l'ISO 6353-2 et de l'ISO 6353-3. Il est possible d'utiliser d'autres qualités à condition qu'il ait été préalablement déterminé que le réactif est de pureté suffisante pour pouvoir être utilisé sans nuire à la précision du dosage.

Sauf indication contraire, toute référence à l'eau doit être comprise en tant qu'eau de qualité 3 telle que définie dans l'ISO 3696.

iTeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

**9.1 Acétone** (pour la méthode A).

ISO 14896:2000

**9.2 Toluène**, séché sur un tamis moléculaire de type 4A.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e5778f0d-7c0e-41aa-822d-65929cd4ebc0/iso-14896-2000>

**9.3 Solution de di-*n*-butylamine**, à 1 mol/l (pour la méthode A).

Diluer 129 g de di-*n*-butylamine à 1 litre avec du toluène.

**9.4 Solution de di-*n*-butylamine**, à 2 mol/l (pour la méthode B).

Diluer 258 g de di-*n*-butylamine à 1 litre avec du toluène.

**9.5 Solution aqueuse d'acide chlorhydrique**, à 1 mol/l (pour la méthode A).

Préparer une solution aqueuse d'acide chlorhydrique à 1 mol/l et étalonner suffisamment souvent pour déceler des variations de 0,001 mol/l.

**9.6 Solution méthanolique d'acide chlorhydrique**, à 1 mol/l (pour la méthode B).

Préparer une solution méthanolique d'acide chlorhydrique à 1 mol/l et étalonner suffisamment souvent pour déceler des variations de 0,001 mol/l.

**NOTE** Pour obtenir des solutions homogènes, il est recommandé d'utiliser dans le présent mode opératoire de l'acide chlorhydrique en solution dans le méthanol. Il est également possible d'utiliser une solution aqueuse d'acide chlorhydrique, cependant certains titrages s'effectueront avec une certaine turbidité. Il est recommandé d'ajouter 200 ml à 250 ml de méthanol au produit après la réaction pour maintenir l'homogénéité. L'expérience montre que, si l'on agite les mélanges vigoureusement, l'absence d'homogénéité peut être tolérée sans influence néfaste sur les résultats.

**9.7 Solution d'indicateur au bleu de bromophénol**, pour le titrage colorimétrique: bleu de bromophénol sous forme de sel de sodium de qualité analytique en solution à 0,04 % dans l'eau, ou bleu de bromophénol en solution à 0,04 % dans l'acétone.

**9.8 Trichlorobenzène-1,2,4 (TCB)**, séché sur un tamis moléculaire de type 4A (pour la méthode B).

**9.9 Méthanol** (pour la méthode B).

## 10 Appareillage

**10.1 Appareil de titrage potentiométrique** ou **pH-mètre**, ayant une précision de 0,1 mV ou meilleur, équipé d'une paire d'électrodes ou d'une électrode en verre/calomel (remplie d'une solution de chlorure de lithium à 1 mol/l dans le méthanol ou toute autre solution équivalente), et d'une burette à piston de 20 ml de capacité.

**10.2 Seringues**, de 2 ml et 5 ml, et **seringues à large orifice** permettant de peser par différence les prépolymères visqueux à 1 mg près.

**10.3 Agitateur magnétique.**

**10.4 Balance analytique**, ayant une précision de 0,1 mg.

**10.5 Fiole à indice d'iode**, de 500 ml de capacité, à col en verre rodé (pour la méthode A).

**10.6 Fiole conique**, de 250 ml, à large ouverture (pour la méthode B).

**10.7 Pipettes volumétriques**, de 25 ml (pour la méthode A) et de 20 ml (pour la méthode B), conformes à l'ISO 4787.

**10.8 Pipettes graduées**, de 1 ml, conformes à l'ISO 648.

**10.9 Éprouvettes graduées**, de 250 ml (pour la méthode A) et de 100 ml (pour la méthode B), conformes à l'ISO 4788.

**10.10 Bêchers**, de 500 ml.

**10.11 Burette**, de 50 ml, pour le titrage colorimétrique, conforme à l'ISO 385-1.

## 11 Méthode A — Toluène/di-*n*-butylamine avec HCl en solution aqueuse

### 11.1 Mode opératoire

**11.1.1** Ajouter 25 ml de solution de di-*n*-butylamine à 1 mol/l (9.3) dans une fiole à indice d'iode (10.5) à l'aide d'une pipette volumétrique (10.7). Rincer les parois de la fiole avec 10 ml de toluène (9.2).

**11.1.2** Peser, à 0,1 mg près, une prise d'essai du produit à analyser en utilisant une seringue appropriée (10.2). L'échantillon utilisé pour l'analyse doit être complètement liquide; s'il contient des isocyanates cristallisés, il doit être chauffé avec précaution jusqu'à l'obtention d'une phase liquide homogène. Ajouter  $m_0$  grammes de produit à la solution de di-*n*-butylamine dans la fiole à indice d'iode.

La masse  $m_0$ , en grammes, de produit à analyser doit contenir  $(15 \pm 5)$  milliéquivalents isocyanate, ou, dans le cas du TDI, environ 1,5 g, ou, dans le cas du MDI, environ 2,5 g.

Lorsque l'équivalent isocyanate n'est pas connu, il convient d'effectuer un essai préalable pour déterminer l'importance de la prise d'essai appropriée à utiliser.

**11.1.3** Après dissolution complète, laisser réagir pendant 15 min à température ambiante. La réaction causant un échauffement de la solution, laisser celle-ci reposer jusqu'à ce qu'elle atteigne la température ambiante (5 min à 10 min de plus).

**11.1.4** Ajouter, à l'aide d'une éprouvette graduée (10.9), 150 ml d'acétone (9.1) en prenant soin de rincer les parois et le bouchon de la fiole.



11.1.5 Titrer l'excès de di-*n*-butylamine selon l'une des méthodes suivantes:

#### 11.1.5.1 Titration potentiométrique (recommandé)

Transvaser le contenu de la fiole à indice d'iode dans le bécher (10.10) en rinçant avec 25 ml d'acétone (9.1). Placer le bécher sur l'agitateur magnétique (10.3) et agiter son contenu.

Immerger les électrodes dans le mélange réactionnel et titrer avec l'acide chlorhydrique à 1 mol/l (9.5) en utilisant l'appareil de titrage potentiométrique (10.1) pour déterminer le point d'équivalence.

#### 11.1.5.2 Titration colorimétrique

Placer la fiole à indice d'iode sur l'agitateur magnétique et agiter le mélange réactionnel.

À l'aide d'une pipette graduée de 1 ml (10.8), ajouter 0,8 ml de solution de bleu de bromophénol (9.7).

À l'aide de la burette remplie de solution aqueuse d'acide chlorhydrique à 1 mol/l, titrer jusqu'à ce que l'indicateur vire du bleu au jaune et que la coloration demeure stable pendant 15 s. La solution vire du bleu au début du titrage au jaune au point d'équivalence, en passant par une couleur intermédiaire entre le vert et le bleu. C'est l'expérience qui permet de reconnaître le point d'équivalence; toutefois, des changements de couleur mieux définis peuvent être obtenus lorsqu'on effectue rapidement le titrage de la solution jusqu'à la première apparition de la couleur jaune. L'apparition de la couleur jaune se fait à quelques dizaines de millilitres du point d'équivalence.

11.1.6 Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions, mais en omettant la prise d'essai.

**iteh STANDARD PREVIEW**

## 11.2 Expression des résultats (standards.iteh.ai)

11.2.1 Calculer le pourcentage de NCO de la manière suivante:

$$\% \text{ NCO} = \frac{4,202 \times (V_1 - V_2) \times c}{m_0}$$

ISO 14896:2000  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e5778f0d-7c0e-41aa-822d-65929cd4ebc0/iso-14896-2000>

où

$V_1$  est le volume d'acide chlorhydrique nécessaire pour le titrage du blanc, en ml, à 0,01 ml près;

$V_2$  est le volume d'acide chlorhydrique nécessaire pour le titrage de la prise d'essai, en ml, à 0,01 ml près;

$c$  est la concentration de l'acide chlorhydrique, en mol/l;

$m_0$  est la masse de la prise d'essai, en g;

4,202 [= (42,02 × 100) / 1 000] est une constante combinant la masse équivalente de NCO (42,02 mg/meq), 1 000 convertissant les grammes en milligrammes et 100 convertissant le résultat en pourcentage.

11.2.2 L'équivalent amine peut être calculé de la manière suivante:

$$\text{Équivalent amine} = \frac{1\,000 \times m_0}{(V_1 - V_2) \times c}$$

11.2.3 Pour les isocyanates à base d'un seul isomère ou d'un mélange d'isomères (par exemple, TDI ou MDI «pur»), la teneur du produit, en pourcentage, peut être calculée de la manière suivante:

$$\text{Teneur du produit} = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times E}{1\,000 \times m_0} \times 100$$