
**Plastiques — Polyols pour la production du
polyuréthane — Dosage de l'eau**

*Plastics — Polyols for use in the production of polyurethane —
Determination of water content*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14897:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52867916-4c6f-43d3-9145-42d3f5b92672/iso-14897-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52867916-4c6f-43d3-9145-42d3f5b92672/iso-14897-2000>



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 14897:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52867916-4c6f-43d3-9145-42d3f5b92672/iso-14897-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52867916-4c6f-43d3-9145-42d3f5b92672/iso-14897-2000>

© 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 du 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
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Application	2
6 Interférences	2
7 Réactifs	3
8 Appareillage	3
9 Échantillonnage	4
10 Étalonnage du réactif	5
11 Mode opératoire	6
12 Expression des résultats	6
13 Fidélité et biais	7
14 Rapport d'essai	7

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52867916-4c6f-43d3-9145-42d3f5b92672/iso-14897-2000>

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 14897 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

À la date d'enregistrement de la présente norme, il n'existait aucune Norme internationale traitant spécifiquement de la teneur en eau des polyols en tant que matières premières des polyuréthanes. La présente Norme internationale est fondée sur l'ASTM D 4672-95, *Standard Test Methods for Polyurethane Raw materials — Determination of Water Content of Polyols*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52867916-4c6f-43d3-9145-42d3f5b92672/iso-14897-2000>

Plastiques — Polyols pour la production du polyuréthane — Dosage de l'eau

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les méthodes d'essai à utiliser pour déterminer la teneur en eau des polyols utilisés comme matières premières des polyuréthanes. La méthode d'essai A est une méthode ampérométrique manuelle qui a été incluse pour mieux définir les principes de mesurage selon la méthode de Karl Fischer. Les méthodes ampérométriques sont applicables à une grande variété de polyols dont ceux qui sont suffisamment colorés pour rendre impossible le dosage par détection visuelle. La méthode d'essai B est automatique et se compose d'une méthode ampérométrique ou d'une méthode coulométrique, cette dernière étant une méthode absolue qui ne nécessite pas d'étalonnage et présente une sensibilité supérieure à celle de la méthode ampérométrique.

2 Références normatives

ISO 14897:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52867916-4c6f-43d3-9145-42d3f5b92672/iso-14897-2000>

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

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*.

3 Termes et définitions

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

3.1

polyol

composé organique contenant au moins deux groupes hydroxyles pouvant réagir avec les isocyanates

3.2

polyuréthane

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

NOTE Les polyuréthanes (ou uréthanes, comme on les appelle parfois) peuvent être thermodurcissables, thermoplastiques, rigides, mous et souples, alvéolaires ou solides.

4 Principe

4.1 Les méthodes d'essai A et B sont basées sur un titrage ampérométrique ou coulométrique avec le réactif de Karl Fischer. Le dioxyde de soufre contenu dans le réactif réagit tout d'abord avec l'alcool pour former un ester qui est neutralisé par la base présente dans le réactif. L'anion de l'acide alkyle sulfureux est le composé réactif. Le titrage de l'eau présente se fait par oxydation du sulfite d'alkyle en sulfate d'alkyle par l'iode qui consomme l'eau. La réaction peut être formulée comme suit¹⁾:



4.2 Pour doser l'eau, le réactif de Karl Fischer [une solution d'iode, de dioxyde de soufre, d'éthylène glycol monométhyle éther ($\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$), et de pyridine ou d'un substitut de la pyridine] est ajouté à la prise d'essai en solution dans le méthanol ou tout autre alcool jusqu'à consommation complète de l'eau. Avec la méthode de titrage ampérométrique, cela est mis en évidence par un dispositif de mesurage du courant qui indique la dépolarisation d'une paire d'électrodes en platine. Avec les méthodes de titrage coulométriques, l'iode est produit par voie électrique ce qui permet d'éviter d'étalonner le réactif.

5 Application

ISO 14897:2000
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52867916-4c6f-43d3-9145-42d3f5b92672/iso-14897-2000>

Ces méthodes d'essai conviennent à la fois pour les contrôles qualité comme essai de spécification des produits et pour les besoins de la recherche. La teneur en eau des polyols est importante car l'eau réagit avec les isocyanates pour donner du dioxyde de carbone et une amine qui consomme un supplément d'isocyanate.

NOTE La description du système manuel est donnée ci-après essentiellement pour des besoins de référence et pour mieux définir les principes de la méthode de Karl Fischer. Les systèmes automatiques d'analyse titrimétrique selon la méthode de Karl Fischer, disponibles dans le commerce, du type décrit dans les méthodes d'essai B sont fréquemment utilisés. Des diagrammes et détails complémentaires sont donnés dans l'ISO 760:1978, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*.

6 Interférences

6.1 Les oxydes, hydroxydes et composés fortement basiques réagissent avec le réactif de Karl Fischer en produisant une quantité équivalente d'eau, d'où l'obtention de résultats faussement élevés. De ce fait, il convient de ne pas utiliser la présente méthode dans le cas de polyols bruts contenant du KOH ou tout autre produit fortement basique, à moins d'apporter les corrections nécessaires pour tenir compte de l'excès d'eau produite.

6.2 Les polyols à base d'amines peuvent décaler le pH du système de Karl Fischer dans la plage alcaline, ce qui engendre des résultats incorrects. Il est possible de remédier à ce problème en ajoutant de l'acide salicylique ou benzoïque en quantités plus que stœchiométriques avant de commencer le titrage. Il est recommandé d'effectuer des essais pour déterminer l'adéquation de ce mode opératoire pour le type de polyol considéré.

1) Scholz, Eugen: *Karl Fischer Titration*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 1984.

7 Réactifs

7.1 Pureté des réactifs

Au cours de tous les essais, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique. Sauf indication contraire, tous les réactifs doivent être conformes aux exigences de ISO 6353-1, ISO 6353-2 et 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 suffisamment élevée pour pouvoir être utilisé sans nuire à l'exactitude de la détermination.

7.2 Pureté de l'eau

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

7.3 Réactifs pour la méthode d'essai A (titrage manuel)

7.3.1 Réactif de Karl Fischer, équivalant à 2,5 mg à 3,5 mg d'eau/ml. Diluer le réactif de Karl Fischer stabilisé, disponible dans le commerce, (6 mg d'eau/ml) avec un volume égal d'éther monométhylrique de l'éthylène glycol anhydre (contenant moins de 0,1 % d'eau).

NOTE Des réactifs de Karl Fischer améliorés, exempts de pyridine, ont été mis au point et il est vivement recommandé de les utiliser à la place des anciens réactifs.

7.3.2 Solvant de titrage (méthanol anhydre): À moins que le méthanol ne soit extrêmement sec, il est nécessaire d'utiliser une grande quantité de réactif de Karl Fischer dilué pour obtenir une réaction avec l'eau résiduelle. Le solvant doit être séché en ajoutant dans un flacon de méthanol du réactif de Karl Fischer non dilué (6 mg d'eau/ml) jusqu'à une coloration brun-rouge persistante. Ajouter du méthanol jusqu'à ce que la solution vire au jaune pâle. Il convient qu'une prise de 100 ml de solvant traité nécessite de 1 ml à 10 ml de réactif de Karl Fischer dilué.

ISO 14897:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52867916-4c6f-43d3-9145-3f5b92672/iso-14897-2000>

7.4 Réactif pour la méthode d'essai B

7.4.1 Réactif de Karl Fischer: Des réactifs et systèmes de réactifs de divers types disponibles dans le commerce peuvent être utilisés avec des titrateurs automatiques pour le dosage de l'eau. Ces réactifs exempts de pyridine ont une meilleure stabilité et une odeur moins nauséabonde que le réactif de Karl Fischer classique. Les réactifs peuvent être achetés en solution toute prête sous forme de réactifs séparés ou de solution unique prête à l'emploi en différentes concentrations correspondant à des teneurs en eau variées. La solution unique prête à l'emploi contient tous les composés nécessaires à l'exécution d'un titrage de Karl Fischer en une seule solution. L'expression «réactif séparé» signifie qu'il s'agit de solutions distinctes de solvant et de titrant.

8 Appareillage

8.1 Appareillage utilisé dans le cadre de la méthode d'essai A (titrage manuel)

8.1.1 Vase de titrage, ayant une capacité d'environ 300 ml, tel qu'un bécher de forme haute et sans bec, doté d'un couvercle étanche pour protéger le mélange réactif de l'humidité atmosphérique. Le vase doit pouvoir également être muni d'une tubulure d'entrée pour l'azote, d'une burette de 10 ml, d'un agitateur (magnétique de préférence) et d'un orifice pouvant être momentanément ouvert pour ajouter l'échantillon et le solvant, ou pour retirer les électrodes. Il est pratique d'avoir une prise de vide de 1 l pour soutirer la solution titrée. Faire passer l'azote dans un tube à dessécher contenant du sulfate de calcium anhydre avant de l'introduire dans le vase de titrage.

8.1.2 Électrodes, en platine ayant une surface équivalente à deux fils du n° 26, de 4,76 mm de longueur. Les fils sont séparés l'un de l'autre d'une distance comprise entre 3 mm et 8 mm et seront introduits dans le vase de manière à être recouverts par 75 ml de solution.

8.1.3 Indicateur de dépolarisation, ayant une résistance interne inférieure à 5 000 Ω , permettant d'appliquer et d'afficher une tension comprise entre 20 mV et 50 mV entre les électrodes et d'indiquer une intensité comprise entre 10 μ A et 20 μ A par l'intermédiaire d'un galvanomètre ou d'un dispositif adapté.

8.1.4 Burette, pour le réactif de Karl Fischer, de 10 ml, graduée tous les 0,05 ml, et raccordée à une source de réactif par des raccords en verre ou polyéthylène (et non en caoutchouc). Plusieurs types de burettes automatiques peuvent être utilisés. Étant donné que le réactif se dégrade quand il est exposé à de l'air humide, tous les orifices doivent être protégés contre l'humidité atmosphérique par des tubes sécheurs appropriés contenant du sulfate de calcium anhydre. Il convient de lubrifier tous les robinets et joints au moyen d'un lubrifiant inerte.

8.1.5 Pipette à peser, d'environ 1 ml de capacité.

8.1.6 Seringues, ayant une capacité de 1 ml et 10 ml, permettant de peser et distribuer des échantillons liquides visqueux.

8.1.7 Balance analytique, permettant de peser avec une exactitude de 0,1 mg.

8.2 Appareillage utilisé dans le cadre de la méthode d'essai B (titrage automatique)

8.2.1 Système automatique d'analyse titrimétrique: Il existe dans le commerce plusieurs titrateurs automatiques ampérométriques ou coulométriques, qui permettent d'obtenir des résultats équivalant ou meilleurs que ceux obtenus avec la méthode manuelle décrite dans le cadre de la méthode d'essai A. Ces instruments sont composés d'une burette automatique, d'un vase de titrage étanche muni des électrodes appropriées, d'un circuit de distribution et d'un dispositif permettant de vider la solution après l'analyse. Ces systèmes automatiques présentent de nombreux avantages. En effet, la contamination par l'humidité atmosphérique peut être plus facilement contrôlée, l'étalonnage est simplifié et la phase de neutralisation préalable est automatique. L'analyse titrimétrique s'effectue rapidement et la consommation de réactif est faible. Les systèmes automatiques d'analyse titrimétrique les plus récents calculent, affichent ou impriment automatiquement la concentration en eau.

8.2.2 Seringues, ayant une capacité de 1 ml et 10 ml, permettant de peser et distribuer des échantillons liquides visqueux.

8.2.3 Balance analytique, permettant de peser avec une exactitude de 0,1 mg.

9 Échantillonnage

9.1 Il est essentiel d'éviter toute variation de la teneur en eau des produits pendant les opérations d'échantillonnage. De nombreux polyols sont plutôt hygroscopiques, ce qui peut entraîner des erreurs particulièrement significatives lors de la détermination de la teneur en eau présente, généralement faible. Il a été démontré que la teneur en eau des liquides hygroscopiques augmente même lorsque les analyses sont effectuées dans un laboratoire à air conditionné sans prise de précautions particulières pour exclure l'humidité atmosphérique. Il faut donc utiliser des récipients presque pleins et fermés hermétiquement, et limiter autant que possible les contacts de l'échantillon avec l'air lors du transfert de l'échantillon dans le vase de titrage. L'exactitude est considérablement augmentée quand on place la totalité de l'appareillage de titrage dans une enceinte purgée à l'azote (ou à l'air asséché). Éviter d'utiliser des récipients intermédiaires, si possible. Si un même échantillon doit être soumis à plusieurs analyses différentes, déterminer tout d'abord la teneur en eau et ne pas ouvrir le récipient qui contient l'échantillon avant d'effectuer l'analyse. Il faut, si possible, maintenir l'humidité ambiante dans le laboratoire à un niveau de préférence inférieur à 50 % d'humidité relative.

9.2 Il est commode d'effectuer l'échantillonnage au moyen d'une seringue tarée (8.2.2). Le matériau est aspiré dans la seringue, pesé et introduit dans le vase de titrage par l'orifice d'échantillonnage. La seringue est de nouveau pesée dans le but d'obtenir par soustraction la masse de la prise d'essai.

Tableau 1 — Prise d'essai recommandée pour le titrage manuel (méthode A)

Teneur en eau %	Prise d'essai
Inférieure à 0,5	Masse comprenant environ 25 mg d'eau ^a
Supérieure à 0,5	5 g

^a Il convient que la masse ne dépasse pas 30 g.

Tableau 2 — Prise d'essai recommandée pour le titrage ampérométrique ^a (méthode B)

Teneur en eau présumée %	Prise d'essai suggérée g
Inférieure à 0,5	5 à 10
0,5 à 1,0	1
Supérieure à 1,0	0,5

^a Pour une concentration en titrant équivalant à 5 mg H₂O par ml.

iTech STANDARD PREVIEW

Tableau 3 — Prise d'essai recommandée pour le titrage coulométrique (méthode B)

Teneur en eau présumée %)	Prise d'essai suggérée g
Inférieure à 0,1	5
0,1 à 0,5	1
0,5 à 1,0	0,1

NOTE Les valeurs indiquées dans les Tableaux 2 et 3 ne sont données qu'à titre de recommandations générales. La conception d'un instrument spécifique peut nécessiter une autre taille de la prise d'essai. Consulter la notice du fabricant pour les tailles de la prise d'essai recommandées à utiliser.

10 Étalonnage du réactif

10.1 Étalonnage du réactif pour la méthode d'essai A (titrage manuel)

Étalonner le réactif de Karl Fischer (7.3.1) quotidiennement en utilisant les mêmes méthodes que celles mises en œuvre pour effectuer l'analyse titrimétrique de l'échantillon.

Ajouter 100 ml de solvant de titrage (7.3.2) dans le vase de titrage (8.1.1) et titrer l'humidité résiduelle conformément à la description donnée dans l'article 11. Immédiatement ajouter au solvant titré 1 goutte d'eau au moyen de la pipette à peser (8.1.5). Peser la pipette avec une exactitude de $\pm 0,1$ mg. Effectuer le titrage avec le réactif de Karl Fischer selon la description donnée dans l'article 11.

10.2 Étalonnage du réactif pour la méthode d'essai B (titrage ampérométrique automatique ou titrage coulométrique automatique)

Étant donné que les différents systèmes automatiques d'analyse titrimétrique utilisent des méthodes d'étalonnage différentes, consulter la notice d'emploi du système utilisé. L'eau est un étalon primaire excellent. En outre, il existe