NORME INTERNATIONALE

ISO 14898

Première édition
1999-10-15

Plastiques — Isocyanates aromatiques utilisés pour la production de polyuréthanne — Détermination de l'acidité

Plastics — Aromatic isocyanates for use in the production of polyurethane — Determination of acidity

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14898:1999
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7f1cefd-df4e-4efe-8594-55e37ba75fe8/iso-14898-1999

Numéro de référence
ISO 14898:1999(F)

Sommaire

1 Domaine d'application 1

2 Références normatives 1

3 Termes et définitions 2

4 Principe 2

5 Application 2

6 Interférences 2

7 Conditions d'essai 3

8 Réactifs 3

9 Appareillage 3

10 Méthode A: isocyanates aromatiques ayant une acidité modérée à élevée (> 100 µg/g) 4

11 Méthode B: isocyanates aromatiques ayant une acidité peu élevée (< 100 µg/g) 5

Bibliographie 8

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 14898:1999
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7f1cefd-df4e-4efe-8594-55e37ba75fe8/iso-14898-1999

© ISO 1999

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 iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

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.

La Norme internationale ISO 14898 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14898:1999
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7f1cefd-df4e-4efe-8594-55e37ba75fe8/iso-14898-1999

Introduction

Aucune Norme internationale n'a encore été publiée au sujet de la détermination de l'acidité des isocyanates polymères et de leurs prépolymères. La méthode A de la présente Norme internationale est utilisée pour déterminer les niveaux d'acidité modérés à élevés (> 100 µg/g) dans les isocyanates aromatiques. Cette méthode a pour base l'ASTM D 4876 et les travaux connexes menés par le Polyurethane Raw Materials Analysis Committee of the Society of the Plastics Industry aux USA. La méthode B de la présente Norme internationale s'inspire de l'ASTM D 5629 et s'applique à la détermination de l'acidité restreinte (< 100 µg/g) des isocyanates aromatiques et de leurs prépolymères.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 14898:1999
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7f1cefd-df4e-4efe-8594-55e37ba75fe8/iso-14898-1999

Plastiques — Isocyanates aromatiques utilisés pour la production de polyuréthanne — Détermination de l'acidité

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 avec la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 14898:1999
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/071fcc1d-d1fe-4cfe-a594-35e576af5b8b/iso-14898-1999

La présente Norme internationale spécifie des méthodes de mesurage de l'acidité des isocyanates aromatiques et de leurs prépolymères utilisés comme matières premières pour polyuréthanne. La méthode A consiste en un titrage direct sans blanc, applicable avant tout aux produits dérivés du méthylène-bis-(4-phénylisocyanate) brut ou modifié, des polyméthylènes polyphénylisocyanates et du toluylène-diisocyanate caractérisés par des niveaux d'acidité modérée à élevée (> 100 µg/g). La méthode B, qui, en revanche, utilise un blanc, s'applique aux isocyanates purifiés, bruts ou modifiés dérivés du méthylène-bis-(4-phénylisocyanate), du polyméthylène polyphénylisocyanate et du toluylène-diisocyanate caractérisés par de faibles niveaux d'acidité (< 100 µg/g). Ces méthodes peuvent également être utilisées avec des mélanges d'isomères de toluylène-diisocyanate, de méthylène-bis-(4-phényl-isocyanate), et de polyméthylène polyphénylisocyanate. D'autres isocyanates aromatiques peuvent être analysés selon cette méthode si l'on prend soin de vérifier son adéquation.

2 Références normatives

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 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.*

3 Termes et définitions

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

3.1
polyuréthanne
uréthanne
polymère obtenu par réaction d'un di- ou polyisocyanate organique avec des composés contenant au moins deux groupes hydroxyles

3.2
acidité
quantité d'acide d'un échantillon, exprimée en microgrammes de HCl par gramme d'échantillon

4 Principe

4.1 Méthode A: Une prise d'essai d'isocyanate est mise à réagir avec un excès de méthanol dans un co-solvant pour former l'uréthanne correspondant. L'acide provenant de la prise d'essai est libéré dans le solvant au cours de la formation de l'uréthanne. L'acide est alors titré par une méthode potentiométrique avec une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium et la valeur de l'acidité est calculée à partir du titre.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 14898:1999
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7fcaf81-d61c-4a5b-8504-55e27ba75fe8/iso-14898-1999

4.2 Méthode B: Une prise d'essai d'isocyanate est mise à réagir avec un excès de *n*-propanol acidifié dans un co-solvant. L'acide additionnel du à la prise d'essai est libéré dans le solvant au cours de la formation de l'uréthanne. L'acide est alors titré par une méthode potentiométrique avec une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium. Le même mode opératoire est employé sur la solution à blanc et la différence des titrages est utilisée pour calculer l'acidité de l'échantillon d'isocyanate.

5 Application

Ces méthodes d'essai peuvent être utilisées pour les besoins de la recherche ou des contrôles qualité, afin de caractériser les isocyanates et les prépolymères utilisés lors de la préparation des produits à base de polyuréthannes.

6 Interférences

Ces méthodes d'essai ont été mises au point pour déterminer les composés acides facilement libérables dans les conditions réactionnelles relativement douces, utilisées lors de la réaction initiale avec un alcool. Cette acidité est principalement attribuable au chlorure d'hydrogène. Un échauffement ou un temps de réaction excessif peut amener d'autres composés contenant du chlore à réagir et à libérer du HCl, ce qui donne des résultats anormalement élevés. Bien que la présence de composés alcalins dans un isocyanate soit peu probable, il faut noter que ceux-ci interféreraient dans le dosage. Des produits acides ou basiques, introduits par inadvertance par le biais de réactifs ou d'appareils contaminés, peuvent interférer sur le dosage.

7 Conditions d'essai

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

8 Réactifs

Utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue au cours de tous les essais. Sauf indication contraire, tous les réactifs doivent être conformes aux spécifications de l'ISO 6353, parties 1, 2 et 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 de la détermination.

Sauf indication contraire, toute référence à l'eau doit être comprise en tant qu'eau de qualité 2 telle que définie dans l'ISO 3696:1987.

8.1 Hydroxyde de potassium, solution méthanolique à 0,02 mol/l (1,12 g de KOH/1 000 ml de méthanol), pour la méthode A, étalonnée avec de l'hydrogénophtalate de potassium (KHP).

8.2 Hydroxyde de potassium, solution méthanolique à 0,01 mol/l (0,56 g de KOH/1 000 ml de méthanol), pour la méthode B, étalonnée avec de l'hydrogénophtalate de potassium (KHP).

8.3 Toluène, pour la méthode A et la méthode B, séché sur tamis moléculaire type 4A.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8.4 1,2,4-Trichlorobenzène (TCB), pour la méthode A et la méthode B, séché sur tamis moléculaire type 4A.

8.5 Méthanol, anhydre.

ISO 14898:1999
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7f1cefd-df4e-4efe-8594-
33e37ba79ab8/iso-14898-1999

8.6 Tétrahydrofuranne, pour la méthode A et la méthode B.

8.7 *n*-Propanol, acidifié, pour la méthode B

Acidifier avec 120 µl d'acide chlorhydrique concentré par flacon de 4 litres.

8.8 Éthanol, anhydre.

Il peut remplacer le méthanol (8.5) ou le *n*-propanol (8.7). Il est possible d'utiliser de l'éthanol dénaturé s'il a été démontré que la formulation utilisée n'influe pas sur les résultats de l'essai.

9 Appareillage

9.1 Appareil de titrage potentiométrique, ayant une précision de 0,1 mV au minimum, équipé d'une paire d'électrodes appropriées ou d'une électrode combinée verre/calomel (voir 9.2 et 9.3) et d'un agitateur magnétique.

9.2 Électrode de référence, au calomel, à double jonction, dont les deux compartiments contiennent une solution de LiCl/éthanol.

9.3 Électrode de pH, en verre.

9.4 Balance analytique, ayant une précision de 1 mg ou meilleure.

9.5 Agitateur magnétique.

9.6 Pipette volumétrique réglable, ou **pipettes à un trait** de 20 ml et 100 ml de capacité respective, conformes aux exigences de l'ISO 648.

9.7 Béchers, de 250 ml de capacité.

9.8 Éprouvettes graduées, de 50 ml et 100 ml de capacité respective, conformes aux exigences de l'ISO 4788.

9.9 Pipette à peser, ou tout autre dispositif approprié permettant de peser un échantillon liquide par différence à 1 mg près.

10 Méthode A: isocyanates aromatiques ayant une acidité modérée à élevée (> 100 µg/g)

10.1 Mode opératoire

10.1.1 Peser, à 1 mg près, environ 10 g d'échantillon dans chacun des deux béchers de 250 ml (9.7) après nettoyage et séchage.

10.1.2 Ajouter 50 ml de toluène (8.3) dans chaque bécher et agiter au moyen de l'agitateur magnétique (9.5) pour dissoudre l'échantillon.

NOTE Si la prise d'essai ne se dissout pas facilement, le toluène peut être remplacé par du TCB (8.4). Si la présente méthode est utilisée avec des prépolymères, le tétrahydrofuranne (8.6) peut remplacer le toluène pour faciliter la dissolution. Avec les échantillons de toluylène-diisocyanate (TDI) purifiés, le toluène n'est pas nécessaire et peut être omis, et la prise d'essai peut alors être ajoutée directement au méthanol anhydre à l'étape décrite en 10.1.3.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

10.1.3 Ajouter 100 ml de méthanol anhydre (8.5) dans chaque bécher (voir 8.8 pour l'utilisation d'autres solvants).

10.1.4 Couvrir avec un verre de montre et agiter pendant 20 min.

ISO 14898:1999
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7f1cefd-df4e-4efe-8594-55e37ba75fe8/iso-14898-1999

10.1.5 Utiliser l'appareil de titrage (9.1) pour titrer chaque prise d'essai avec la solution méthanolique de KOH à 0,02 mol/l (8.1) jusqu'au point d'équivalence compris entre un pH apparent de 4 et de 9.

10.2 Expression des résultats

Calculer l'acidité, en µg de HCl/g d'échantillon, comme suit:

$$\text{Acidité (µg/g)} = \frac{V\,c\,F}{m}$$

où

V est le volume de solution de KOH nécessaire pour la prise d'essai, en ml;

c est la concentration de la solution de KOH, en mol/l;

F est égal à 36 455 [= 36,455 (masse molaire de HCl)] × [1 000 (facteur de conversion des mg/g en µg/g)];

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

10.3 Fidélité et biais

10.3.1 Généralités

Pour juger de l'acceptabilité des résultats obtenus, il faut se fonder sur les critères suivants:

NOTE Les données relatives à la fidélité reposent sur des études effectuées par le Polyurethane Raw Materials Committee (PURMAC) of the Society of the Plastics Industry selon le protocole de l'ASTM E 691 (voir la bibliographie). Des copies du rapport de recherche peuvent être obtenues auprès du siège de la SPI (1801 K Street NW, Washington, DC 20006, USA).

10.3.2 Répétabilité (pour un seul analyste)

Il faut considérer comme suspects des résultats dupliqués obtenus le même jour par le même analyste sur le même équipement, s'ils diffèrent les uns des autres de plus de 5 µg de HCl/g d'échantillon (niveau de confiance à 95 %).

10.3.3 Reproductibilité (interlaboratoire)

Il faut considérer comme différents des résultats correspondant chacun à la moyenne des résultats dupliqués obtenus avec un matériau d'essai identique dans des laboratoires distincts, s'ils diffèrent les uns des autres de plus de 21 µg de HCl/g d'échantillon (niveau de confiance à 95 %).

10.3.4 Biais

Le biais est la différence entre les résultats d'essai attendus et une valeur de référence admise. Il n'existe aucune norme reconnue permettant d'estimer le biais de la présente méthode d'essai.

10.4 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

a) une référence à la présente Norme internationale;

b) tous les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon analysé (tels que le fabricant, le type de produit, le numéro du lot ou du cahier de fabrication, la date de fabrication, selon les besoins);

c) la méthode utilisée (c'est-à-dire A ou B);

d) les résultats obtenus, consignés sous forme de moyenne des résultats dupliqués et exprimés en µg de HCl/g d'échantillon, à 1 µg près;

e) tout phénomène inhabituel ou détail non prévu dans la présente Norme internationale, susceptible d'avoir eu une répercussion sur les résultats;

f) la date de l'analyse.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 14898:1999
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7f1cefd-df4e-4efe-8594-55e37ba75fe8/iso-14898-1999

11 Méthode B: isocyanates aromatiques ayant une acidité peu élevée (< 100 µg/g)

11.1 Mode opératoire

11.1.1 Étalonner les électrodes avec des solutions tampons aqueuses de pH 4 et pH 7.

11.1.2 Effectuer des déterminations à blanc conjointement avec chaque série de prises d'essai. Préparer des blancs de la même manière qu'une prise d'essai mais en omettant l'échantillon. Toutes les prises d'essai et les blancs doivent être préparés en double.

11.1.3 Peser, à 1 mg près, environ 20 g d'échantillon dans un bécher de 250 ml (9.7).

11.1.4 Ajouter 50 ml de toluène (8.3).

NOTE Si l'échantillon ne se dissout pas facilement, le toluène peut être remplacé par du TCB (8.4) ou du tétrahydrofuranne (8.6). Avec les échantillons de toluylène-diisocyanate (TDI) purifiés, le toluène n'est pas nécessaire et peut être omis, et la prise d'essai peut alors être ajoutée directement à l'alcool à l'étape décrite en 11.1.5.

11.1.5 Introduire 100 ml de *n*-propanol acidifié (8.7) dans la solution à l'aide d'une pipette (9.6) (voir 8.8 pour l'utilisation d'autres solvants).

Avec le TDI purifié, lorsque le toluène est omis, ajouter 20 ml supplémentaires de *n*-propanol acidifié (8.7).