
**Plastiques — Polyols pour la production du
polyuréthane — Détermination de l'indice
d'hydroxyle**

*Plastics — Polyols for use in the production of polyurethane —
Determination of hydroxyl number*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14900:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e89b62-5fe0-4394-962c-42ccbc729594/iso-14900-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e89b62-5fe0-4394-962c-42ccbc729594/iso-14900-2001>



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 14900:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e89b62-5fe0-4394-962c-42ccbc729594/iso-14900-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e89b62-5fe0-4394-962c-42ccbc729594/iso-14900-2001>

© ISO 2001

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
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Interférences	2
6 Réactifs	2
7 Appareillage	4
8 Méthode d'essai A — Acétylation	4
9 Méthode B — Phtalation	8
Bibliographie.....	12

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14900:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e89b62-5fe0-4394-962c-42ccbc729594/iso-14900-2001>

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 14900 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14900:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e89b62-5fe0-4394-962c-42ccbc729594/iso-14900-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e89b62-5fe0-4394-962c-42ccbc729594/iso-14900-2001>

Introduction

Des Normes internationales relatives à la détermination de l'indice d'hydroxyle des résines de polyesters non saturés (ISO 2554), des agents de surface non ioniques (ISO 4326, ISO 4327), des liants pour peintures et vernis (ISO 4629) et des polyglycols à usage industriel (ISO 6796) ont été publiées. Les deux méthodes décrites dans le présent document sont des versions améliorées des méthodes catalysées par l'imidazole spécifiquement mises au point pour déterminer l'indice d'hydroxyle de nombreux types de polyols, y compris ceux utilisés dans la fabrication des polyuréthanes. La méthode A est particulièrement adaptée à la détermination de l'indice d'hydroxyle des polyéthers polyols susceptibles d'être stériquement encombrés, ou qui sont difficiles à déterminer par phtalation. La méthode B est une méthode générale basée sur la phtalation et est applicable à une grande variété de types de polyols. Ces deux méthodes sont similaires à celles décrites dans la norme ASTM D 4274.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 14900:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e89b62-5fe0-4394-962c-42ccbc729594/iso-14900-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e89b62-5fe0-4394-962c-42ccbc729594/iso-14900-2001>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14900:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e89b62-5fe0-4394-962c-42ccbc729594/iso-14900-2001>

Plastiques — Polyols pour la production du polyuréthane — Détermination de l'indice d'hydroxyle

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Elle n'a pas pour but d'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

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de mesure de l'indice d'hydroxyle des polyols utilisés comme matières premières pour le polyuréthane. Il est nécessaire de connaître l'indice d'hydroxyle des polyols pour établir convenablement la formule de préparation des polyuréthanes. La méthode A est avant tout applicable aux polyéthers polyols facilement estérifiés. Elle est également recommandée pour les polyols stériquement très encombrés tels que ceux basés sur les sucres. L'emploi de la méthode B est recommandé dans le cas des polyéthers polyols, des polymères polyols et des polyols amines, mais il se peut que cette méthode donne des résultats sous-évalués avec les polyols stériquement encombrés. D'autres polyols peuvent être analysés selon ces méthodes à condition de veiller à en contrôler l'applicabilité. Ces méthodes sont utilisables pour la recherche, les contrôles qualité et les essais de spécification.

ISO 14900:2001

2 Références normatives

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e89b62-5fe0-4394-962c-42ccbc729594/iso-14900-2001>

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

ISO 835-1:1983, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées — Partie 1: Spécifications générales.*

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

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

polyuréthane uréthane

polymère préparé en faisant réagir un di- ou un polyisocyanate organique avec des composés contenant au moins deux groupes hydroxyles

3.2

indice d'hydroxyle

nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium équivalant à la teneur en hydroxyle de 1 g de prise d'essai

4 Principe

4.1 Méthode A: Une prise d'essai est portée à reflux dans une solution d'anhydride acétique dans la pyridine pour acétyler les groupes hydroxyles présents; la réaction est catalysée par l'imidazole. Le réactif en excès est hydrolysé par l'eau et l'acide acétique qui en résulte est titré avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium. La teneur en hydroxyle est calculée à partir de la différence de titrage entre la solution de la prise d'essai et le blanc.

AVERTISSEMENT — L'anhydride acétique et la pyridine sont toxiques et inflammables. De plus, l'anhydride acétique est corrosif. Prendre les précautions appropriées pour manipuler ces réactifs.

4.2 Méthode B: Les groupes hydroxyles sont estérifiés en portant une prise d'essai à reflux avec une solution d'anhydride phtalique dans la pyridine; la réaction est catalysée par l'imidazole. L'anhydride en excès est hydrolysé par l'eau et l'acide phtalique formé est titré avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium. L'indice d'hydroxyle est calculée à partir de la différence de titrage entre la solution de la prise d'essai et le blanc.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e89b62-5fe0-4394-962c-42ccbc729594/iso-14900-2001>

5 Interférences

5.1 L'excès d'eau interfère en détruisant partiellement le réactif d'estérification. Si l'échantillon contient plus de 0,2 % d'eau, le sécher avec un réactif qui n'augmentera pas son acidité ou sa basicité.

5.2 Les amines primaires et secondaires ainsi que les acides gras à longue chaîne réagissent avec le réactif pour former des composés stables qui seront également dosés.

6 Réactifs

Les produits chimiques utilisés pour tous les essais doivent être des réactifs à usage analytique. Sauf indication contraire, tous les réactifs doivent être conformes aux spécifications de l'ISO 6353-1, l'ISO 6353-2 et l'ISO 6353-3. Il est possible d'utiliser d'autres qualités à condition d'avoir préalablement déterminé que le réactif a une pureté suffisamment élevée pour pouvoir être utilisé sans diminuer l'exactitude de la détermination.

Sauf indication contraire, les références à l'eau sous-entendent qu'il s'agit d'eau de qualité 2 telle que définie dans l'ISO 3696:1987.

6.1 Réactif d'acétylation (pour la méthode A).

Mélanger 127 ml d'anhydride acétique avec 1 000 ml de pyridine sèche (6.7). Ajouter 16 g d'imidazole (6.3) et bien agiter pour dissoudre. Préparer le réactif chaque jour et le conserver dans un flacon opaque. Ne pas l'utiliser s'il est plus sombre que jaune pâle.

NOTE Certains laboratoires ont constaté la formation de solides sombres et résineux lorsque le mélange de pyridine et de réactif d'estérification est chauffé. Si tel est le cas, le fait de préparer le réactif d'acétylation en ajoutant 0,4 % d'eau dans la

pyridine (6.8) permet de résoudre le problème. Cependant il faut veiller à ce que la quantité de réactif présent soit suffisante pour compléter quantitativement la réaction. Voir aussi 8.1.2.

AVERTISSEMENT — L'anhydride acétique et la pyridine sont des substances irritantes pour les yeux, la peau et les voies respiratoires. Éviter tout contact corporel avec ces réactifs et les utiliser uniquement dans une zone bien ventilée.

6.2 Réactif de phtalation (pour la méthode B).

Peser 116 g d'anhydride phtalique dans un flacon brun de 1 l. Ajouter 700 ml de pyridine (6.7) et agiter vigoureusement jusqu'à dissolution. Ajouter 16 g d'imidazole et bien agiter pour dissoudre. Laisser reposer le réactif pendant une nuit avant de l'utiliser. Éviter toute exposition prolongée du réactif à l'humidité de l'air. Mettre au rebut les réactifs qui se colorent. Dans le titrage à blanc décrit dans le mode opératoire de la méthode d'essai B, exactement 25 ml de réactif doivent consommer entre 95 ml et 100 ml d'hydroxyde de sodium à 0,500 mol/l.

6.3 Imidazole, réactif de qualité analytique ou équivalente.

6.4 Acide chlorhydrique, solution titrée à 0,1 mol/l.

Le préparer et déterminer sa concentration à quatre chiffres significatifs conformément aux bonnes pratiques, en utilisant de l'hydrogénophthalate de potassium (6.6) comme étalon primaire. Déterminer et enregistrer la température à laquelle le titrage a été effectué. La concentration de la solution doit être corrigée en fonction de la température à laquelle la détermination a été réalisée selon la description donnée en 6.9. Cette solution n'est nécessaire que si une correction doit être appliquée en raison de la présence d'une base forte dans l'échantillon à analyser.

6.5 Phénolphthaléine, indicateur en solution, 10 g/l.

Préparer une solution de 1 g de phénolphthaléine dans 100 ml de pyridine (6.7).

6.6 Hydrogénophthalate de potassium.

ISO 14900:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e89b62-5fe0-4394-962c-42ccbc729594/iso-14900-2001>

Utiliser un étalon primaire certifié.

6.7 Pyridine, à usage analytique contenant moins de 0,1 % d'eau.

Si une purification est requise, distiller en présence d'anhydride phtalique en mettant au rebut la fraction qui bout à moins de 114 °C à 115 °C.

6.8 Pyridine, contenant de 0,30 % à 0,45 % d'eau (utilisée dans les cas particuliers: voir la note en 6.1).

Déterminer la teneur en eau de la pyridine conformément à l'ISO 760. Ajouter la quantité d'eau requise. Le volume d'eau nécessaire à ajouter par litre de pyridine peut se calculer comme indiqué ci-après:

$$\text{Eau à ajouter, en ml} = 4,0 - 9A$$

où A est le pourcentage d'eau dans la pyridine.

6.9 Hydroxyde de sodium, solution titrée à 0,5 mol/l.

Le préparer et déterminer sa concentration à quatre chiffres significatifs conformément aux bonnes pratiques. Déterminer et enregistrer la température à laquelle le titrage a été effectué. Le facteur de dilatation thermique de cette solution est de 0,000 14. Pour calculer la teneur en hydroxyle, la concentration de la solution doit être corrigée en fonction de la température à laquelle la détermination a été réalisée, comme indiqué ci-après:

$$c_{\theta_2} = c_{\theta_1} + F(\theta_1 - \theta_2)$$

où

c_{θ_1} est la concentration de la solution lors du titrage, en mol/l;

c_{θ_2} est la concentration pendant l'analyse des échantillons, en mol/l;

θ_1 est la température de la solution lors du titrage, en °C;

θ_2 est la température de la solution au cours de l'analyse des échantillons, en °C;

F est le facteur de correction en raison de la dilatation thermique de la solution.

7 Appareillage

7.1 Appareillage de titrage potentiométrique ou pH-mètre, ayant une exactitude d'au moins 0,1 mV, équipé d'une paire d'électrodes ou d'une électrode combinée verre/calomel, et d'une burette à piston de 100 ml de capacité ou à remplissages automatiques multiples.

7.2 Seringues, de 2 ml, 5 ml et 10 ml, à orifice adapté à la manipulation des polyols visqueux.

7.3 Agitateur magnétique.

7.4 Balance analytique, ayant une précision de 0,1 mg.

7.5 Pipette volumétrique, de 20 ml, conforme à l'ISO 648.

7.6 Pipette de mesure, de 1 ml, conforme à l'ISO 835-1.

7.7 Éprouvette graduée, de 100 ml, conforme à l'ISO 4787.

7.8 Béchers, de 250 ml et 500 ml.

7.9 Burette (pour titrage colorimétrique), de 100 ml de capacité totale, avec une plage graduée totale de 50 ml et des graduations tous les 0,1 ml, conforme à l'ISO 385-1. Si l'on ne dispose pas d'une burette de 100 ml, les 50 premiers millilitres de solution titrante peuvent être ajoutés à la pipette, et le titrage peut être terminé avec une burette de 50 ml.

7.10 Fioles coniques, de 300 ml, à col rodé 24/40.

7.11 Réfrigérant droit, de West, de 400 mm, à pointe d'égouttage, à embout rodé 24/40 avec refroidissement s'étendant jusqu'à l'embout.

7.12 Bain d'huile, maintenu à $115\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

8 Méthode d'essai A — Acétylation

8.1 Mode opératoire

8.1.1 Si l'échantillon ne contient pas une quantité notable d'eau, déterminer la masse de la prise d'essai d'après l'une des équations suivantes:

$$\text{Masse de la prise d'essai, en g} = \frac{561 \times 0,98}{\text{Indice d'hydroxyle approximatif}}$$

ou

$$\text{Masse de la prise d'essai, en g} = \frac{0,0098 \times M_r}{n}$$

où

M_r est la masse moléculaire relative du composé hydroxylé;

n est le nombre de groupes hydroxyles présents dans la molécule.

NOTE Dans chaque cas, la prise d'essai est calculée en supposant un maximum de 9,8 meq d'hydroxyle.

Étant donné que la masse de la prise d'essai obtenue par calcul est voisine du maximum permis par la présente méthode, il faut rester proche de la masse indiquée.

Si l'échantillon contient une quantité notable d'eau, la masse de la prise d'essai doit être ajustée pour tenir compte de cette interférence. Dans ce cas, déterminer la masse de la prise d'essai d'après l'une des équations suivantes:

$$\text{Masse de la prise d'essai, en g} = \frac{0,1701 \times 0,98}{0,0094R + [0,01S \times (n \times 17,01) / M_r]}$$

ou

$$\text{Masse de la prise d'essai, en g} = \frac{550}{\text{Indice d'hydroxyle approximatif} + (31,2 \times R)}$$

où

R est la fraction massique d'eau dans l'échantillon, en %;

S est la pureté de l'échantillon, en %;

M_r est la masse moléculaire relative du composé hydroxylé;

n est le nombre de groupes hydroxyles présents dans la molécule.

La fidélité et l'exactitude peuvent être diminuées en raison de la présence de quantités notables d'eau du fait de la diminution requise de la taille de la prise d'essai.

8.1.2 Après en avoir calculé la taille appropriée, peser la prise d'essai dans une fiole conique sèche et propre (7.10).

8.1.3 À l'aide d'une pipette, introduire 25,0 ml de réactif d'acétylation (6.1) dans chaque fiole (7.10) utilisée pour le dosage de la prise d'essai et du blanc, en utilisant un temps d'écoulement uniforme pour toutes les parties aliquotes. Si nécessaire, agiter la fiole pour dissoudre la prise d'essai. Raccorder chaque fiole au réfrigérant (7.11) (si l'atmosphère environnante est humide, raccorder le réfrigérant à un piège desséchant contenant du chlorure de calcium de 2-mesh avec indicateur), en scellant le joint avec 1 ou 2 gouttes de pyridine, et les déposer sur une plaque chauffante. Chauffer à la température de reflux pendant 30 min en réglant la température de façon à ce que les vapeurs se condensent doucement au voisinage du bas du réfrigérant. Prendre note que, dans le cas de certains types de polyols, une plus longue durée de reflux peut s'avérer nécessaire. S'assurer que le temps utilisé est suffisant pour que l'indice d'hydroxyle atteigne une valeur constante.

8.1.4 Au terme de la durée de reflux, laisser refroidir la fiole, puis rincer le réfrigérant avec 25 ml d'eau. Retirer le réfrigérant et rincer à l'eau le joint du réfrigérant et le col de la fiole en recueillant les eaux de rinçage dans la fiole.