

CONSTITUANTS POUR MATERIAUX ALVEOLAIRES EN POLYURETHANNE - INDICE D'HYDROXYLE

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

AVANT-PROPOS

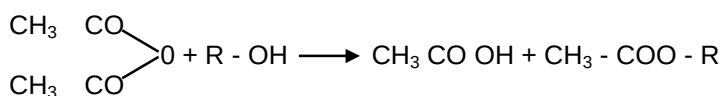
Le présent document est en conformité technique avec la méthode d'essai RNUR n° 1247.
Il ne devra pas être modifié sans l'accord de la RNUR.

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

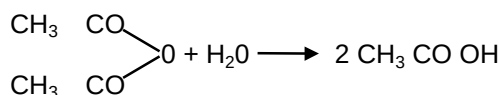
La présente méthode a pour objet de définir les conditions de détermination de l'indice d'hydroxyle dans les polyols et polyéthers renfermant des fonctions OH libres.

2.PRINCIPE

Les hydroxyles sont acétylés par un excès d'anhydride acétique en présence de pyridine comme catalyseur. Après réaction, l'anhydride acétique en excès est hydrolysé. La totalité de l'acide acétique présent est dosée par la soude en solution aqueuse.



en excès



L'indice d'hydroxyle est le nombre de milligrammes de potasse équivalent aux hydroxyles contenus dans 1 g d'échantillon.

3. APPAREILLAGE ET PRODUITS UTILISES

- Bain d'huile dont la température est réglée à $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ (ce bain doit permettre le chauffage d'au moins 4 ballons de 250 ml).
- Ballons de 250 ml à fond plat et à long col (10 à 12 cm) et rodage n° 3.
- Réfrigérants à boules avec rodage n° 3 (de longueur voisine de 50 cm).
- Agitateur magnétique.
- Burette de 10 ml au 1/50 de ml.
- Pipettes de précision de 10 et 50 ml.
- Balance de précision.
- Epruvettes graduées.
- Mélange A doit être préparé fraîchement pour chaque série de mesures. Il se compose de :
3 volumes d'anhydride acétique pur)
) mesurés à l'aide d'une éprouvette graduée
7 volumes de pyridine technique)
- Soude aqueuse normale de titre exactement connu t.
- Phénolphthaléine en solution à 1 % dans la pyridine.
- Eau permutée bouillie.
- Glace.
- Joints en téflon pour rodage n° 3.

4.MODE OPERATOIRE

4.1 Dans un ballon de 250 ml à col rodé, peser avec précision M grammes de matière. Cette masse M est fonction de l'indice d'hydroxyle présumé

$$\text{On doit avoir } M = \frac{56,1 \cdot 8}{I_{\text{OH}} \text{ présumé}}$$

Par exemple :

Pour un polyol de masse moléculaire voisine de 1000 et possédant 2 fonctions alcool, la prise d'essai doit être de 4 g.

Nota : La quantité limitée de solvant utilisé interdit d'employer des prises d'essai supérieures à 8 g.

4.2 Ajouter à l'aide de la pipette de précision 10 ml de mélange A. Agiter avec précaution pour dissoudre.

4.3 Placer le ballon muni du réfrigérant à eau, dans le bain préalablement chauffé à 120 °C (afin d'assurer une bonne étanchéité, interposer un joint en téflon entre le rodage du ballon et celui du réfrigérant).

4.4 Maintenir à 120 °C pendant 1 heure en agitant 2 à 3 fois pour homogénéiser, car il n'y a pas ébullition.

4.5 Refroidir énergiquement dans un bain de glace.

4.6 Ajouter par le haut du réfrigérant 25 ml de pyridine technique, attendre environ 5 minutes.

4.7 Dans un bécher de 100 ml, disposer 50 ml d'eau permutée bouillie et refroidie à la température de 5 °C environ, en verser alors la moitié par le haut du réfrigérant.

4.8 Attendre 5 à 10 minutes (car il y a échauffement notable au moment de l'hydrolyse de l'anhydride).

4.9 Démonter alors le réfrigérant et utiliser le reste de l'eau froide pour rincer soigneusement le rodage.

Nota : Pendant les opérations des paragraphes 4.6, 4.7, 4.8 et 4.9, il est nécessaire de maintenir le ballon dans le bain de glace.

4.10 Retirer le ballon du bain de glace et ajouter avec la pipette de précision, 50 ml de soude normale, puis 10 gouttes de phénolphthaléine.

4.11 Placer le ballon sur l'agitateur magnétique, terminer le titrage avec la soude normale à l'aide de la burette de 10 ml, jusqu'à virage au rose.

Soit X en ml le volume de soude versé à la burette. Le volume total de soude normale consommé est :

$$V_1 = (50 + X) \text{ ml}$$

4.12 Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions, soit V le volume total de soude normale utilisé pour neutraliser l'anhydride acétique. Chaque essai doit être effectué en double.