

CONSTITUANTS POUR RESINES POLYURETHANNES - DOSAGE DES FONCTIONS ISOCYANATES

Page 1/4

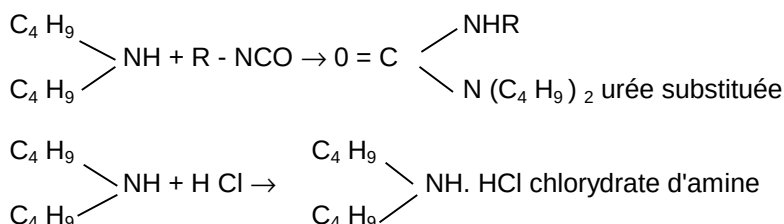
SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description des modes opératoires permettant le dosage des groupements isocyanates dans les isocyanates monomères tels que le toluène diisocyanate ou dans les produits de condensation de ces isocyanates tels que les "prépolymères" utilisés pour la fabrication des polyuréthannes. Si le dosage est effectué en milieu clair, utiliser le mode opératoire A. Dans le cas contraire, utiliser le mode opératoire B (titration potentiométrique).

2.PRINCIPE

La fonction isocyanate réagit avec la dibutylamine pour former l'urée. L'excès d'amine est dosé par de l'acide chlorhydrique titré.



3.APPAREILLAGE ET PRODUITS UTILISES

- Erlenmeyers de 350 ml.
- Verres de montre.
- Agitateurs magnétiques.
- Burette de 25 ml au 1/20 de ml.
- Pipette de précision de 20 ml.
- Epruvettes graduées de 25 et 100 ml.
- Balance de précision.
- Toluène pur et sec.
- Alcool isopropylique pur.
- Solution 2 N de dibutylamine pure dans le toluène pur et sec (258 g/l).
- Vert de bromocrésol en solution aqueuse à 0,1 % (mode opératoire A).
- Acide chlorhydrique de titre connu t voisin de la normalité (mode opératoire A).
- Acide chlorhydrique normal dans l'isopropanol. Cette solution titrée est obtenue immédiatement avant l'emploi à partir d'isopropanol pur et d'HCl (pour analyse) fumant (d = 1,19) (mode opératoire B).
- pH-mètre (mode opératoire B).
- Electrode de verre (mode opératoire B).
- Electrode KCl (mode opératoire B).

4. MODES OPERATOIRES

4.1. MODE OPERATOIRE A

- Dans un erlenmeyer de 350 ml propre et sec, fermé par un verre de montre, peser avec précision m gramme de matière (m voisin de 1 g s'il s'agit de toluène diisocyanate pur).
- Ajouter environ 25 ml de toluène pur.
- Agiter à l'aide d'un agitateur magnétique jusqu'à dissolution totale de l'échantillon.
- Introduire à l'aide d'une pipette de précision 20 ml de solution de dibutylamine.
- Agiter pendant 15 à 20 minutes pour favoriser la réaction.
- Porter à 100 °C pendant 4 minutes à l'aide d'un bain thermostaté.
- Laisser refroidir ; ajouter 100 ml d'alcool isopropylique pur et 8 à 10 gouttes de vert de bromocrésol.
- Titrer avec l'acide chlorhydrique normal en agitant jusqu'à virage au jaune de l'indicateur coloré.
- Soit V_1 le volume en millilitre d'acide chlorhydrique normal utilisé.
- D'autre part, effectuer dans les mêmes conditions un essai à blanc, soit V le volume en millilitre d'acide chlorhydrique normal nécessaire pour neutraliser la dibutylamine.

4.2. MODE OPERATOIRE B

L'importance de la prise d'essai, la quantité de dibutylamine à utiliser étant fonction de la teneur du produit en groupement isocyanate, il est nécessaire, en règle générale, de les déterminer par un essai préliminaire. A titre indicatif, si le produit est du type prépolymère chargé, on peut utiliser les quantités suivantes de réactifs :

Toluène pur 50 ml.

Dibutylamine (2 N) 5 ml.

Prise d'essai de l'ordre de 5 g.

- Suivre le mode opératoire A aux quantités de réactif près jusqu'à la fin de la réaction avec la dibutylamine.
- Ajouter 60 ml d'isopropanol et 10 ml d'eau distillée.
- Titrer avec la solution HCl/isopropanol normale et suivre les variations du pH au moyen d'un pH-mètre équipé d'électrodes de verre et au KCl.
- Soit V_1 le volume en millilitre d'HCl utilisé jusqu'au point équivalent.
- Effectuer dans les mêmes conditions un essai à blanc, soit V le volume en millilitre d'acide chlorhydrique normal nécessaire à la neutralisation de la dibutylamine.

Détermination du titre de la solution HCl/isopropanol : dosage direct de la solution d'acide chlorhydrique par la soude 1 N avec l'indicateur coloré phtaléine du phénol.