

CONSTITUANTS POUR MATERIAUX ALVEOLAIRES EN POLY URETHANNE - SEPARATION DES POLYOLS EN MELANGE A VEC DES AMINES

Page 1/5

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

AVANT-PROPOS

Le présent document est en conformité technique avec la méthode d'essai RNUR n° 1292.
Il ne devra pas être modifié sans l'accord de la RNUR.

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La méthode a pour objet de décrire le procédé à utiliser pour isoler des polyols d'un mélange avec des amines primaires, secondaires ou tertiaires aromatiques ou aliphatiques. En particulier, la méthode est applicable pour séparer les polyols en mélange avec une diamine primaire aromatique. Les polyols ainsi séparés peuvent ensuite être caractérisés selon les méthodes habituelles (détermination de l'indice d'hydroxyle par exemple).

2.PRINCIPE

Les fonctions amines présentent un caractère basique et, de ce fait, sont retenues par des résines échangeuses de cations possédant des groupements de type R - SO₃ H.

3.REACTIFS

3.1.RESINE ECHANGEUSE DE CATIONS

DOWEX 50 W X 12 (Touzart et Matignon).

- Granulométrie 100 - 200 mesh.
- Capacité théorique à l'état humidifié 2,3 millimoles/ml de résine.

3.2.MELANGE ELUANT

constitué de 75 % d'alcool éthylique à 95 et 25 % d'eau distillée (% en volume).

3.3.ALCOOL ETHYLIQUE

absolu pur (teneur en eau voisine de 0,2 %).

3.4.EAU DISTILLEE

3.5.BENZENE PUR CRISTALLISABLE

3.6.REACTIFS

permettant de déceler la présence de traces de diamine primaire aromatique, par exemple pour les amines primaires aromatiques :

3.6.1 Réactif de diazotation obtenu en mélangeant :

- 10 ml de nitrite de tertiobutyle,
- 1 ml d'acide acétique,
- 50 ml de butanol normal.

3.6.2 Réactif de copulation (BRATTON-MARSHALL) réalisé en agitant pendant 10 minutes une solution renfermant :

- 0,1 g de chlorhydrate de naphtyléthylène diamine,
- 95 ml d'alcool butylique normal,

puis en ajoutant à cette solution

5 ml d'acide chlorhydrique 2 E.

Ces deux réactifs (3.6.1) et (3.6.2) doivent être conservés à l'abri de la lumière et au frais.

3.7.METHANOL PUR

pour analyses.

3.8.ACIDE CHLORHYDRIQUE CONCENTRE

pour analyses.

4.APPAREILLAGE

- Trébuchet Mettler au dixième de gramme.
- Erlenmeyers de 200 ml bouchés émeri.
- Secoueuse de laboratoire (par exemple type JOUAN AVI).
- Micropipette de 5 l.
- Eprouvettes graduées de 100 ml.
- Plaque à godets.
- Entonnoir en verre avec coton de verre.
- Dispositif permettant l'élimination de l'eau et de l'alcool contenu dans le polyol, par exemple :
 - évaporateur rotatif (BUCHI),
 - ou appareil à distiller avec ballon de 250 ml et étuve à vide pouvant être réglée à $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PREPARATION DE LA RESINE ECHANGEUSE D'IONS DOWEX 50 W X 12

- Faire gonfler dans un erlenmeyer pendant 2 heures ou plus, à température ambiante, une masse déterminée de résine DOWEX dans une masse égale d'eau distillée.
- Eliminer l'eau surnageante par simple écoulement.
- Rincer la résine gonflée avec la même quantité d'eau distillée que celle utilisée pour le gonflement puis l'éliminer de la même façon.
- Ensuite, maintenir la résine en contact avec un peu d'eau distillée jusqu'à ce qu'elle soit utilisée.

5.2.DESCRPTION DE L'ESSAI

5.2.1.DETERMINATION DES PROPOSITIONS RELATIVES DE RESINE ECHANGEUSE D'IONS ET D'AMINE A RETENIR

Soit : M la masse moléculaire de l'amine et n le nombre de fonctions amines par molécule.

V le volume en millilitre de résine DOWEX 50 W X 12 humide à utiliser pour retenir 1 g d'amine est calculé à l'aide de la formule :

$$V = \frac{5n}{0,0023 M}$$

Notons que cette quantité représente 5 fois la capacité théorique de la résine DOWEX 50 W X 12.

5.2.2.EXTRACTIONS DES AMINES

- Dans un erlenmeyer de 200 ml à col rodé, introduire une masse déterminée m grammes du mélange. Cette masse est fonction de la teneur en amine et de la quantité de polyols que l'on veut isoler ; elle est généralement comprise entre 10 et 20 g. Sachant que ce mélange renferme x % en masse d'amine, le volume en ml de résine échangeuse d'ions humide à utiliser sera :

$$V' = \frac{m \cdot V}{100}$$

- Ajouter alors dans l'erlenmeyer un volume de mélange éluant (3.2) correspondant au volume V' de la résine DOWEX humide calculé ci-dessus.
- Homogénéiser par agitation.