

Plastiques

Matières premières des polyuréthannes

Détermination de la teneur en isocyanate

Norme Marocaine homologuée

Par décision du Directeur de l'Institut Marocain de Normalisation N° B.O N° , publiée au

Cette norme annule et remplace la norme NM ISO 14896 homologuée en 2004.

Correspondance

La présente norme est une reprise intégrale de la norme ISO 14896 : 2009.

Droits d'auteur ⚠

Droit 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 accord formel. Ce document est à usage exclusif et non collectif des clients de l'IMANOR, Toute mise en réseau, reproduction et rediffusion, sous quelque forme que ce soit, même partielle, sont strictement interdites.

Avant-Propos National

L'Institut Marocain de Normalisation (IMANOR) est l'Organisme National de Normalisation. Il a été créé par la Loi N° 12-06 relative à la normalisation, à la certification et à l'accréditation sous forme d'un Etablissement Public sous tutelle du Ministère chargé de l'Industrie et du Commerce.

Les normes marocaines sont élaborées et homologuées conformément aux dispositions de la Loi N° 12-06 susmentionnée.

La présente norme marocaine NM ISO 14896 a été examinée et adoptée par la Commission de Normalisation des des Matières plastiques (1).

projet de norme marocaine

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
4.1 Méthode A	2
4.2 Méthode B	2
5 Applicabilité	2
6 Interférences	2
7 Échantillonnage	3
8 Conditions d'essai	3
9 Réactifs	3
10 Appareillage	4
11 Méthode A — Toluène/dibutylamine avec HCl en solution aqueuse	4
11.1 Mode opératoire	4
11.2 Expression des résultats	5
11.3 Fidélité et biais	6
11.4 Rapport d'essai	7
12 Méthode B — Toluène/TCB/DBA avec HCl en solution méthanolique	7
12.1 Mode opératoire	7
12.2 Expression des résultats	8
12.3 Fidélité et biais	9
12.4 Rapport d'essai	10

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document 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.

L'ISO 14896 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 14896:2006), dont elle constitue une révision mineure ayant pour objet principal de combiner la norme avec son amendement (ISO 14896:2006/Amd.1:2007), ce qui ajoute un nouveau paragraphe (12.1.8).

Plastiques — Matières premières des polyuréthannes — Détermination de la teneur en isocyanate

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'est pas censé 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 aux exigences de la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes pour la détermination de la teneur en isocyanate des isocyanates aromatiques utilisés comme matières premières pour polyuréthannes. La méthode A est principalement applicable au toluylène-diisocyanate (TDI) et au méthylène-bis-(4-phénylisocyanate) (MDI) purifiés et à leurs prépolymères. La méthode B est applicable aux isocyanates purifiés, bruts ou modifiés dérivés du toluylène-diisocyanate, du méthylène-bis-(4-phénylisocyanate) et du polyméthylène polyphénylisocyanate. Cette méthode peut également être utilisée avec les mélanges d'isomères de toluylène-diisocyanate, de méthylène-bis-(4-phénylisocyanate) et de polyméthylène polyphénylisocyanate. D'autres isocyanates aromatiques peuvent être analysés selon cette méthode si l'on prend soin de vérifier son adéquation. La présente méthode n'est pas applicable aux isocyanates séquencés.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 385, *Verrerie de laboratoire — Burettes*

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

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

ISO 4787, *Verrerie de laboratoire — Verrerie volumétrique — Méthodes d'utilisation et de vérification de la capacité*

ISO 4788, *Verrerie de laboratoire — Éprouvettes graduées cylindriques*

ISO 6353-1, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 1: Méthodes générales d'essai*

ISO 6353-2, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série*

ISO 6353-3, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 3: Spécifications — Deuxième série*

ISO 14898:1999, *Plastiques — Isocyanates aromatiques utilisés pour la production de polyuréthane — Détermination de l'acidité*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

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

NOTE Les polyuréthanes peuvent être thermodurcissables, thermoplastiques, rigides, mous et souples, alvéolaires ou solides.

3.2 teneur du produit
pourcentage en masse d'un isocyanate spécifique dans un échantillon

**3.3 teneur en isocyanate
teneur en NCO**
pourcentage en masse de groupes NCO présents dans un échantillon

3.4 équivalent amine
masse d'échantillon qui se combine avec un équivalent-gramme de dibutylamine

4 Principe

4.1 Méthode A

L'échantillon d'isocyanate est mis à réagir avec un excès de dibutylamine dans du toluène pour former l'urée substituée correspondante. Après refroidissement à température ambiante, on ajoute de l'acétone comme co-solvant, puis on titre en retour le mélange réactionnel avec de l'acide chlorhydrique titré en solution aqueuse en utilisant une méthode de détermination potentiométrique ou colorimétrique du point d'équivalence.

4.2 Méthode B

Un échantillon d'isocyanate est mis à réagir avec un excès de dibutylamine dans un solvant composé de toluène/trichlorobenzène pour former l'urée substituée correspondante. Après refroidissement à température ambiante, le mélange réactionnel est dilué avec du méthanol et titré en retour avec de l'acide chlorhydrique titré en solution méthanolique en utilisant une méthode de détermination potentiométrique ou colorimétrique. Voir aussi 12.1.8.

5 Applicabilité

Ces méthodes d'essai peuvent être utilisées pour les besoins de la recherche ou des contrôles qualité pour caractériser les isocyanates utilisés dans les produits à base de polyuréthanes.

6 Interférences

Le phosgène, le chlorure de carbamyle de l'isocyanate, l'acide chlorhydrique et tout autre composé acide ou basique interfèrent. Dans les isocyanates purifiés, ces impuretés sont généralement présentes dans de si faibles quantités qu'elles n'influencent pas sur le dosage. Toutefois, étant donné que certains isocyanates, bruts ou modifiés, peuvent contenir jusqu'à environ 0,3 % d'acides, il convient d'ajouter la mention «correction apportée» ou «aucune correction apportée» pour l'acidité à côté de la valeur consignée pour la teneur en NCO des isocyanates non purifiés.

7 Échantillonnage

Du fait que les isocyanates organiques réagissent avec l'humidité atmosphérique, il faut prendre des précautions particulières lors de l'échantillonnage (voir l'avertissement). Les méthodes habituelles d'échantillonnage (par exemple échantillonnage en récipient ouvert au moyen d'une canne échantillonneuse), même lorsqu'elles sont conduites rapidement, peuvent provoquer la contamination de l'échantillon par les urées insolubles, c'est pourquoi il faut qu'à tout moment l'échantillon soit recouvert d'un gaz sec et inerte (tel que de l'azote, de l'argon ou de l'air sec).

AVERTISSEMENT — Les isocyanates organiques sont dangereux lorsqu'ils sont absorbés par la peau ou lorsque l'on inhale leurs vapeurs. Prévoir une ventilation adéquate et le port de gants de protection et de lunettes.

8 Conditions d'essai

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

9 Réactifs

Utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue au cours de tous les essais. Sauf indication contraire, tous les réactifs doivent être conformes aux exigences de l'ISO 6353-1, de l'ISO 6353-2 et de l'ISO 6353-3. 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 du dosage. Sauf indication contraire, toute référence à l'eau doit être comprise en tant qu'eau de qualité 3 telle que définie dans l'ISO 3696.

9.1 Acétone (pour la méthode A).

9.2 Toluène, séché sur un tamis moléculaire de type 4A.

9.3 Solution de di-*n*-butylamine, à 1 mol/l (pour la méthode A).

Diluer 129 g de di-*n*-butylamine à 1 l avec du toluène.

9.4 Solution de di-*n*-butylamine, à 2 mol/l (pour la méthode B).

Diluer 258 g de di-*n*-butylamine à 1 l avec du toluène.

9.5 Solution aqueuse d'acide chlorhydrique, à 1 mol/l (pour la méthode A).

Préparer une solution aqueuse d'acide chlorhydrique à 1 mol/l et étalonner suffisamment souvent pour déceler des variations de 0,001 mol/l.

9.6 Solution méthanolique d'acide chlorhydrique, à 1 mol/l (pour la méthode B).

Préparer une solution méthanolique d'acide chlorhydrique à 1 mol/l et étalonner suffisamment souvent pour déceler des variations de 0,001 mol/l.

NOTE Pour obtenir des solutions homogènes, il est recommandé d'utiliser dans le présent mode opératoire de l'acide chlorhydrique en solution dans le méthanol. Il est également possible d'utiliser une solution aqueuse d'acide chlorhydrique, cependant certains titrages s'effectueront avec une certaine turbidité. Il est recommandé d'ajouter 200 ml à 250 ml de méthanol au produit après la réaction pour maintenir l'homogénéité. L'expérience montre que, si l'on agite les mélanges vigoureusement, l'absence d'homogénéité peut être tolérée sans influence néfaste sur les résultats.

9.7 Solution d'indicateur au bleu de bromophénol, pour le titrage colorimétrique: bleu de bromophénol sous forme de sel de sodium de qualité analytique en solution à 0,04 % dans l'eau, ou bleu de bromophénol en solution à 0,04 % dans l'acétone.

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

9.9 Méthanol (méthode B).

10 Appareillage

10.1 Appareil de titrage potentiométrique ou pH-mètre, ayant une précision de 0,1 mV ou plus, équipé d'une paire d'électrodes ou d'une électrode en verre/calomel (remplie d'une solution de chlorure de lithium à 1 mol/l dans le méthanol ou toute autre solution équivalente), et d'une burette à piston de 20 ml de capacité.

10.2 Seringues, de 2 ml et 5 ml, et **seringues à large orifice** permettant de peser par différence les prépolymères visqueux à 1 mg près.

10.3 Agitateur magnétique.

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

10.5 Fiole à indice d'iode, de 500 ml, à col en verre rodé (pour la méthode A).

10.6 Fiole conique, de 250 ml, à large ouverture (pour la méthode B).

10.7 Pipettes volumétriques, de 25 ml (pour la méthode A) et de 20 ml (pour la méthode B), conformes à l'ISO 4787.

10.8 Pipettes graduées, de 1 ml, conformes à l'ISO 648.

10.9 Éprouvettes graduées, de 250 ml (pour la méthode A) et de 100 ml (pour la méthode B), conformes à l'ISO 4788.

10.10 Bécher, de 500 ml.

10.11 Burette, de 50 ml, pour le titrage colorimétrique, conforme à l'ISO 385.

11 Méthode A — Toluène/dibutylamine avec HCl en solution aqueuse

11.1 Mode opératoire

11.1.1 Ajouter 25 ml de solution de dibutylamine à 1 mol/l (9.3) dans une fiole à indice d'iode (10.5) à l'aide d'une pipette volumétrique (10.7). Rincer les parois de la fiole avec 10 ml de toluène (9.2).

11.1.2 Peser, à 0,1 mg près, un échantillon du produit à analyser en utilisant une seringue appropriée (10.2). L'échantillon utilisé pour l'analyse doit être complètement liquide; s'il contient des isocyanates cristallisés, il doit être chauffé avec précaution jusqu'à l'obtention d'une phase liquide homogène. Ajouter m_0 grammes de produit à la solution de dibutylamine dans la fiole à indice d'iode.

La masse (m_0), en grammes, de produit à analyser doit contenir (15 ± 5) milliéquivalents d'isocyanate, ou, dans le cas du TDI, environ 1,5 g, ou, dans le cas du MDI, environ 2,5 g.

Lorsque l'équivalent isocyanate n'est pas connu, il convient d'effectuer un essai préalable pour déterminer la taille d'échantillon appropriée à utiliser.

11.1.3 Après dissolution complète, laisser réagir pendant 15 min à température ambiante. La réaction causant un échauffement de la solution, laisser celle-ci reposer jusqu'à ce qu'elle atteigne la température ambiante (5 min à 10 min de plus).

11.1.4 Ajouter, à l'aide d'une éprouvette graduée (10.9), 150 ml d'acétone (9.1) en prenant soin de rincer les parois et le bouchon de la fiole.

11.1.5 Titrer l'excès de dibutylamine à l'aide de l'un des deux modes opératoires suivants.

11.1.5.1 Titration potentiométrique (recommandé)

Transvaser le contenu de la fiole à indice d'iode dans le bécher (10.10) en rinçant avec 25 ml d'acétone (9.1). Placer le bécher sur l'agitateur magnétique (10.3) et agiter son contenu.

Immerger les électrodes dans le mélange réactionnel et titrer avec la solution aqueuse d'acide chlorhydrique à 1 mol/l (9.5) en utilisant l'appareil de titrage potentiométrique (10.1) pour déterminer le point d'équivalence.

11.1.5.2 Titration colorimétrique

Placer la fiole à indice d'iode sur l'agitateur magnétique et agiter le mélange réactionnel.

À l'aide d'une pipette graduée de 1 ml (10.8), ajouter 0,8 ml de solution de bleu de bromophénol (9.7).

À l'aide de la burette remplie de solution aqueuse d'acide chlorhydrique à 1 mol/l, titrer jusqu'à ce que l'indicateur vire du bleu au jaune et que la coloration demeure stable pendant 15 s. La solution vire du bleu au début du titrage au jaune au point d'équivalence, en passant par une couleur intermédiaire entre le vert et le bleu. C'est l'expérience qui permet de reconnaître le point d'équivalence; toutefois, des changements de couleur mieux définis peuvent être obtenus lorsqu'on effectue rapidement le titrage de la solution jusqu'à la première apparition de la couleur jaune. L'apparition de la couleur jaune se fait à quelques dizaines de millilitres du point d'équivalence.

11.1.6 Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions, mais en omettant la prise d'essai.

11.2 Expression des résultats

11.2.1 Calculer le pourcentage de NCO de la manière suivante:

$$\% \text{ NCO} = \frac{4,202 \times (V_1 - V_2) \times c}{m_0}$$

où

V_1 est le volume d'acide chlorhydrique nécessaire pour le titrage du blanc, en ml, à 0,01 ml près;

V_2 est le volume d'acide chlorhydrique nécessaire pour le titrage de la prise d'essai, en ml, à 0,01 ml près;

c est la concentration de l'acide chlorhydrique, en mol/l;

m_0 est la masse de la prise d'essai, en g;

4,202 est une constante combinant la masse équivalente de NCO (42,02 mg/mequiv), conversion de g en mg, et conversion à 100 %.

11.2.2 L'équivalent amine peut être calculé de la manière suivante:

$$\text{Équivalent amine} = \frac{1000 \times m_0}{(V_1 - V_2) \times c}$$

11.2.3 Pour les isocyanates à base d'un seul isomère ou d'un mélange d'isomères (par exemple TDI ou MDI «pur»), la teneur du produit, en pourcentage, peut être calculée de la manière suivante:

$$\text{Teneur} = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times E}{1000 \times m_0} \times 100$$

où

- V_1 est le volume d'acide chlorhydrique nécessaire pour le titrage du blanc, en ml, à 0,01 ml près;
- V_2 est le volume d'acide chlorhydrique nécessaire pour le titrage de la prise d'essai, en ml, à 0,01 ml près;
- c est la concentration de l'acide chlorhydrique, en mol/l;
- m_0 est la masse de la prise d'essai, en g;
- E est la masse équivalente d'isocyanate, en mg/mequiv (pour le TDI pur: 87,08 mg/mequiv, pour le MDI pur: 125,13 mg/mequiv);
- 1 000 est le facteur de conversion des g en mg;
- 100 est le facteur de conversion en pourcentage.

11.2.4 Le nombre d'équivalents par kilogramme (equiv/kg) peut être calculé de la manière suivante:

$$\text{equiv/kg} = \frac{(V_1 - V_2) \times c}{m_0}$$

où V_1 , V_2 , c et m_0 ont les mêmes significations qu'en 11.2.3.

11.2.5 Les quantités d'impuretés acides généralement présentes dans les isocyanates purifiés sont si faibles qu'elles n'influent pas sur le dosage. Par conséquent, il n'est en principe pas nécessaire de procéder à une correction d'acidité.

11.3 Fidélité et biais

11.3.1 Fidélité (pour le TDI purifié)¹⁾

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

a) Répétabilité (un seul analyste)

On ne doit considérer comme suspects des résultats dupliqués obtenus par le même analyste utilisant le même jour le même appareillage suivant la méthode colorimétrique, que s'ils diffèrent les uns des autres de plus de 0,4 % en valeur relative (niveau de confiance à 95 %), ou de plus de 0,2 % en valeur relative (niveau de confiance à 95 %) au moyen d'un appareil de titrage potentiométrique automatique.

b) Reproductibilité (interlaboratoires)

On ne doit considérer comme différents des résultats correspondant chacun à la moyenne des résultats dupliqués obtenus sur du matériau d'essai identique dans des laboratoires distincts, que s'ils diffèrent les uns des autres de plus de 0,8 % en valeur relative (niveau de confiance à 95 %).

11.3.2 Biais

Le biais est la différence entre les résultats d'essai présumés et une valeur de référence acceptée. Le biais de la présente méthode d'essai n'a pas encore été déterminé.

1) Informations complémentaires disponibles auprès du Polyurethane Raw Materials Analysis Committee (PURMAC) de l'American Plastics Council.

11.4 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification du produit 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) méthode de titrage utilisée, en cas d'utilisation d'un appareil de titrage automatique autre que potentiométrique;
- d) résultats obtenus, y compris les unités dans lesquelles sont exprimés les résultats;
- e) tout phénomène ou détail non stipulé dans la présente Norme internationale, susceptible d'avoir eu une répercussion sur les résultats;
- f) date de l'analyse.

12 Méthode B — Toluène/TCB/DBA avec HCl en solution méthanolique

12.1 Mode opératoire

12.1.1 Introduire 25 ml de TCB (9.8) dans une fiole conique de 250 ml à large ouverture (10.6) ayant préalablement été rincée successivement à l'eau, à l'alcool et à l'acétone de haute pureté, puis séchée à 100 °C et refroidie. À l'aide d'une pipette, ajouter 20 ml de solution de dibutylamine (9.4) dans la fiole. Mélanger le contenu en l'agitant.

12.1.2 Transvaser dans la fiole la quantité approximative d'échantillon requis, pesée à 0,001 g près. La quantité approximative d'échantillon requis, en g, est calculée à l'aide de l'équation suivante:

$$\text{Quantité d'échantillon} = \frac{84}{\% \text{ NCO escompté}}$$

Pour le TDI, cela correspond à environ 1,8 g; pour le MDI, cela correspond à environ 2,5 g.

12.1.3 Couvrir la fiole et agiter son contenu jusqu'à l'obtention d'une solution homogène. Le mélange réactionnel s'échauffe jusqu'à environ 40 °C.

12.1.4 Laisser reposer le mélange réactionnel jusqu'à ce qu'il atteigne la température ambiante (20 min à 25 min), puis ajouter 100 ml de méthanol (9.9).

12.1.5 Titrer potentiométriquement avec l'acide chlorhydrique en solution méthanolique à 1 mol/l (9.6) jusqu'au point d'équivalence qui apparaît au voisinage d'un pH apparent de 4,0.

12.1.6 Effectuer un essai à blanc en procédant exactement comme décrit ci-dessus, mais en omettant la prise d'essai. Titrer potentiométriquement avec l'acide chlorhydrique en solution méthanolique à 1 mol/l jusqu'au point d'équivalence qui apparaît au voisinage d'un pH apparent de 4,0.

12.1.7 Si l'on ne dispose pas d'appareil de titrage potentiométrique, il est possible d'effectuer le titrage en utilisant une burette classique de 50 ml (10.11) et l'indicateur au bleu de bromophénol, comme suit:

À l'aide d'une pipette graduée de 1,0 ml (10.8), ajouter 0,8 ml de solution de bleu de bromophénol (9.7) à chaque solution à titrer.

Titrer la solution à blanc et la solution pour essai jusqu'à la première apparition d'une couleur jaune stable qui persiste pendant 15 s. La solution vire du bleu au début du titrage au jaune au point d'équivalence, en passant par une couleur intermédiaire entre le bleu et le vert. C'est l'expérience qui permet de reconnaître le point d'équivalence; toutefois, des changements de couleur mieux définis peuvent être obtenus lorsqu'on titre l'acide rapidement dans la solution jusqu'à la première apparition de la couleur jaune. L'apparition de la couleur jaune se fait à quelques dizaines de millilitres du point d'équivalence.

12.1.8 Les variations de mode opératoire suivantes sont permises:

En général, tout autre solvant aprotique sec peut être utilisé, à la place du TCB, comme solvant pour l'amine qui réagit avec le groupe isocyanate pour former l'urée de substitution correspondante. Par exemple, le toluène, le xylène, le monochlorobenzène, le dichlorobenzène, le diméthylformamide et la *N*-méthylpyrrolidone ont tous été utilisés avec succès comme solvants. Si l'échantillon contient déjà un ou plusieurs de ces solvants en quantité importante, l'addition de solvants peut être omise.

En outre, la cyclohexylamine a été utilisée avec succès, à la place de la dibutylamine, comme amine.

À la place d'une solution méthanolique d'acide chlorhydrique, de l'acide chlorhydrique dans des solvants comme le butanol, le 2-propanol, l'eau et l'acétone a été utilisé avec succès.

Si la teneur prévue en NCO de l'échantillon est faible et que seule une quantité limitée d'échantillon est disponible, rendant impossible l'augmentation de la taille de l'échantillon, la concentration de la solution de HCl et de dibutylamine peut être ajustée en conséquence. Ces faibles teneurs en NCO peuvent être rencontrées dans des solutions d'isocyanates ou d'isocyanates préalablement réagis. Ainsi, 0,2 mol/l ou même 0,01 mol/l d'HCl peuvent être utilisées si des faibles teneurs en NCO sont à mesurer.

De plus, l'échantillon peut être dissous dans le solvant avant d'ajouter l'amine.

Avant de procéder à une quelconque des modifications décrites ci-dessus, il est nécessaire d'établir que ces modifications n'altèrent pas la fidélité de la détermination. Toutes les modifications faites doivent être mentionnées dans le rapport d'essai.

12.2 Expression des résultats

12.2.1 Selon les exigences, calculer le pourcentage de NCO, l'équivalent amine, ou les équivalents par kilogramme en suivant les modes opératoires indiqués en 11.2.

12.2.2 Dans les isocyanates purifiés, les impuretés acides sont généralement présentes en si faibles quantités qu'elles n'influencent pas sur le dosage. Néanmoins, dans la mesure où certains isocyanates, bruts ou modifiés, peuvent contenir des quantités significatives de composés acides, il est nécessaire de préciser si la valeur consignée pour la teneur en NCO a fait l'objet d'une correction en raison de l'acidité.

Pour corriger l'acidité, déterminer d'abord l'acidité de l'échantillon d'isocyanate en utilisant la méthode A de l'ISO 14898:1999, pour les échantillons ayant une teneur en HCl > 100 µg/g, ou la méthode B de l'ISO 14898:1999, pour les échantillons ayant une teneur en HCl < 100 µg/g. Cette acidité s'exprime en pourcentage d'acide chlorhydrique.

Calculer le pourcentage de NCO, corrigé de l'acidité, de la manière suivante:

$$\% \text{ NCO (corrigé de l'acidité)} = \% \text{ NCO (non corrigé)} - (1,152 \times \% \text{ HCl})$$

où

1,152 est la masse équivalente de NCO divisée par la masse équivalente de HCl;

% NCO (non corrigé) est le % NCO calculé en 12.2.1.

12.2.3 L'équivalent amine, corrigé de l'acidité, peut être calculé de la manière suivante:

$$\frac{1}{\text{Équivalent amine (corrigé)}} = \frac{1}{\text{Équivalent amine (non corrigé)}} \frac{\% \text{ HCl}}{3\,650}$$

où

Équivalent amine (non corrigé) est l'équivalent amine calculé en 12.2.1;

% HCl est la valeur de 12.2.2;

3 650 est la masse équivalente de HCl × 100.

12.3 Fidélité et biais²⁾

12.3.1 Pour juger de l'acceptabilité des résultats obtenus dans le cas des isocyanates bruts ou modifiés, utiliser les critères suivants:

a) Répétabilité (un seul analyste)

On ne doit considérer comme suspects des résultats dupliqués obtenus par le même analyste utilisant le même jour le même appareillage, que s'ils diffèrent les uns des autres de plus de 0,30 % en valeur relative (niveau de confiance à 95 %).

b) Reproductibilité (interlaboratoires)

On ne doit considérer comme différents des résultats correspondant chacun à la moyenne des résultats dupliqués obtenus sur du matériau d'essai identique dans des laboratoires distincts, que s'ils diffèrent les uns des autres de plus de 2,07 % en valeur relative (niveau de confiance à 95 %).

12.3.2 Pour juger de l'acceptabilité des résultats obtenus dans le cas des isomères de MDI, utiliser les critères suivants:

a) Répétabilité

On ne doit considérer comme suspects des résultats dupliqués obtenus par le même analyste utilisant le même jour le même appareillage, que s'ils diffèrent les uns des autres de plus de 0,11 % en valeur relative (niveau de confiance à 95 %).

b) Reproductibilité

La fidélité interlaboratoires n'a pas été déterminée.

12.3.3 Les isomères de TDI ont fait l'objet d'une évaluation. Toutefois, il y avait un nombre insuffisant de degrés de liberté pour effectuer l'essai de reproductibilité. La fidélité caractérisant les isomères de TDI est présumée semblable à celle obtenue pour les isomères de MDI.

12.3.4 Le biais est la différence entre les résultats d'essai présumés et une valeur de référence acceptée. Le biais qui caractérise la présente méthode d'essai n'a pas encore été déterminé.

2) Informations complémentaires disponibles auprès du siège de l'ASTM. Demander RR: D20-1040. Les estimations de la fidélité sont fondées sur une étude interlaboratoires effectuée en 1989 et portant sur un échantillon de chacune des substances suivantes: Luprinat M20S (BASF), PAPI 20 et Isonate 143L (Dow), Mondur PF (Mobay, désormais Bayer) et Rubinate HF 185 (Rubicon). Onze laboratoires industriels ont participé à l'étude.

12.4 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification du produit analysé (tels que le fabricant, le type de produit, le numéro de lot ou du cahier de fabrication, la date de fabrication, selon les besoins);
- c) méthode de titrage utilisée, en cas d'utilisation d'un appareil de titrage automatique autre que potentiométrique;
- d) résultats obtenus, y compris les unités dans lesquelles sont exprimés les résultats;
- e) mention indiquant si les résultats ont été corrigés de l'acidité ou non corrigés de l'acidité;
- f) tout phénomène ou détail non stipulé dans la présente Norme internationale, susceptible d'avoir eu une répercussion sur les résultats;
- g) la date de l'analyse.

projet de norme marocaine