



Application Note AN-T-167

Isocyanatgehalt von Polyurethan-rohstoffen

Titration nach EN ISO 14896 für ungesättigtes Polyesterharz und Polyurethanharz

Polyurethan (PU) ist eine Klasse von Polymeren, die aufgrund ihrer Flexibilität und ihrer isolierenden Eigenschaften sehr wichtig ist. Es wird in verschiedenen Branchen wie der Automobilindustrie, im Bauwesen und bei der Herstellung von Kunstfasern verwendet. PU wird meist durch eine chemische Reaktion zwischen Polyisocyanaten und Polyolen hergestellt. Dabei entstehen vernetzte "Duroplaste", während die Verwendung von Diisocyanaten und Diolen zu linearen Polymeren, sogenannten "Elastomeren", führt. Der Isocyanat (NCO)-Gehalt des

Rohmaterials ist entscheidend für die Steuerung seiner Eigenschaften. Ist der Isocyanatgehalt des Rohmaterials nicht bekannt, kann ein Polyurethan mit unerwünschten Eigenschaften entstehen. Es ist daher sehr wichtig, den Isocyanatgehalt in diesen Verbindungen zu bestimmen. Diese Application Note zeigt eine einfache und unkomplizierte Methode zur Bestimmung des NCO-Gehalts in Polyurethan-Rohstoffen mit einem vollautomatischen Titrationssystem von Metrohm.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Die Methode wird an einem Polyurethanharz (PUR) und einem ungesättigten Polyesterharz (UPR)

demonstriert. Für beide Proben ist keine Probenvorbereitung erforderlich.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Analysen werden vollautomatisch mit einem 814 USB Sample Changer in Kombination mit einem 907 Titrando und einer Solvotrode easyClean durchgeführt. Die Probe wird in ein Becherglas eingewogen und zusammen mit der Reaktionslösung (bestehend aus Dibutylamin in Toluol) mit Toluol versetzt. Nach einer Reaktionszeit von 15 Minuten wird Aceton zugegeben und die Lösung mit Salzsäure titriert, bis der Äquivalenzpunkt erreicht ist. Die Blindprobe wird auf die gleiche Weise bestimmt, wobei die Probe weggelassen wird.



Abbildung 1. Titrando-System bestehend aus einem 814 USB Sample Changer in Kombination mit einem 907 Titrando und tiamo.

ERGEBNISSE

Für alle Analysen ergeben sich steile und gleichmäßige Titrationskurven (siehe **Abbildung 2**). Die automatisierte Analyse führt zu reproduzierbaren Ergebnissen mit einer RSD < 2 %, wie in **Tabelle 1** dargestellt.

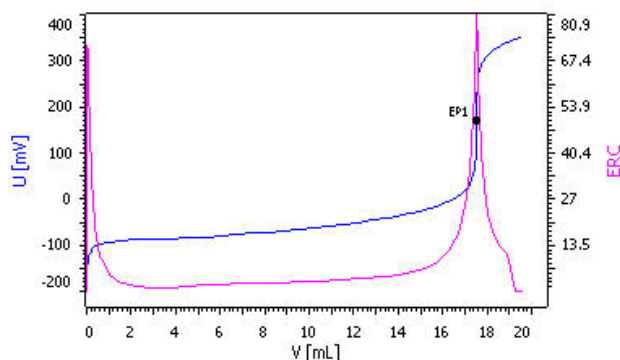


Abbildung 2. Titrationskurve zur Bestimmung des NCO-Gehalts in Polyurethanharz.

Tabelle 1. Ergebnisse der Bestimmung des NCO-Gehalts in Polyurethanharz (PUR) und ungesättigtem Polyesterharz (UPR)

	n	Mittelwert /%	SD(abs)/ %	SD(rel) /%
Polyurethanharz (PUR)	5	2.335	0.022	0.94
Ungesättigtes Polyesterharz (UPR)	5	0.826	0.016	1.94

FAZIT

Die NCO-Gehaltsbestimmung nach **EN ISO 14896** ist problemlos durchführbar und kann leicht automatisiert werden. Die Wartezeit von 15 Minuten muss unbedingt eingehalten werden, da sonst die

Ergebnisse durch die Verlängerung der Reaktionszeit verfälscht werden können. Daher ist die automatisierte Zugabe der Hilfslösungen sehr zu empfehlen.

Interne Referenz: AW TI CH1-1228-102016

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

KONFIGURATION



907 Titrando

High-end-Titrator für die potentiometrische und volumetrische Karl-Fischer-Titration mit einem Messinterface und Dosino-Dosiereinheiten.

- bis zu vier Dosier-Systemen des Typs 800 Dosino
- dynamische (DET), monotone (MET) und Endpunkttitration (SET), enzymatische und pH-STAT-Titrationen (STAT), Karl-Fischer-Titration (KFT)
- Messung mit ionenselektiven Elektroden (MEAS CONC)
- intelligente Elektroden "iTrode"
- Dosierfunktionen mit Überwachung, Liquid Handling
- vier MSB-Anschlüssen für weitere Rührer oder Dosier-Systeme
- USB-Anschluss
- Verwendung mit OMNIS-Software, *tiamo*-Software oder Touch Control
- Erfüllt GMP/GLP- und FDA-Anforderung wie 21 CFR Part 11, falls erforderlich



814 USB Sample Processor (1T/1P)

USB Sample Processor mit einer Arbeitsstation und einer eingebauten Membranpumpe zur automatischen Bearbeitung von Routineproben in Serien mit kleiner bis mittlerer Anzahl. Neben der eingebauten kann eine weitere Pumpe (Membran oder Peristaltik) sowie bis zu drei Dosierer für Liquid Handling Aufgaben angeschlossen werden.

Aufgrund der vielfältigen Anwendungsvarianten müssen Rack, Rührer, Titrierkopf und Swing Head sowie Probengefäße auf die Applikation zugeschnitten separat bestellt werden.

Die Steuerung erfolgt "stand alone" mittels Touch Control. Für die PC-Steuerung stehen folgende Software-Produkte zur Auswahl: Titrationssoftware *tiamo*™, Chromatographiesoftware MagIC Net, Voltammetriesoftware *viva*, oder OMNIS.



Solvotrode easyClean (Fixkabel 1.2 m)

Kombinierte pH-Elektrode mit flexiblem easyClean Diaphragma und Fixkabel (1.2 m) für alle nichtwässrigen Säure/Base-Titrationen.

Die Glasmembran ist für schlecht leitende Lösungen optimiert, und dank des einfach zu reinigenden easyClean Diaphragmas eignet sich diese Elektrode auch für sehr schmutzige Proben (z.B. Altöl).

Die Elektrode kann mit nichtwässrigen Referenzelektrolyten (Lithiumchlorid oder Tetraethylammoniumbromid) verwendet werden. Aufbewahrung im entsprechenden Referenzelektrolyt.

Die Solvotrode easyClean ist unter der Artikelnummer 6.0229.020 ebenfalls in einer fixen Kabellänge von 2.0 m erhältlich.