



Application Note AN-T-167

Isocyanate content of polyurethane raw materials

Titration according to EN ISO 14896 for unsaturated polyester resin and polyurethane resin

Polyurethane (PU) is a class of very important polymers due to its flexibility and insulating properties. It is used in various industries such as the automobile industry, in building construction, as well as in the production of synthetic fibers. PU is mostly produced via a chemical reaction between polyisocyanates and polyols. This results in linked networks forming «duroplasts», while the use of diisocyanates and diols will lead to linear polymers, so-called «elastomers».

The isocyanate (NCO) content in the raw material is crucial to control its properties. If the isocyanate content of the raw material is unknown, a polyurethane with undesirable properties might be obtained. It is therefore quite important to determine the isocyanate content in these compounds. This Application Note shows an easy and straightforward way to determine the NCO content in polyurethane raw materials using a fully automated titration system from Metrohm.

SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

The method is demonstrated on a polyurethane resin (PUR) and an unsaturated polyester resin

(UPR). For both samples, no sample preparation is required.

EXPERIMENTAL

The analyses are performed fully automatically using an 814 USB Sample Changer in combination with a 907 Titrando and a Solvotrode easyClean. The sample is weighed into a beaker, and toluene along with the reaction solution (consisting of dibutylamine in toluene) is added. After a reaction time of 15 minutes, acetone is added and the solution is titrated with hydrochloric acid until after the equivalence point is reached.

The blank is determined in the same way, but by omitting the sample.



Figure 1. Titration system consisting of an 814 USB Sample Changer in combination with a 907 Titrando and tiamo.

RESULTS

Steep and smooth titration curves (see **Figure 2**) are obtained for all analyses. The automated analysis leads to reproducible results with a RSD < 2% as shown in **Table 1**.

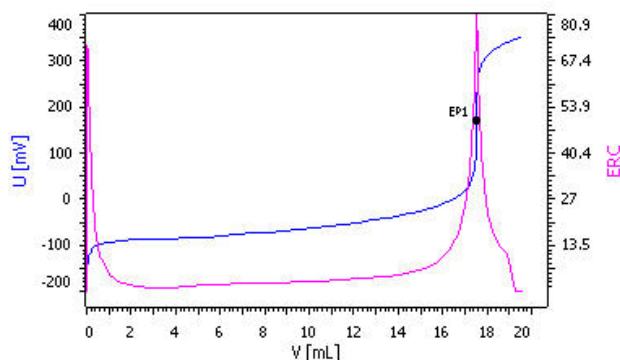


Figure 2. Titration curve of the determination of the NCO value in polyurethane resin.

Table 1. Results of the determination of the NCO content in polyurethane resin (PUR) and unsaturated polyester resin (UPR)

	n	Mean value /%	SD(abs)/ %	SD(rel) /%
Polyurethane resin (PUR)	5	2.335	0.022	0.94
Unsaturated polyester resin (UPR)	5	0.826	0.016	1.94

CONCLUSION

The NCO content determination according to **EN ISO 14896** is carried out without difficulties and can easily be automated. The waiting time of 15 minutes must be followed strictly, otherwise

results might become falsified as the reaction time is elongated. Therefore, the automated addition of the auxiliary solutions is highly recommended.

Internal reference: AW TI CH1-1228-102016

CONTACT

メトロームジャパン株式会
社
143-0006 東京都大田区平
和島6-1-1
null 東京流通センター アネ
ックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

CONFIGURATION



907 Titrando

測定インターフェースと Dosino ドージングユニットを備えた、カール フィッシャー電位差滴定、および容量滴定のためのハイエンド滴定装置。

- タイプ 800 Dosino のドージングデバイスシステムが 4 つまで
- 変動滴下量当量点滴定 (DET)、等量滴下当量点滴定 (MET)、終点滴定 (SET)、酵素滴定および pH STAT 滴定 (STAT)、カール フィッシャー滴定 (KFT)
- イオン選択性電極を用いた測定 (MEAS CONC)
- インテリジェント電極「iTrode」
- モニタリング、LQH を備えたドージング機能
- 追加のスターラーまたはドージングデバイスシステムのための 4 つの MSB コネクタ
- USB コネクタ
- OMNIS Software、*tiamo* ソフトウェアもしくは Touch Control を適用
- GMP/GLP 基準および FDA 基準 21 CFR Part 11 の要件を満たしています(必要な場合)



814 USB Sample Processor (1T/1P)

小検体数から中検体数までのルーチンサンプルの連続自動処理のためのワークステーションおよび内蔵式ダイヤフラム ポンプ付きUSBサンプル・プロセッサ。LQH(リキッドハンドリング)作業のため、内蔵式ポンプの他に、ポンプをさらに1つ(ダイヤフラムポンプもしくはペリスタリックポンプ)とドージングデバイスを3つまで接続することができます。

様々な用途に対応するため、サンプルラック、スターラー、滴定ヘッド、Swing Head、サンプル容器はアプリケーションに合わせて別途ご注文ください。

制御はTouch Controlにより「スタンドアローン」で動作します。PC制御には以下のソフトウェア製品を選択することができます：滴定ソフトウェア *tiamo*™、クロマトグラフィーソフトウェア MagIC Net、ボルタンメトリーソフトウェア *viva*、またはOMNIS。



Solvotrode easyClean (1.2 m)

あらゆる酸/塩基の非水滴定のための、フレキシブルなeasyCleanダイヤフラムおよび固定式ケーブル (1.2 m) 付き複合pH 電極。

ガラスメンブランは導電性の低い溶液のために最適化されており、洗浄の容易なeasyCleanダイヤフラムにより、この電極は汚れの酷いサンプル (たとえば廃油) にも適しています。

この電極は、非水系参照内部液(塩化リチウムまたは臭化テトラエチルアンモニウム)を使用することができます。適切な参照内部液で保管してください。

Solvotrode easyCleanについては、製品番号 6.0229.020の固定ケーブル長2.0mも入手可能です。