

Bindmiddelen voor verfwaren – Isocyaanatharsen

NEDERLANDSE
NORMGaschromatografische bepaling van
monomere diisocyanaten

NEN 5352

Binders for paints and varnishes – Isocyanate resins
Gaschromatographic determination of monomeric diisocyanates

1e druk, juli 1990

1 Onderwerp en toepassingsgebied

Deze norm beschrijft een gaschromatografische methode voor de bepaling van het gehalte aan monomere diisocyanaten zoals toluendiisocyaanaat, hexamethyleendiisocyaanaat en isoforondiisocyaanaat, in isocyaanatharsen en hun oplossingen voor gebruik in verfwaren. De methode is toepasbaar voor gehalten van 0,1 tot 4 % (m/m) aan monomere diisocyanaten.

2 Termen en definities

isocyaanathars. Synthetische hars op basis van aromatische, alifatische of cyclo-alifatische isocyanaten, of mengsels daarvan.

toluendiisocyaanaat: De naam die hier wordt gebruikt voor 4-methyl-1,3-benzeendiisocyaanaat (2,4-toluendiisocyaanaat) en 2-methyl-1,3-benzeendiisocyaanaat (2,6-toluendiisocyaanaat).

isoforondiisocyaanaat: De naam die hier wordt gebruikt voor 3-(isocyanatomethyl) 3,5,5-trimethylcyclohexylisocyaanaat.
De stereo-isomeren zijn in de tekst met (I) en (II) aangegeven.

3 Beginsel

Het gehalte aan monomeer diisocyaanaat (DI) van isocyaanatharsen wordt gaschromatografisch bepaald met tetradecaan als interne standaard.

4 Reagentia en materialen

Gebruik bij de analyse alleen reagentia van analysekwaliteit.

4.1 Watervrij ethylacetaat, gedroogd met een moleculaire zeef van 0,5 nm.

4.2 Toluendiisocyaanaat (isomerenmengsel).

4.3 Hexamethyleendiisocyaanaat.

4.4 Isoforondiisocyaanaat.

4.5 Standaardoplossing van tetradecaan.

Weeg tot op 0,1 mg ca. 1,4 g tetradecaan in een maatkolf van 1 l in en vul tot de merkstreep aan met ethylacetaat (4.1).

4.6 Vergelijkingsoplossingen van diisocyaanaat.

Weeg tot op 0,1 mg ca. 1,4 g van het desbetreffende diisocyaanaat (4.2, 4.3 of 4.4) in een maatkolf van 1 l in en vul tot de merkstreep aan met ethylacetaat (4.1).

De vergelijkingsoplossingen zijn ongeveer 2 weken houdbaar, mits tegen lucht en vochtigheid beschermd.

4.7 Standaardmengsel.

Pipetteer 10 ml van de standaardoplossing (4.5) en 10 ml van de desbetreffende vergelijkingsoplossing (4.6) in een monsterflesje en voeg met de maatcilinder (5.3) 15 ml ethylacetaat toe. Meng.

4.8 Draaggas: Stikstof of helium.

5 Toestellen en glaswerk

5.1 Monsterflesjes: ofwel conische kolven van 100 ml met ingeslepen stop of monsterflesjes van 100 ml met septum, gedroogd.

5.2 Pipet van 10 ml met één streep die voldoet aan NEN 1753.

5.3 Maatcilinder van 25 ml die voldoet aan NEN 1759 of NEN-ISO 6706.

5.4 Maatkolven van 1 l die voldoen aan NEN 1750.

5.5 Injectiespuit van 10 µl.

5.6 Gaschromatograaf met vlamionisatiedetector.

5.7 Gaschromatografische kolom, glazen kolom, 1 m lang, binnenmiddellijn 2 mm, vulling 10 % siliconerubber UCC-W 982 op chromosorb WAW, DMCS, 80 tot 100 mesh.

6 Monsterneming

Neem een representatief monster van het bindmiddel en bewaar het koel, droog en in het donker.

Opmerking

Het is noodzakelijk om het monster, voor het openen van de monsterfles, op kamertemperatuur te brengen. Anders verandert het vrije gehalte aan isocynaat in het monster doordat het reageert met vocht uit de lucht.

7 Werkwijze

7.1 Gaschromatografische omstandigheden:

temperatuur: kolom	150 °C isotherm
injector	150 °C
detector	200 °C
snelheid van het draaggas	zodanig dat de analyseduur niet meer dan 10 min is

7.2 Conditioneren van de kolom

Spuit meermalen 2 µl standaardmengsel (4.7) in totdat een constante piekoppervlakteverhouding is bereikt tussen het te bepalen DI en de standaard.

Ga na of de afgelezen temperatuur van het injectiestuk overeenstemt met de werkelijke temperatuur daarvan.

7.3 Inweeg

De hoeveelheid bindmiddel is afhankelijk van het verwachte DI-gehalte (zie de tabel).

Tabel – Gehalte aan DI en inweeg

DI-gehalte % (m/m)	Inweeg g
boven 0,1 tot 0,4	4
boven 0,4 tot 1	2
boven 1 tot 2	1
boven 2 tot 4	0,5

7.4 Bepaling

Breng de inweeg, tot op 0,2 mg gewogen, in het monsterflesje (5.1). Voeg met de pipet (5.2) 10 ml standaardoplossing (4.5) toe en voeg met de maatcilinder (5.3) ongeveer 25 ml ethylacetaat (4.1) toe.

Breng met de injectiespuit (5.5) 2 µl van deze oplossing (analyseoplossing) in de geconditioneerde gaschromatograaf (7.2).

Houd voor elke bepaling de volgorde aan:

n maal injectie van het standaardmengsel (4.7), zie 7.2 ($n \geq 2$);

2 maal injectie van de analyse-oplossing.

8 Weergave van de resultaten

8.1 Meting

Meet de piekoppervlakten of lees deze af indien een integratiemethode is gevolgd.

Opmerking

De volgorde van de pieken is:
hexamethyleendiisocynaat
tolueendiisocynaat
tetradecaan
isoforondiisocynaat I
isoforondiisocynaat II

Bestelformulier

Stuur naar:

NEN Standards Products & Services
t.a.v. afdeling Klantenservice
Antwoordnummer 10214
2600 WB Delft



NEN Standards Products & Services

Postbus 5059
2600 GB Delft

Vlinderweg 6
2623 AX Delft

T (015) 2 690 390
F (015) 2 690 271

www.nen.nl/normshop

Ja, ik bestel

__ ex. NEN 5352:1990 nl Bindmiddelen voor verfwaren - Isocyanaatharsen - Gaschromatografische bepaling van monomere diisocyanaten € 16.34

Wilt u deze norm in PDF-formaat? Deze bestelt u eenvoudig via www.nen.nl/normshop

Gratis e-mailnieuwsbrieven

Wilt u op de hoogte blijven van de laatste ontwikkelingen op het gebied van normen, normalisatie en regelgeving? Neem dan een gratis abonnement op een van onze e-mailnieuwsbrieven. www.nen.nl/nieuwsbrieven

Gegevens

Bedrijf / Instelling _____

T.a.v. _____ O M O V

E-mail _____

Klantnummer NEN _____

Uw ordernummer _____ BTW nummer _____

Postbus / Adres _____

Postcode _____ Plaats _____

Telefoon _____ Fax _____

Factuuradres (indien dit afwijkt van bovenstaand adres)

Postbus / Adres _____

Postcode _____ Plaats _____

Datum _____ Handtekening _____

Retourneren

Fax: 015 2 690 271

E-mail: klantenservice@nen.nl

Post: NEN Standards Products & Services,

t.a.v. afdeling Klantenservice
Antwoordnummer 10214,
2600 WB Delft

(geen postzegel nodig).

Voorwaarden

- De prijzen zijn geldig tot 31 december 2018, tenzij anders aangegeven.
- Alle prijzen zijn excl. btw, verzend- en handelingskosten en onder voorbehoud bij o.m. ISO- en IEC-normen.
- Bestelt u via de normshop een pdf, dan betaalt u geen handeling en verzendkosten.
- Meer informatie: telefoon 015 2 690 391, dagelijks van 8.30 tot 17.00 uur.
- Wijzigingen en typfouten in teksten en prijsinformatie voorbehouden.
- U kunt onze algemene voorwaarden terugvinden op: www.nen.nl/leveringsvoorwaarden.