

---

---

**Пластмассы. Термопластичные  
полиуретаны для формования и  
экструзии.**

Часть 3:

**Различие между полиуретанами на  
основе простых и сложных эфиров  
путем определения содержания  
сложноэфирных групп**

*Plastics — Thermoplastic polyurethanes for moulding and extrusion —*

*Part 3: Distinction between ether and ester polyurethanes by  
determination of the ester group content*

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO 16365-3:2014(R)

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 16365-3:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1db91fe3-acde-4ef2-bb69-4db06584b245/iso-16365-3-2014>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2014

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по соответствующему адресу, указанному ниже, или комитета-члена ISO в стране заявителя.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

**Содержание**

Страница

Предисловие .....	iv
Введение .....	v
1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Термины и определения .....	1
4 Сущность метода .....	2
5 Реактивы .....	2
6 Аппаратура .....	2
7 Подготовка образца .....	3
8 Проведение испытания .....	3
9 Вычисление .....	3
10 Протокол испытания .....	4
Библиография .....	5

STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 16365-3:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1db91fe3-acde-4ef2-bb69-4db06584b245/iso-16365-3-2014>

## Предисловие

ISO (Международная организация по стандартизации) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. Что касается стандартизации в области электротехники, то ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Порядок, используемый при разработке этого документа, и его дальнейшее сопровождение описаны в Части 1 Директив ISO/IEC. В частности должны быть отмечены различные утвержденные критерии, необходимые для различных типов документов ISO. Этот документ был разработан в соответствии с правилами Части 2 Директив (см. [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего международного стандарта могут быть объектом патентных прав. Международная организация по стандартизации не может нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав. Информация о каких-либо патентных правах, определенных в ходе разработки документа будет во введении и/или в списке патентных деклараций ISO (см. [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents)).

Любое торговое название, использованное в данном документе, является информацией, предоставляемой для удобства пользователей, а не свидетельством в пользу того или иного товара или той или иной компании.

Для пояснения значений специальных терминов и выражений ISO, относящихся к оценке соответствия, а также информация о следовании ISO принципам ВТО о технических барьерах в торговле (ТБТ) см. по следующему URL: [Foreword - Supplementary information](http://www.iso.org/standards/sist/1db91fe3-acde-4ef2-bb69-4db06584b245/iso-16365-3-2014)

Настоящий документ был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 61, *Пластмассы*, Подкомитетом SC 9, *Термопластичные материалы*.

ISO 16365 включает следующие части под общим названием *Пластмассы — Термопластичные полиуретаны для формования и экструзии*.

- *Часть 1: Система обозначения и основы для технических условий*
- *Часть 2: Изготовление образцов для испытания и определение свойств*
- *Часть 3: Различие между полиуретанами на основе простых и сложных эфиров путем определения содержания сложнэфирных групп*

## Введение

Число омыления — это быстрый и простой метод определения различия между термопластичными полиуретанами на основе сложных и простых эфиров. Однако число омыления сильно зависит от условий реакции. Высокое число омыления является результатом длительного времени гидроксирования и/или более высоких температур. С помощью данной процедуры, были найдены теоретически ожидаемые значения.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 16365-3:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1db91fe3-acde-4ef2-bb69-4db06584b245/iso-16365-3-2014>



# Пластмассы. Термопластичные полиуретаны для формования и экструзии.

## Часть 3.

### Различие между полиуретанами на основе простых и сложных эфиров путем определения содержания сложноэфирных групп

#### 1 Область применения

Эта часть ISO 16365 устанавливает метод определения сложных эфиров, в том числе термопластичных полиуретанов (TPU) на основе сложных эфиров и TPU на основе простых эфиров для контроля качества без необходимости применения сложной аппаратуры и позволяет избежать или минимизирует длительные испытания на воздействие микроорганизмов на TPU. Вышеописанный метод используется для различия основных типов TPU и характеризует смеси на основе TPU.

Метод применим для всех линейных полиуретанов на основе 4,4'-дифенилметандиизоцианата (MDI) и предназначен, например, для минимизации длительных испытаний, связанных с устойчивостью и гидролизом микроорганизмами.

#### 2 Нормативные ссылки

Следующие документы целиком или частично являются нормативными ссылками в настоящем стандарте и являются необходимыми для его применения. Для датированных ссылок применяется только приведенное здесь издание. Для недатированных ссылок применяется последнее издание документа (включая любые поправки).

ISO 3696, *Вода для лабораторного анализа — Технические требования и методы испытаний*

#### 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины и определения.

##### 3.1

**кислотное число всех гидролизуемых групп**

**acid value of total hydrolysable groups**

$S_{z1}$

количество миллиграммов калия гидроксида, необходимое для нейтрализации свободной кислоты сложноэфирной и уретановой групп, присутствующих в 1 г термопластичных полиуретанов, которое определяют в соответствии с процедурой, предусмотренной в настоящей части ISO 16365

ПРИМЕЧАНИЕ 1: Кислотное число выражается в миллиграммах на грамм.

##### 3.2

**кислотное число гидролизуемых уретановых групп**

**acid value of hydrolysable urethanes**

$S_{z2}$

количество миллиграммов калия гидроксида, необходимое для нейтрализации свободных кислот только уретановых групп, присутствующих в 1 г термопластичных полиуретанов, которое определяют в соответствии с процедурой, предусмотренной в настоящей части ISO 16365

ПРИМЕЧАНИЕ 1: Кислотное число выражается в миллиграммах на грамм.

### 3.3 содержание сложноэфирных групп ester content

*E*

количество миллиграммов калия гидроксида, необходимое для нейтрализации свободных кислот только сложноэфирных групп, присутствующих в 1 г термопластичных полиуретанов, которое определяют в соответствии с процедурой, предусмотренной в настоящей части ISO 16365

ПРИМЕЧАНИЕ 1: Кислотное число выражается в миллиграммах на грамм.

## 4 Сущность метода

Содержание сложноэфирных групп в TPU определяется путем щелочного гидролиза. Определяется количество уретановых групп и вычитается из полученного общего количества всех гидролизуемых компонентов, т. е. сложных эфиров и уретанов. Разница является мерой содержания сложноэфирных групп в мг КОН/г. Чистые TPU на основе простых полиэфиров дают результаты, близкие к 0 мг КОН/г.

## 5 Реактивы

В ходе анализа используют только реактивы признанной аналитической чистоты и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Диметилсульфоксид.

5.2 Раствор гидроксида калия,  $c(\text{KOH}) = 0,5$  моль/л с точностью до 0,001 моль/л, раствор в метаноле.

5.3 Серная кислота,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5$  моль/л с точностью до 0,001 моль/л, водный раствор.

5.4 Фенолфталеин, 1 % в метаноле или этаноле.

5.5 Метанол, для анализа.

5.6 Вода, дистиллированная или эквивалентной чистоты в соответствии с ISO 3696.

## 6 Аппаратура

6.1 Центробежная мельница, с ячейкой сита 2 мм.

6.2 Аналитические весы, с точностью 0,1 мг или больше.

6.3 Колба Эрленмейера, емкостью 250 мл, с возможностью закрывания.

6.4 Автоматическая бюретка, вместимостью 20 мл или аналогичная.

6.5 Магнитная мешалка с нагревателем

6.6 Обратный холодильник, с политетрафторэтиленовой (ПТФЭ) манжетой.

6.7 Магнитная мешалка, 40 мм.

6.8 Объемный мерный цилиндр, 50 мл.



## 6.9 Аппарат Сокслета.

## 7 Подготовка образца

Для анализа вырезают образцы из репрезентативной фракции в виде кусочков размером примерно 2 мм в диаметре.

Для термопластичных уретановых материалов, содержащих фосфорные пластификаторы, экстрагируют 3 г порошкообразного образца в течение 4 ч в метаноле с использованием экстрактора Сокслета (смотри [6.9](#)). Удаляют образец из экстрактора и сушат в течение 30 мин. при 60 °С в печи.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Фосфорсодержащие сложные эфиры используемые в качестве пластификаторов для TPU никак не влияют на стойкость материала к воздействию микроорганизмов. Однако наличие фосфорсодержащих эфиров будет причиной повышения содержания сложного эфира.

## 8 Проведение испытания

Необходимо провести по крайней мере, два измерения.

Взвешивают испытуемую пробу по 0,5 г до ближайшего 1 мг (Е грамм) в колбе Эрленмейера на 250 мл (смотри [6.3](#)). Добавляют 40 мл диметилсульфоксида (смотри [5.1](#)), магнитную мешалку (смотри [6.7](#)), закрывают колбу и перемешивают содержимое в течение 15 мин.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Через 15 мин образец может раствориться только частично.

Добавляют 20 мл (смотри [5.2](#)) раствора гидроксида калия (смотри [5.2](#)) при непрерывном помешивании, чтобы избежать свертывания. Образец подвергают гидролизу в течение 5 ч в условиях обратного холодильника и непрерывном перемешивании (смотри [6.6](#)) магнитной мешалкой с нагревателем (смотри [6.5](#)).

Аналогичным способом приготавливают две контрольных пробы.

Охлаждают до комнатной температуры и ополаскивают обратный холодильник и стенки колбы Эрленмейера 50 мл воды. Излишек КОН титруется серной кислотой (смотри [5.3](#)) от красного до бесцветного с помощью 10 капель раствора фенолфталеина в качестве индикатора (образец:  $V_1$  мл, средняя контрольная проба;  $V_{1b}$  мл), но необходимо избегать избытка серной кислоты.

После титрования добавляют 10 мл раствора  $H_2SO_4$  (смотри [5.3](#)) с помощью бюретки и кипятят в течение 10 мин в магнитной мешалке с подогревателем, при этом непрерывно помешивая. Важно, чтобы весь углекислый газ удалился из раствора.

После охлаждения до комнатной температуры избыток серной кислоты титруют обратно КОН (смотри [5.2](#)), используя фенолфталеин в качестве индикатора. Титрование осуществляется от бесцветного до слегка розового цвета (образец: в  $V_2$  мл, средняя контрольная проба:  $V_{2b}$  мл).

**ПРИМЕЧАНИЕ 1** Наполнители, такие как  $CaCO_3$  и другие добавки, такие как некоторые антипирены, которые могут образовывать соли могут оказать влияние на результат.

**ПРИМЕЧАНИЕ 2** Пигменты могут изменить видимость изменения цвета индикатора, поэтому будет трудно или невозможно осуществить визуальное титрование.

**ПРИМЕЧАНИЕ 3** Также возможно потенциометрическое титрование.

## 9 Вычисление

Рассчитывают содержание сложного эфира в мг КОН/г следующим образом:

$$E = S_{z1} - S_{z2} \quad (1)$$

где

$E$  содержание сложного эфира в мг КОН/г.

$$S_{Z1} = \frac{(V_{1b} - V_1)}{w} \times 56,1 \frac{\text{mgKOH}}{\text{ml}} \times t_{\text{H}_2\text{SO}_4} \quad (2)$$

$$S_{Z2} = \frac{(V_{2b} - V_2)}{w} \times 28,05 \frac{\text{mgKOH}}{\text{ml}} \times t_{\text{H}_2\text{SO}_4} \quad (3)$$

где

$S_{Z1}$  содержание сложного эфира + уретана в мг КОН/г (кислотное число всех гидролизуемых групп);

$S_{Z2}$  содержание сложного эфира в мг КОН/г (кислотное число гидролизуемых уретановых групп);

$V_1$  расход серной кислоты в мл;

$V_{1b}$  расход серной кислоты в мл (объем контрольной пробы);

$V_2$  расход 0,5 моль КОН в мл;

$V_{2b}$  расход 0,5 моль КОН в мл (объем контрольной пробы);

$w$  масса образца в г;

$t_{\text{H}_2\text{SO}_4}$  Коэффициент титр/норма серной кислоты ( $t$  = фактическая концентрация/заданная концентрация).

## 10 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

- ссылку на эту часть ISO 16365 (т.е. ISO 16365-3);
- тип и наименование испытываемого материала;
- указание процесса титрования (потенциометрическое или индикаторное);
- кислотное число всех гидролизуемых групп и кислотное число гидролизуемых уретановых групп в мг КОН/г;
- отличия от метода, установленного в этой части ISO 16365;
- дату испытания.