МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34376.3— 2017 (ISO 16365-3: 2014)

ПЛАСТМАССЫ

Термопластичные полиуретаны для формования и экструзии

Часть 3

Определение содержания сложноэфирных групп

(ISO 16365-3:2014,
Plastics — Thermoplastic polyurethanes for moulding and extrusion —
Part 3: Distinction between ether and ester polyurethanes by determination
of the ester group content, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» (АНО «Стандарткомпозит») при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов» («Союзкомпозит») и Акционерного общества «Институт пластмасс имени Г.С. Петрова» на основе аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 5 стандарта, который выполнен ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 ноября 2017 г. № 52—2017)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TG	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 декабря 2017 г. № 1941-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34376.3—2017 (ISO 16365-3:2014) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2018 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту 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» («Plastics — Thermoplastic polyurethanes for moulding and extrusion — Part 3: Distinction between ether and ester polyurethanes by determination of the ester group content», MOD).

Дополнительные фразы, слова и ссылки, включенные в текст настоящего стандарта, выделены курсивом.

Ссылки на международные стандарты, которые не приняты в качестве межгосударственных стандартов, заменены ссылками на соответствующие межгосударственные стандарты.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2018

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 1
4 Сущность метода . . . 2
5 Реактивы . . . 2
6 Средства измерений, аппаратура . . . 2
7 Подготовка образца . . . 2
8 Проведение анализа . . . 2
9 Обработка результатов . . . 3
10 Протокол анализа . . . 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте . . . 5

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПЛАСТМАССЫ

Термопластичные полиуретаны для формования и экструзии

Часть 3

Определение содержания сложноэфирных групп

Plastics. Thermoplastic polyurethanes for moulding and extrusion.
Part 3. Determination of the ester groups content

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения сложноэфирных групп, в том числе в термопластичных полиуретанах (TPU) на основе сложных эфиров и на основе простых эфиров с целью контроля качества без использования сложной аппаратуры, метод позволяет избежать или минимизировать длительные испытания на воздействие микроорганизмов на TPU.

Метод также используют для различения основных типов TPU и смесей 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

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995—77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **кислотное число всех гидролизуемых групп S_{Z1}, мг/г:** Количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации свободной кислоты сложноэфирной и уретановой групп, присутствующих в 1 г термопластичного полиуретана, которое определяют в соответствии с *настоящим стандартом*.

Издание официальное

3.2 **кислотное число гидролизуемых уретановых групп S_{Z2}, мг/г:** Количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации свободных кислот только уретановых групп, присутствующих в 1 г термопластичного полиуретана, которое определяют в соответствии с *настоящим стандартом*.

3.3 **содержание сложноэфирных групп *E*, мг/г:** Количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации свободных кислот только сложноэфирных групп, присутствующих в 1 г термопластичных полиуретанов, которое определяют в соответствии с *настоящим стандартом*.

4 Сущность метода

Содержание сложноэфирных групп в TPU определяют путем щелочного гидролиза.

Определяют количество уретановых групп, полученное значение вычитают из общего количества всех гидролизуемых соединений, то есть сложных эфиров и уретанов. Разность соответствует содержанию сложноэфирных групп в мг KOH/г TPU. Для чистых TPU на основе простых полиэфиров результат близок к 0 мг KOH/г.

5 Реактивы

При проведении анализа используют только реактивы *квалификации не ниже ч.д.а.*

5.1 Диметилсульфоксид *по нормативному документу или технической документации.*

5.2 Калия гидроксид, раствор с (KOH) = *0,500* моль/дм^3 в метаноле (5.5).

5.3 Серная кислота, водный раствор с (H_2SO_4) = *0,500* моль/дм^3.

5.4 Фенолфталеин, раствор *с массовой долей* 1 % в метаноле или этаноле.

5.5 Метанол *по ГОСТ 6995.*

5.6 Вода дистиллированная по *ГОСТ 6709*.

6 Средства измерений, аппаратура

6.1 Центробежная мельница.

6.2 Весы, *обеспечивающие взвешивание в мг с точностью до первого десятичного знака.*

6.3 Колба Эрленмейера *или колба коническая типа Кн по ГОСТ 25336, вместимостью* 250 см^3 *с притертой* пробкой.

6.4 Бюретка *градуированная* вместимостью *25* см^3 *по ГОСТ 29251.*

6.5 Магнитная мешалка с нагревом.

6.6 Обратный холодильник *по ГОСТ 25336.*

6.7 Магнитная мешалка.

6.8 Цилиндр вместимостью 50 см^3 *по ГОСТ 1770.*

6.9 Аппарат Сокслета.

6.10 Термошкаф, обеспечивающий температуру 60 °С.

7 Подготовка образца

Из представительной пробы вырезают образцы для испытания в виде кусочков размером около 2 мм.

Для материалов из термопластичных уретанов, содержащих фосфорные пластификаторы, 3 г порошкообразной пробы подвергают экстракции метанолом в течение 4 ч, используя аппарат Сокслета (6.9).

Удаляют пробу из аппарата Сокслета и сушат в течение 30 мин при температуре 60 °С в термошкафу.

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

8 Проведение анализа

Проводят два определения.

В колбе (6.3) взвешивают пробу массой 0,5000 г (E, г). Добавляют в колбу 40 см^3 диметилсульфоксида (5.1), закрывают колбу *пробкой*, *помещают на* магнитную мешалку (6.7) и перемешивают содержимое в течение 15 мин.

Примечание — Через 15 мин проба может раствориться только частично.

Добавляют в колбу 20 см^3 раствора гидроксида калия (5.2) при непрерывном перемешивании, чтобы избежать коагуляции раствора, присоединяют к колбе обратный холодильник (6.6) и подвергают пробу гидролизу в течение 5 ч при непрерывном перемешивании магнитной мешалкой с нагревом (6.5).

Приготавливают две контрольные пробы, которые анализируют таким же образом.

Охлаждают *колбу с пробой* до температуры окружающей среды и ополаскивают обратный холодильник и стенки колбы, используя 50 см^3 дистиллированной воды.

Добавляют в колбу 10 капель раствора фенолфталеина в качестве индикатора и титруют избыточное количество гидроксида калия серной кислотой (5.3) до перехода окраски раствора от малинового к бесцветному (образец: V_1 см^3, среднеарифметическое значение объема для контрольных проб: V_{1b} см^3), при этом следует избегать избытка серной кислоты.

После титрования добавляют 10 см^3 раствора серной кислоты (5.3), используя бюретку, и кипятят раствор в течение 10 мин на магнитной мешалке с подогревом, непрерывно перемешивая. Важно, чтобы из раствора удалился весь углекислый газ.

После охлаждения до температуры окружающей среды избыток серной кислоты титруют раствором гидроксида калия (5.2), используя фенолфталеин в качестве индикатора. Титруют до перехода окраски раствора от бесцветного до слегка розового цвета (образец: V_2 см^3, среднеарифметическое значение объема для контрольных проб: V_{2b} см^3).

Примечания:

1 Наполнители, например карбонат кальция, и другие добавки, например некоторые антипирены, которые могут образовывать соли, могут оказать влияние на результат.

2 Пигменты могут мешать определению изменения цвета индикатора, поэтому будет трудно или невозможно осуществить визуальное титрование.

3 Определение можно проводить методом потенциометрического титрования.

9 Обработка результатов

Вычисляют содержание сложноэфирных групп, E, мг KOH/г, по формуле

$$E = S_{Z1} - S_{Z2}, \quad (1)$$

где S_{Z1} — содержание сложноэфирных и уретановых групп, мг KOH/г (кислотное число всех гидролизуемых групп)

$$S_{Z1} = \frac{(V_{1b} - V_1)}{W} \cdot 56{,}1 \cdot t_{H_2SO_4}, \quad (2)$$

где V_{1b} — среднеарифметическое значение объемов серной кислоты, израсходованной на титрование контрольных проб, см^3;

V_1 — объем серной кислоты, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см^3;

56,1 — масса гидроокиси калия, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси калия молярной концентрации точно c (KOH) = 1 моль/дм^3, мг KOH/см^3;

$t_{H_2SO_4}$ — титр раствора серной кислоты;

W — масса анализируемой пробы, г.

S_{Z2} — содержание уретановых групп, мг KOH/g (кислотное число гидролизуемых уретановых групп)

$$S_{Z2} = \frac{(V_{2b} - V_2)}{W} \cdot 28{,}05 \cdot t_{H_2SO_4}, \quad (3)$$

где V_{2b} — среднее арифметическое значение объемов раствора гидроксида калия, израсходованного на титрование контрольных проб, см^3;

V_2 — объем раствора гидроксида калия, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см^3;

28,05 — масса гидроокиси калия, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси калия молярной концентрации точно c (KOH) = 0,5 моль/дм^3, мг KOH/см^3;

$t_{H_2SO_4}$ — титр раствора серной кислоты;

W — масса анализируемой пробы, г.

10 Протокол анализа

Протокол анализа должен содержать:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) *полную идентификацию материала*;

c) используемый метод титрования (потенциометрическое или с использованием индикатора);

d) кислотное число всех гидролизуемых групп и кислотное число гидролизуемых уретановых групп, мг KOH/г,

e) отличия от метода, указанного в настоящем стандарте;

f) дату *проведения* анализа.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ 6709—72	NEQ	ISO 3696:1987 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний»

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта:

- NEQ — неэквивалентный стандарт.

УДК 678.5:006.354 МКС 83.080.20 MOD

Ключевые слова: пластмассы, метод, определение сложных эфиров, кислотное число, титрование потенциометрическое, индикатор

БЗ 1—2018/41

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *И.В. Белюсенко*

Сдано в набор 14.12.2017. Подписано в печать 17.01.2018 Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26 Тираж 22 Зак. 2738
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001, Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru