



استاندارد ملی ایران

۱۹۱۲۷-۳

چاپ اول

۱۳۹۳



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization

INSO

19127-3

1st. Edition

2015

پلاستیک‌ها - پلی یورتان‌های گرمانرم برای
قالب‌گیری و روزن‌رانی - قسمت ۳: تمایز بین
پلی یورتان‌های استری و اتری با تعیین میزان
گروه استری

**Plastics- Thermoplastic polyurethanes
for moulding and Extrusion -Part 3:
Distinction between ether and ester
polyurethanes by determination of the
ester group content**

ICS:83. 080. 20

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« پلاستیک‌ها - پلی یورتان‌های گرمانرم برای قالب‌گیری و روزن‌رانی - قسمت ۳: تمایز بین پلی‌یورتان‌های استری و اتری با تعیین میزان گروه استری »

رئیس

اکرم‌زاده اردکانی، مجتبی
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

سمت و/یا نمایندگی

اداره کل استاندارد استان یزد

دبیر

باغیانی، هما
(کارشناسی شیمی کاربردی)

اداره کل استاندارد استان یزد

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

الهی زاده، مهدی
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

آزمایشگاه همکار شهید قندی

پور حکاک، پوران
(دکتری شیمی تجزیه)

دانشگاه پیام نور لرستان

پور رشیدی، عباس
(کارشناسی ارشد پلیمر)

شرکت صنایع لاستیک یزد

توکلیان اردکانی، زهرا
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان یزد

جلالی، شایسته
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رز برگ

غفورزاده، سپامک
(کارشناسی ارشد پلیمر)

پژوهشکده علوم و فنون هسته‌ای مجتمع یزد

قادری، بتول

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

آزمایشگاه همکار آذران صنعت

پیش‌گفتار

استاندارد «پلاستیک‌ها- پلی یورتان‌های گرمانرم برای قالب‌گیری و روزن‌رانی- قسمت ۳: تمایز بین پلی‌یورتان‌های استری و اتری با تعیین میزان گروه استری» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در یک هزار و سیصد و بیست و هفتمین اجلاس کمیته ملی صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۳/۱۱/۱۹ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبع و مآخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

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

پلاستیک‌ها- پلی یورتان‌های گرمانرم برای قالب‌گیری و روزن‌رانی - قسمت ۳: تمایز بین پلی یورتان‌های استری و اتری با تعیین میزان گروه استری

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری استرهای موجود در پلی یورتان‌های گرمانرم TPU^۱ استری و اتری به منظور کنترل کیفیت، بدون نیاز به ابزار پیچیده و جهت جلوگیری یا به حداقل رساندن آزمون‌های دراز مدت میکروبی برای مواد TPU است. این استاندارد برای تشخیص انواع متداول TPU و فرمول‌های دارای TPU کاربرد دارد.

این استاندارد برای تمام پلی یورتان‌های خطی بر پایه ۴ و ۴-دی‌فنیل‌متان دی‌ایزوسیانات (MDI) کاربرد دارد و می‌تواند زمان آزمون‌های دراز مدت مربوط به مقاومت میکروبی و هیدرولیز را به حداقل برساند.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است..

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

- | | |
|-----|---|
| ۱-۲ | استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب- مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون |
| ۲-۲ | استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۶، ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی - بورت‌ها - ویژگی‌ها |
| ۳-۲ | استاندارد ملی ایران شماره ۵۵۲۹، رزین‌های رنگ و جلاها - اندازه‌گیری عدد صابونی - روش تیتراسیون |
| ۴-۲ | استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰، ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی- بالن‌های حجم سنجی با یک خط نشانه- ویژگی‌ها |

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

عدد اسیدی کل گروه‌های قابل هیدرولیز

S_{Z1}

تعداد میلی‌گرم پتاسیم هیدروکسید مورد نیاز برای خنثی کردن اسیدهای آزاد استر و گروه‌های یورتان موجود در یک گرم پلی‌یورتان‌های گرمانرم، زمانی که مطابق با روش مشخص شده در این استاندارد اندازه‌گیری می‌شود.

یادآوری ۱- عدد اسیدی برحسب میلی‌گرم بر گرم بیان می‌شود.

۲-۳

عدد اسیدی یورتان‌های قابل هیدرولیز

S_{Z2}

تعداد میلی‌گرم پتاسیم هیدروکسید مورد نیاز برای خنثی کردن اسیدهای آزاد حاصل از گروه‌های یورتان موجود، به تنهایی، در یک گرم پلی‌یورتان‌های گرمانرم، زمانی که مطابق با روش مشخص شده در این استاندارد اندازه‌گیری می‌شود.

یادآوری ۱- عدد اسیدی بر حسب میلی‌گرم بر گرم بیان می‌شود.

۳-۳

مقدار استر

E

تعداد میلی‌گرم پتاسیم هیدروکسید مورد نیاز برای خنثی کردن اسیدهای آزاد حاصل از گروه‌های استر موجود، به تنهایی، در یک گرم پلی‌یورتان‌های گرمانرم، زمانی که مطابق با روش مشخص شده در این استاندارد اندازه‌گیری می‌شود.

یادآوری ۱- عدد استری بر حسب میلی‌گرم بر گرم بیان می‌شود.

۴ اصول آزمون

مقدار گروه‌های استر موجود در TPU توسط هیدرولیز قلیایی اندازه‌گیری می‌شود. مقدار گروه‌های یورتان اندازه‌گیری می‌شود و سپس، از مقدار کل ترکیبات قابل هیدرولیز اندازه‌گیری شده (به عنوان مثال: استرها و یورتان‌ها) کسر می‌شود. این اختلاف بیانگر مقدار گروه‌های استر برحسب میلی‌گرم پتاسیم هیدروکسید بر گرم است. نتایج حاصل از TPU پلی‌اتری خالص، نزدیک به صفر میلی‌گرم پتاسیم هیدروکسید در گرم است.

۵ مواد و/یا واکنشگرها

در طول آزمون تنها از واکنشگرهای با خلوص تجزیه‌ای تعیین شده استفاده کنید.

- ۱-۵ دی متیل سولفوکسید.
- ۲-۵ محلول متانولی پتاسیم هیدروکسید (KOH)، با غلظت ۰/۵ مول بر لیتر و دقت ۰/۰۰۱ مول بر لیتر.
- ۳-۵ محلول آبی سولفوریک اسید (H_2SO_4)، با غلظت ۰/۵ مول بر لیتر و دقت ۰/۰۰۱ مول بر لیتر.
- ۴-۵ فنل فتالئین، محلول یک درصد در متانول یا اتانول.
- ۵-۵ متانول، با درجه خلوص تجزیه‌ای.
- ۶-۵ آب، مقطر یا با درجه خلوص ۳ مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸.

۶ وسایل

- ۱-۶ خرد کن سانتریفیوژی^۱، با الک ۲ میلی‌متر.
- ۲-۶ ترازوی آزمایشگاهی، با درستی ۰/۱ میلی‌گرم یا بهتر.
- ۳-۶ ارلن، با ظرفیت ۲۵۰ میلی‌لیتر.
- ۴-۶ بورت خودکار، با ظرفیت ۲۰ میلی‌لیتر یا مشابه.
- ۵-۶ همزن مغناطیسی، با سامانه گرمایشی (هیتر).
- ۶-۶ مبرد رفلاکس، از جنس پلی تترا فلوئور و اتیلن.
- ۷-۶ میله مغناطیسی^۲، با طول ۴۰ میلی‌متر.
- ۸-۶ استوانه مدرج، با حجم ۵۰ میلی‌لیتر.
- ۹-۶ دستگاه سوکسله.

۷ آماده سازی نمونه

مقداری از نمونه را با قطر تقریبی دو میلی‌متر برش دهید. برای مواد یورتان گرمانرم حاوی نرم کننده‌های پایه فسفات، سه گرم نمونه پودر شده را به مدت چهار ساعت در متانول با استفاده از دستگاه سوکسله، استخراج کنید. نمونه را از دستگاه خارج کرده و به مدت ۳۰ دقیقه در آونی با دمای ۶۰ درجه سلسیوس خشک کنید.

یادآوری - استرهای پایه فسفات مورد استفاده به عنوان نرم کننده برای TPU، تاثیری روی مقاومت مواد در برابر میکروبها ندارند. اگرچه حضور استرهای پایه فسفات موجب افزایش نتایج میزان استر خواهد شد.

۸ روش انجام آزمون

حداقل دو اندازه‌گیری باید انجام شود.

1-Centrifugal mill

2-Magnetic stirrer

۰/۵ گرم آزمون را با دقت یک میلی‌گرم درون ارلن ۲۵۰ میلی‌لیتر (۳-۶) توزین کنید. ۴۰ میلی‌لیتر دی-متیل سولفوکسید (۱-۵) و یک عدد میله مغناطیسی (۶-۷) به ارلن منتقل کنید، درب آنرا بسته و برای ۱۵ دقیقه بهم بزنید.

یادآوری - نمونه ممکن است به صورت جزئی بعد از ۱۵ دقیقه حل شود.

برای اجتناب از انعقاد، در حالی که محلول را به آرامی تکان می‌دهید، ۲۰ میلی‌لیتر محلول پتاسیم هیدروکسید (۲-۵) اضافه نمایید. نمونه را تحت شرایط رفلاکس (۶-۶) و هم خوردن پیوسته به مدت ۵ ساعت روی همزن مغناطیسی هیتردار (۵-۶) هیدرولیز نمایید.

دو اندازه‌گیری شاهد تحت شرایط یکسان زیر تهیه کنید.

محلول را تا دمای اتاق سرد کنید و مبرد رفلاکس و دیواره ارلن مایر را با ۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر، آب‌کشی نمایید. مقدار اضافی پتاسیم هیدروکسید با استفاده از سولفوریک اسید (۳-۵) در حضور ۱۰ قطره محلول فنل فتالین به عنوان شناساگر، تا تغییر رنگ از قرمز به بی‌رنگ تیترومی‌شود. ($V_1 =$ حجم بر حسب میلی‌لیتر برای نمونه و $V_{1b} =$ میانگین حجم بر حسب میلی‌لیتر برای شاهد). ولی از مصرف سولفوریک اسید اضافی پرهیز کنید.

بعد از تیتراسیون، به وسیله بورت، ۱۰ میلی‌لیتر سولفوریک اسید (۳-۵) بیفزایید و به مدت ۱۰ دقیقه روی همزن مغناطیسی هیتردار در حالی که به طور مدام در حال بهم خوردن است، بجوشانید. لازم است همه کربن دی‌اکسید از محلول خارج شود.

بعد از سرد شدن تا دمای اتاق، مقدار اضافی سولفوریک اسید را با پتاسیم هیدروکسید (۲-۵) در حضور فنل فتالین به عنوان شناساگر، تیتراسیون برگشتی کنید. تیتراسیون تا تغییر رنگ از بی‌رنگ به صورتی کم رنگ انجام شود. ($V_2 =$ حجم بر حسب میلی‌لیتر برای نمونه و $V_{2b} =$ میانگین حجم بر حسب میلی‌لیتر برای شاهد) **یادآوری ۱** - پرکننده‌هایی مانند کلسیم کربنات و سایر افزودنی‌ها از قبیل بعضی بازدارنده‌های اشتعال که می‌توانند تشکیل نمک دهند، ممکن است روی نتیجه تاثیر داشته باشد.

یادآوری ۲ - رنگدانه‌ها ممکن است، مشاهده تغییر رنگ شناساگر را برای انجام یک تیتراسیون مشکل سازد. در این مورد با روش‌های جداسازی مناسب رنگدانه از محیط آزمون خارج شود.

یادآوری ۳ - تیتراسیون پتانسیومتری نیز امکان پذیر است.

۹ محاسبه

میزان استر را بر حسب میلی‌گرم پتاسیم هیدروکسید بر گرم مطابق با معادلات زیر محاسبه کنید:

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

$$S_{z1} = \frac{(V_{1b} - V_1)}{w} \times 56.1 \frac{mgKOH}{ml} \times t_{H_2SO_4} \quad (2)$$

$$S_{z2} = \frac{(V_{2b} - V_2)}{w} \times 28.05 \frac{mgKOH}{ml} \times t_{H_2SO_4} \quad (3)$$

که در آن:

E	میزان استر بر حسب میلی گرم پتاسیم هیدروکسید بر گرم؛
S_{Z1}	میزان استر + مقدار یورتان بر حسب میلی گرم پتاسیم هیدروکسید بر گرم (عدد اسیدی کل گروه‌های قابل هیدرولیز)؛
S_{Z2}	مقدار یورتان بر حسب میلی گرم پتاسیم هیدروکسید در گرم (عدد اسیدی یورتان‌های قابل هیدرولیز)؛
V_1	سولفوریک اسید مصرفی بر حسب میلی لیتر؛
V_{1b}	سولفوریک اسید مصرفی بر حسب میلی لیتر (مقدار شاهد)؛
V_2	پتاسیم هیدروکسید مصرفی با غلظت ۰٫۵ مول بر لیتر؛
V_{2b}	پتاسیم هیدروکسید مصرفی با غلظت ۰٫۵ مول بر لیتر (مقدار شاهد)؛
w	جرم نمونه بر حسب گرم؛
$t_{H_2SO_4}$	ضریب اصلاح تیتراسیون / استاندارد ^۱ سولفوریک اسید (غلظت مورد نظر / غلظت واقعی = t)

۱۰ گزارش آزمون

- گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:
- ۱-۱۰ ارجاع به شماره این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۰ نام و نوع مواد آزمون شده؛
- ۳-۱۰ میزان استر بر حسب میلی گرم پتاسیم هیدروکسید در گرم [با مشخصات فرآیند تیتراسیون (پتانسیومتری یا شناساگر)]؛
- ۴-۱۰ مقدار کل اسید گروه‌های قابل هیدرولیز و مقدار اسید یورتان‌های قابل هیدرولیز بر حسب میلی گرم پتاسیم هیدروکسید در گرم؛
- ۵-۱۰ هرگونه انحراف از روش آزمون مشخص شده در این استاندارد؛
- ۶-۱۰ تاریخ آزمون.

1- titre/norm
2- target concentration