

WYROBY LAKIEROWE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-80
	Żywice ftalowe Metody badań	6111-05
		Zamiast BN-74/6111-05
		Grupa katalogowa 1029

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań roztworów żywic ftalowych stosowanych w przemyśle farb i lakierów.

1.2. Zakres stosowania metod. Metody podane w normie stosuje się do badań własności roztworów żywic ftalowych z uwzględnieniem roztworów żywic ftalowych tiksotropowych.

1.3. Rodzaje metod badań

- a) badanie wyglądu,
- b) określanie barwy,
- c) oznaczanie czasu wypływu (lepkości umownej) wg kubka typu Forda,
- d) określanie znoszenia się roztworu żywicy z rozpuszczalnikami organicznymi,
- e) badanie stabilności,
- f) wykrywanie obecności kwasów żywicznych,
- g) oznaczanie zawartości substancji nietlotnych,
- h) oznaczanie liczby kwasowej,
- i) oznaczanie liczby zmydlenia,
- j) oznaczanie liczby hydroksylowej,
- k) oznaczanie zawartości bezwodnika kwasu ftalowego,
- l) oznaczanie zawartości kwasów tłuszczowych,
- ł) oznaczanie zawartości kalafonii,
- m) oznaczanie zawartości żywicy fenolowej,
- n) badanie tolerancji względem bieli cynkowej,
- o) badanie tolerancji względem oleju lnianego,
- p) badanie tolerancji względem żywic melaminowych i mocznikowych,
- r) określanie czasu schnięcia powłoki,
- s) oznaczanie twardości powłok,
- t) badanie odporności powłok na podwyższoną temperaturę,
- u) badanie odporności powłok na działanie wody,
- w) oznaczanie lepkości lepkościomierza Brookfielda,
- z) badanie wytrzymałości żelu.

2. METODY BADAŃ

2.1. Metody badań roztworów żywic ftalowych

2.1.1. Badanie wyglądu. Badany roztwór żywicy należy:

a) umieścić w probówce o średnicy 18 mm lub cylindrze pomiarowym o pojemności 100 cm³ i obserwować nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym,

b) nanieść przez polanie na płytkę szklaną wg PN-74/C-81513. Płytkę ustawić pod kątem 45° na okres 5 min, po czym sprawdzić wygląd wymalowania.

2.1.2. Określanie barwy. Sporządzić 45 lub 50-procentowy roztwór badanej żywicy w rozpuszczalniku przewidzianym w normie przedmiotowej i określić jego barwę wg PN-58/C-04526.

2.1.3. Oznaczanie lepkości umownej roztworów żywic ftalowych wykonać zgodnie z PN-80/C-81508, stosując do badania 45-procentowy, 50-procentowy lub 60-procentowy roztwór żywicy w rozpuszczalniku określonym normą przedmiotową.

2.1.4. Określanie znoszenia się roztworu żywicy z rozpuszczalnikami organicznymi. Do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ wprowadzić 100 g badanego roztworu żywicy, po czym dodawać stopniowo rozpuszczalnik określony w normie przedmiotowej aż do momentu wystąpienia ewentualnego zmętnienia. Znoszenie się z rozpuszczalnikami x obliczyć w procentach wg wzoru

$$x = \frac{m_r}{x_2} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

m_r — masa rozpuszczalnika, g,

x_2 — zawartość substancji nietlotnych w żywicy, %.

2.1.5. Badanie stabilności

2.1.5.1. Zasada badania polega na oznaczaniu procentowego wzrostu lepkości roztworu żywicy przechowywanego w temperaturze podwyższonej.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Tworzyw i Farb PLASTOFARB
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Tworzyw i Farb PLASTOFARB dnia 15 lipca 1980 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 28/1980 poz. 113)

2.1.5.2. Wykonanie badania. W 3 kolbach stożkowych ze szlifem pojemności 300 cm³ umieścić po 150 cm³ roztworu żywicy ftalowej przygotowanego wg 2.1.3. Kolby zamknąć szczelnie i umieścić w temperaturze 40 ± 1°C przez 7 dób. Po upływie tego czasu roztwory ochłodzić do temperatury 20 ± 0,5°C i mierzyć ich lepkości umowne wg PN-80/C-81508.

2.1.5.3. Obliczanie wyników. Stabilność roztworu żywicy X_1 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{A_2 - A_1}{A_1} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

A_2 — lepkość umowna roztworu żywicy termostatowanej w temperaturze 40 ± 1°C, s,

A_1 — lepkość umowna początkowa roztworu żywicy, s.

2.1.6. Wykrywanie obecności kwasów żywicznych. Zmieszać w probówce 3 krople roztworu badanej żywicy z 3 cm³ bezwodnika kwasu octowego (cz.d.a.). Następnie wprowadzić po ściance krople stężonego kwasu siarkowego ($d = 1,84$). Fioletowe zabarwienia cieczy o intensywności wyższej od barwy 0,001N roztworu nadmanganianu potasowego świadczy o obecności kwasów żywicznych w roztworze badanej żywicy.

2.1.7. Oznaczanie zawartości substancji nietlotnych. Oznaczyć zawartość substancji lotnych wg PN-79/C-81512 zachowując temperaturę 120 ÷ 125°C przez 1 h, po czym zawartość substancji nietlotnych X_2 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = 100 - Y \quad (3)$$

w którym Y — zawartość substancji lotnych, %.

2.1.8. Oznaczanie liczby kwasowej wykonać wg PN-80/C-81509.

2.1.9. Oznaczanie liczby zmydlenia. Około 1,5 g roztworu żywicy zważonej z dokładnością do 0,0002 g rozpuścić w 10 cm³ benzenu cz.d.a. Oznaczanie liczby zmydlenia wykonać wg PN-71/C-04524.

2.1.10. Oznaczanie liczby hydroksylowej wykonać wg BN-68/6110-13. W roztworach żywic ftalowych, w których rozpuszczalnikiem jest substancja zawierająca grupy —OH, liczbę hydroksylową należy oznaczać po uprzednim odparowaniu części lotnych w suszarce próżniowej w temperaturze 75 ± 5°C w ciągu 3 h.

2.1.11. Oznaczanie zawartości bezwodnika kwasu ftalowego

2.1.11.1. Odczynniki

a) Benzen cz.d.a. bezwodny.

b) Wodorotlenek potasowy, cz.d.a., roztwór alkoholowy: 66 g KOH rozpuścić w 1 dm³ bezwodnego alkoholu etylowego odpowiadającego PN-74/A-79522. Roztwór chronić przed dostępem dwutlenku węgla. Przed użyciem przesączyć.

c) Eter etylowy cz., bezwodny.

d) Mieszanina alkoholu etylowego i benzenu w stosunku objętościowym 1 + 3.

e) Fenoloftaleina cz.d.a., 1-procentowy roztwór alkoholowy.

f) Kwas solny cz.d.a., (1,19), 0,1N roztwór.

g) Octan ołowiaowy cz.d.a., 25-procentowy roztwór w kwasie octowym.

2.1.11.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej ze szlifem pojemności 300 cm³ odważyć z dokładnością do 0,0002 g próbkę roztworu żywicy w takiej ilości, aby masa otrzymanego osadu ftalanu potasowego wynosiła 0,8 ÷ 1,2 g (wielkość tę obliczyć z zawartości bezwodnika kwasu ftalowego podanej w normie przedmiotowej). Dodać 150 cm³ benzenu i jeśli to konieczne lekko ogrzewać na łaźni wodnej do całkowitego rozpuszczenia żywicy. Następnie wprowadzić 60 cm³ świeżo przesączonego alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego i po nałożeniu chłodnicy zwrotnej umieścić kolbę na łaźni wodnej tak, aby poziom cieczy w kolbie znajdował się poniżej poziomu wody. Ogrzewać łaźnię utrzymując ją w temperaturze 40°C w ciągu 1 h, po czym stopniowo podnosząc temperaturę łaźni doprowadzić roztwór do łagodnego wrzenia. Po upływie 1,5 h zdjąć kolbę z łaźni, przemyć chłodnicę niewielką ilością roztworu alkoholowo-benzenowego, ochłodzić zawartość kolby pod bieżącą wodą lub na łaźni z lodem. Po ochłodzeniu przesączyć roztwór możliwie szybko przez tygiel Schotta 3G4, uprzednio wysuszony i zważony z dokładnością do 0,0002 g, używając do ilościowego przeniesienia osadu i przemycia kolby roztworu alkoholowo-benzenowego. Osad przemywać niewielkimi porcjami roztworu alkoholowo-benzenowego tak długo, aż ostatni przesącz zebrany w kolbie stożkowej pozostanie bezbarwny wobec fenoloftaleiny.

Połączone przesącze zebrane w kolbie zachować do oznaczania zawartości kwasów tłuszczowych wg 2.1.12. W czasie przemywania osadu należy nie dopuszczać do przechodzenia powietrza przez warstwę osadu ze względu na jego wysoką higroskopijność. Następnie przemyć osad 25 cm³ eteru etylowego odciągając go za pomocą pompki próżniowej, po czym tygiel z osadem suszyć w ciągu 1 h w temperaturze 60°C. Po wysuszeniu tygiel z osadem ochłodzić w eksykatorze i możliwie szybko zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

W przypadku żywicy Ftalak LTF-50 oznaczanie należy wykonywać j.w. do momentu otrzymania osadu ftalanu potasowego przemytego roztworem alkoholowo-benzenowym. Następnie ftalan potasowy rozpuścić ilościowo w 70 cm³ wody i zakwasić roztworem kwasu azotowego do pH 2,5. Po 30-minutowym odstaniu roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Odmierzyć pipetą 10 cm³ roztworu do kolby stożkowej ze szlifem pojemności 250 cm³ i odparować w temperaturze 60°C do sucha. Następnie dodać 5 cm³ lodowatego kwasu octowego, zamknąć kolbę korkiem i ogrzewać w temperaturze 50°C w ciągu 1 h, po czym dodać 100 cm³ odwodnionego metanolu, zamknąć kolbę korkiem i ogrzewać zawartość w temperaturze 60°C do rozpuszczenia się osadu. Do gorącego roztworu odmierzyć pipetą, przy ciągłym mieszaniu, 7 cm³ octanu ołowiaowego, zakryć kolbę korkiem i ogrzewać w ciągu 1 h

w temperaturze 60°C, mieszając co pewien czas zawartość kolby. Następnie roztwór ochłodzić do temperatury pokojowej i pozostawić na 24 h. Po upływie tego czasu osad przesączyć przez suchy i zważony tygiel Schotta G-1, przemyć alkoholem etylowym bezwodnym i suszyć w temperaturze 110°C w ciągu 1 h. Tygiel wraz z osadem ochłodzić w eksykatorze i zważyć.

2.1.11.3. Wyznaczanie poprawki na zawartość węglanów. Rozpuścić zważony osad ftalanu potasowego w około 50 cm³ wody destylowanej zobojętnionej wobec fenoloftaleiny, dodać 3-4 krople fenoloftaleiny i jeśli roztwór jest alkaliczny, miareczkować 0,1N roztworem kwasu solnego.

2.1.11.4. Obliczanie wyników. Zawartość bezwodnika kwasu ftalowego X_3 oznaczanego w postaci ftalanu potasowego obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(P - K) \cdot 0,5136}{S \cdot \frac{X_2}{100}} \cdot 100 \quad (4)$$

w którym:

P — masa osadu ftalanu potasowego, g,

K — poprawka na zawartość węglanów,

S — odważka roztworu badanej żywicy, g,

X_2 — zawartość substancji nielotnych w żywicy, %,

0,5136 — mnożnik przeliczeniowy osadu $C_6H_4 \cdot (COOK)_2 \cdot C_2H_5OH$ na bezwodnik ftalowy.

Poprawkę na zawartość węglanów K obliczyć wg wzoru

$$K = V \cdot 0,1382 \quad (5)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1N roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania roztworu osadu ftalanu potasowego, cm³,

0,1382 — milirównoważnik K_2CO_3 .

Zawartość bezwodnika kwasu ftalowego X_4 oznaczanego w postaci ftalanu ołowiu obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{A \cdot 0,323}{S \cdot \frac{X_2}{100}} \cdot 100 \quad (6)$$

w którym:

A — masa osadu ftalanu ołowiu, g,

S — odważka roztworu badanej żywicy, g,

X_2 — zawartość substancji nielotnych w żywicy, %,

0,323 — mnożnik korekcyjny otrzymany w wyniku analizy związku o znanej zawartości bezwodnika ftalowego.

2.1.11.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej trzech oznaczeń, których wyniki nie różnią się więcej od wyniku średniego niż 2%.

W przypadku oznaczania bezwodnika ftalowego w postaci ftalanu ołowiu za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej trzech oznaczeń, których wyniki nie różnią się więcej od wyniku średniego niż 3%.

2.1.12. Oznaczanie zawartości kwasów tłuszczowych

2.1.12.1. Odczynniki

a) Eter naftowy, cz.

b) Eter etylowy, cz.

c) Alkohol etylowy, 96-procentowy.

d) Kwas solny cz.d.a., 4N roztwór.

e) Siarczan sodowy bezwodny cz.d.a.

f) Wskaźnikowe papierki uniwersalne.

g) Wskaźnikowe papierki Kongo.

2.1.12.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby z zebranymi przesączami otrzymanymi wg 2.1.11.2 dodać 25 cm³ wody destylowanej, połączyć ją z chłodnicą Liebiga i umieścić na łaźni wodnej. Odparować rozpuszczalnik zateżając objętość roztworu do około 25 cm³. Przenieść ilościowo zawartość kolby do rozdzielacza pojemności 500 cm³, rozcieńczyć do około 300 cm³ wodą destylowaną i dodać 10 cm³ alkoholu etylowego. Roztwór ekstrahować trzema porcjami po 50 cm³ eteru naftowego, a następnie warstwę wodną przenieść do rozdzielacza pojemności 500 cm³. Połączone wyciągi eterowe przemyć dwukrotnie niewielką ilością wody destylowanej i wody z przemycia dołączyć do rozdzielacza z warstwą wodną. Ekstrakty eterowe wykorzystać do oznaczania ewentualnej zawartości fenoli wg 2.1.14.2.

Warstwę wodną w rozdzielaczu zakwasić kwasem solnym wobec papierka Kongo (niebieskie zabarwienie) i ekstrahować trzykrotnie porcjami po 50 cm³ eteru etylowego. Otrzymane wyciągi eterowe połączyć i przemycić wodą destylowaną, sprawdzając odmycie od kwasu solnego za pomocą papierka uniwersalnego, a następnie przenieść je ilościowo do kolby stożkowej pojemności 300 cm³. Osuszyć eterowy roztwór bezwodnym siarczanem sodowym. Przesączyć osuszony ekstrakt eterowy do kolby kulistej uprzednio wysuszonej i zważonej z dokładnością do 0,0002 g, osad na sączku przemyć niewielką ilością eteru. Oddestylować eter na łaźni wodnej w atmosferze gazu obojętnego w celu zabezpieczenia kwasów przed utlenieniem. Pozostałość w kolbie suszyć w suszarce próżniowej w temperaturze 60°C w ciągu 20 min, następnie ochłodzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

2.1.12.3. Obliczanie wyników. Procentową zawartość kwasów tłuszczowych X_5 obliczyć wg wzoru

$$X_5 = \frac{G}{S \cdot \frac{X_2}{100}} \cdot 100 \quad (7)$$

w którym:

G — masa pozostałości po wysuszeniu, g,

S — odważka roztworu żywicy ftalowej wg 2.1.11.

X_2 — zawartość substancji nielotnych w żywicy, %.

2.1.12.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej trzech oznaczeń, których wyniki nie różnią się więcej od wyniku średniego niż 5%.

2.1.13. Oznaczanie zawartości kalafonii

2.1.13.1. Odczynniki i roztwory

- Alkohol metylowy cz.d.a., bezwodny,
- Kwas siarkowy cz.d.a. ($d = 1,84$),
- Siarczan sodowy, 10-procentowy roztwór,
- Eter etylowy cz.
- Alkohol etylowy, 95-procentowy.
- Wodorotlenek potasowy cz.d.a., 0,5N roztwór alkoholowy.
- Oranż metylowy, 1-procentowy roztwór,
- Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór w alkoholu metylowym.

2.1.13.2. Wykonanie oznaczania. Mieszaninę kwasów tłuszczowych i kalafonii otrzymaną w 2.1.12.2 rozpuścić w 2 cm³ metanolu. Dodać, intensywnie mieszając, 3 krople stężonego H₂SO₄ oraz zarodniki wrzenia i ogrzewać zawartość kolby pod chłodnicą zwrotną na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 10 min.

Następnie szybko ochłodzić zawartość kolby do temperatury pokojowej. W rozdzielaczu pojemności 250 cm³ umieścić 50 cm³ roztworu siarczanu sodowego i przenieść do niego ilościowo zawartość kolby używając około 20 cm³ eteru.

Zawartość rozdzielacza dokładnie wytrząsnąć i po całkowitym oddzieleniu się warstwy eterowej przemyć ją ponownie 50 cm³ roztworu siarczanu sodowego do zaniku różowego zabarwienia roztworu wobec oranżu metylowego.

Dokładnie przemyć warstwę eterową przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 250 cm³, dodać 20 cm³ alkoholu etylowego i 10 kropli fenoloftaleiny. Miareczkować roztworem wodorotlenku potasowego do zmiany barwy na różowoczerwoną.

2.1.13.3. Obliczanie wyników. Zawartość kalafonii X_6 w przeliczeniu na kwas abietynowy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{V \cdot 0,5 \cdot 0,302 \cdot 100}{S \cdot \frac{X_2}{100}} - 0,74 \quad (8)$$

w którym:

- V — ilość roztworu 0,5N KOH zużytego do miareczkowania próbki, cm³,
 0,302 — milirównoważnik kwasu abietynowego, g,
 S — odważka roztworu żywicy ftalowej wg 2.1.11, g,
 0,74 — współczynnik korekcyjny dla kwasów kalafoniowych, których zawartość nie przekracza 15%,
 X_2 — zawartość części nielotnych w żywicy, %.

2.1.13.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej trzech oznaczeń, których wyniki nie różnią się więcej od wyniku średniego niż 5%.

2.1.14. Oznaczanie zawartości żywicy fenolowej

2.1.14.1. Odczynniki

- Eter etylowy cz.
- Alkohol etylowy, 96-procentowy.
- Siarczan sodowy bezwodny cz.d.a.

2.1.14.2. Wykonanie oznaczania. Wyciągi eterowe otrzymane wg 2.1.12.2 osuszyć bezwodnym siarczanem sodowym, przesączyć do kolby stożkowej pojemności 250 cm³ uprzednio wysuszonej i zważonej z dokładnością do 0,0002 g, przemyć kolbę i osad na sączku niewielką ilością eteru. Oddestylować eter na łaźni wodnej. Pozostałość w kolbie suszyć w temperaturze $130 \pm 2^\circ\text{C}$ w ciągu 20 min, następnie ochłodzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

2.1.14.3. Obliczanie wyników. Zawartość żywicy fenolowej X_7 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_7 = \frac{m}{S \cdot \frac{X_2}{100}} \cdot 100 \quad (9)$$

w którym:

- m — masa pozostałości po wysuszeniu, g,
 S — odważka analizowanego roztworu żywicy ftalowej wg 2.1.11, g,
 X_2 — zawartość części nielotnych w żywicy, %.

2.1.15. Badanie tolerancji względem bieli cynkowej

2.1.15.1. Zakres stosowania. Metoda dotyczy badania żywic ftalowych schnących na powietrzu.

2.1.15.2. Zasada badania. Tolerancję żywicy ftalowej względem bieli cynkowej określa się procentowym wzrostem lepkości umownej pigmentowanego roztworu żywicy po termostatowaniu go w temperaturze 40°C .

2.1.15.3. Wykonanie badania. Roztwór żywicy przygotowany wg 2.1.3 zmieszać z bielą cynkową (gatunek III) wg PN-72/C-81015 w stosunku masowym 2,22:1,6 (dla roztworu 45-procentowego), 2:1,6 (dla roztworu 50-procentowego) lub 1,66:1,6 (dla roztworu 60-procentowego).

Pigmentowany roztwór żywicy utrzymać do uzyskania rozmiaru $15 \div 25 \mu\text{m}$ wg BN-78/6110-09, po czym dodać rozpuszczalnik używany do sporządzania roztworu żywicy, doprowadzając lepkość umowną roztworu do $120 \div 130$ s. Pomiar lepkości umownej wykonać wg PN-80/C-81508.

W 3 kolbach stożkowych pojemności 300 cm³ umieścić po około 150 cm³ pigmentowanego roztworu, kolby zamknąć szczelnie i umieścić w cieplarni o temperaturze $40 \pm 1^\circ\text{C}$ na 72 h. Po upływie tego czasu powtórnie zmierzyć lepkość umowną roztworu.

Wzrost lepkości umownej pigmentowanego roztworu żywicy X_8 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_8 = \frac{b_2 - b_1}{b_1} \cdot 100 \quad (10)$$

w którym:

- b_2 — lepkość umowna pigmentowanego roztworu żywicy termostatowanej, s.
 b_1 — lepkość umowna początkowa pigmentowanego roztworu żywicy, s.

2.1.16. Badanie tolerancji względem oleju lnianego. Oznaczanie wykonuje się dla żywic ftalowych schnących w temperaturze otoczenia.

a) Badanie tolerancji względem oleju lnianego rafinowanego. Do zlewki pojemności 400 cm³ odważyć 25 g roztworu badanej żywicy i 25 g rafinowanego oleju lnianego¹⁾ z dokładnością do 0,1 g. Zawartość zlewki ogrzewać na łaźni wodnej w ciągu 1 h mieszając od czasu do czasu. Następnie rozcieńczyć benzyną do lakierów rodzaj C wg PN-66/C-96023 w stosunku masowym 1 + 1. Żywica łączy się z rafinowanym olejem lnianym, jeśli roztwór jest klarowny. Dopuszcza się lekkie zmętnienie bez osadu. Powłoka na płytce szklanej otrzymana przez polewanie powinna pozostać jednolita i przezroczysta po ulotnieniu się rozpuszczalnika.

b) Badanie tolerancji względem oleju lnianego zagęszczonego termicznie przeprowadzić jak w a) stosując olej lniany zagęszczony termicznie²⁾.

2.1.17. Badanie tolerancji względem żywic maleinowych wykonać jak w a) stosując zamiast oleju lnianego żywicę maleinową MA-56 wg BN-79/6111-08 w stosunku masowym 1 + 1 w temperaturze 260°C.

2.1.18. Badanie tolerancji względem żywic melaminowych i mocznikowych. Przygotować 50-procentowy roztwór żywicy melaminowej lub mocznikowej wg BN-78/6111-03 w butanolu wg PN-74/C-83015 oraz 45 lub 50-procentowy roztwór badanej żywicy ftalowej w ksylenie wg BN-73/0517-11. W zlewce pojemności 200 cm³ dokładnie wymieszać 30 cm³ roztworu żywicy melaminowej lub mocznikowej z 70 cm³ roztworu żywicy ftalowej. Otrzymany roztwór powinien być klarowny i nie powinien zawierać osadu.

Wymalowanie na płytce szklanej, przygotowanej wg PN-74/C-81513, wykonane przez polewanie zgodnie z PN-79/C-81514 powinno dać powłokę jednolitą i przezroczystą po 15-minutowym podsuszeniu na powietrzu i następnie suszeniu w temperaturze 100 ÷ 105°C przez 1 h.

2.1.19. Określenie czasu schnięcia

2.1.19.1. Określanie czasu schnięcia powłok żywic ftalowych schnących w temperaturze otoczenia. 45 lub 50-procentowy roztwór badanej żywicy zasyktywować sykatywami naftenowymi: kobaltową, ołowiową i wapniową w ilości 0,03% Co, 0,5% Pb, 0,25% Ca w przeliczeniu na zawartość części nielotnych żywicy, jeżeli w normie przedmiotowej nie przewiduje się inaczej. Następnie roztwór rozcieńczyć do lepkości umownej 75 s wg PN-80/C-81508 rozpuszczalnikami podanym w normie przedmiotowej i pomalować 3 płytki szklane przygotowane wg PN-74/C-81513 za pomocą pędzla lub aplikatora wg PN-79/C-81514. Płytki umieścić w pozycji poziomej w pomieszczeniu o temperaturze 20 ± 2°C i wilgotności względnej powietrza 65 ± 5%. Po upływie czasu przewidzianego w normie przedmiotowej sprawdzić uzyskanie przez powłokę 1 stopnia wyschnięcia wg PN-79/C-81519. Grubość powłoki po wysuszeniu powinna wynosić 20 ÷ 30 µm.

2.1.19.2. Określanie czasu schnięcia powłok żywic ftalowych schnących w podwyższonych temperaturach. 45 lub 50-procentowy roztwór żywicy badanej zmieszać w sto-

sunku masowym 3 + 1 z 50-procentowym roztworem żywicy melaminowej Melolak B wg BN-78/6111-03. Otrzymaną mieszaniną pomalować 3 płytki szklane przygotowane wg PN-74/C-81513 za pomocą pędzla lub aplikatora wg PN-79/C-81514. Po 15-minutowym podsuszeniu na powietrzu powłoki należy suszyć w temperaturze 100 ÷ 105°C do uzyskania 7 stopnia wyschnięcia wg PN-79/C-81519 w czasie podanym w normie przedmiotowej. Grubość powłoki po wysuszeniu powinna wynosić 20 ÷ 30 µm.

2.1.20. Oznaczanie twardości powłok żywic ftalowych przeznaczonych do suszenia w temperaturach podwyższonych. Powłoki na płytkach szklanych po wykonaniu oznaczania czasu schnięcia wg 2.1.19.2 należy aklimatyzować przez 3 h w temperaturze 20 ± 2°C i wilgotności względnej powietrza 65 ± 5%. Twardość względną powłok określić wg PN-79/C-81530 metodą A.

2.1.21. Badanie odporności powłok na podwyższoną temperaturę

2.1.21.1. Zasada badania polega na ocenie stopnia żółknięcia powłok pigmentowanych bielą tytanową, poddanych działaniu podwyższonej temperatury.

2.1.21.2. Wykonanie badania dla żywic ftalowych schnących na powietrzu. 45- lub 50-procentowy roztwór żywicy zmieszać z bielą tytanową gatunek Tytanpol R-323³⁾ w stosunku masowym 1 + 1. Pigmentowany roztwór żywicy ucierać do uzyskania roztarcia 15 ÷ 25 µm oznaczonego wg BN-78/6110-09. Następnie zasyktywować i rozcieńczyć wg 2.1.19. 1. Przygotować powłoki zgodnie z PN-72/C-81546 malując pędzlem lub aplikatorem, przy czym po osiągnięciu 1 stopnia wyschnięcia aklimatyzować je przez 72 h w temperaturze 40 ± 2°C. Grubość powłok powinna wynosić 20 ÷ 30 µm. Oznaczyć tendencję do żółknięcia wg PN-72/C-81546.

2.1.21.3. Wykonanie badania dla żywic ftalowych schnących w podwyższonych temperaturach. Mieszaninę roztworu żywicy ftalowej i Melolaku B przygotowaną wg 2.1.19.2 zmieszać z bielą tytanową Tytanpol R-323³⁾ w stosunku masowym 4 + 1. Pigmentowany roztwór żywicy ucierać do uzyskania roztarcia 15 ÷ 25 µm, a następnie rozcieńczyć rozpuszczalnikami o składzie 3 części ksylenu wg BN-73/0517-11 i 1 części butanolu wg PN-74/C-83015 do lepkości umownej 50 ÷ 55 s. Następnie przygotować powłoki do badań wg PN-72/C-81546 malując pędzlem lub aplikatorem. Po 15-minutowym podsuszeniu na powietrzu próbki suszyć w temperaturze 100 ÷ 105°C przez 1 h, a następnie aklimatyzować przez 3 h w temperaturze 20 ± 2°C i wilgotności względnej powietrza 65 ± 5%. Grubość powłoki powinna wynosić 20 ÷ 30 µm. Oznaczyć tendencję do żółknięcia powłok wg PN-72/C-81546.

2.1.22. Badanie odporności powłok na działanie wody

2.1.22.1. Przygotowanie płytek do badań. 3 płytki szklane przygotowane wg PN-74/C-81513 pomalować roztworem żywicy przygotowanej wg 2.1.19.1 lub 2.1.19.2 pędzlem i suszyć do osiągnięcia stopnia wyschnięcia zgodnego z normą przedmiotową w sposób podany w 2.1.19. Grubość powłok do badań powinna wy-

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 4.

²⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 5.

³⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 6.

nosić $20 \div 30 \mu\text{m}$. Brzegi płytek zabezpieczyć parafiną.

2.1.22.2. Aklimatyzacja powłok. Powłoki aklimatyzować jak w 2.1.21.2 lub 2.1.21.3, jeżeli w normie przedmiotowej nie przewiduje się inaczej.

2.1.22.3. Wykonanie badania. Badanie wykonać na powłokach przygotowanych wg 2.1.22.1 i aklimatyzowanych wg 2.1.22.2 zgodnie z PN-76/C-81521 stosując czas zanurzania 24 h, jeżeli w normie przedmiotowej nie przewiduje się inaczej. Ocenę wyglądu powłoki należy przeprowadzić po uprzednim przetarciu flanelą.

2.2. Metody badań roztworów żywic ftalowych tikotropowych

2.2.1. Badanie wyglądu wykonać wg 2.1.1 a).

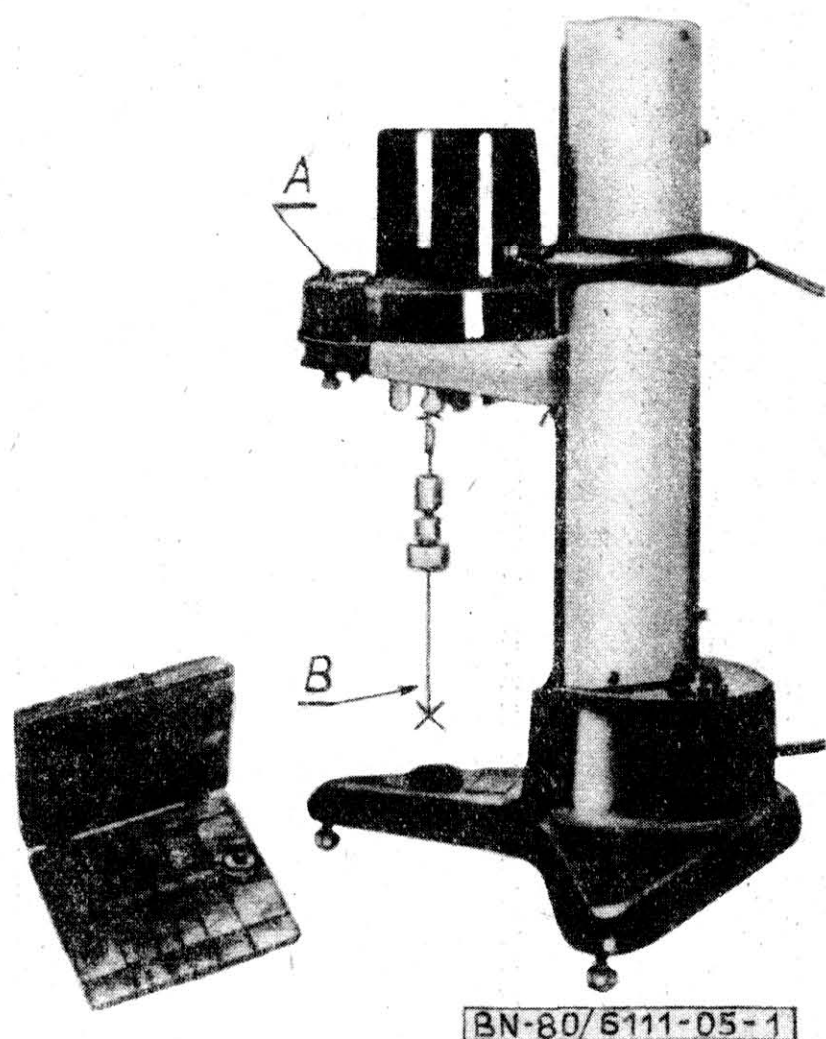
2.2.2. Określanie barwy wykonać wg 2.1.2.

2.2.3. Oznaczanie lepkości lepkościomierzem Brookfielda¹⁾

2.2.3.1. Zasada metody polega na pomiarze momentu obrotowego krzyżyka, obracającego się w badanej cieczy ze stałą określoną prędkością. Opór jaki stawia ciecz jest funkcją jej lepkości.

2.2.3.2. Przyrządy

a) Lepkościomierz obrotowy Brookfielda typ RVT wyposażony w komplet krzyżyków i statyw (rys. 1).



BN-80/6111-05-1

Rys. 1. Lepkościomierz obrotowy Brookfielda typ RVT

b) Termostat wodny umożliwiający utrzymanie temperatury $\pm 0,2^\circ\text{C}$,

c) Zlewka pojemności 150 cm^3 o średnicy $52 \pm 2 \text{ mm}$ i wysokości $85 \pm 2 \text{ mm}$.

d) Mieszadło elektryczne.

e) Sekundomierz.

2.2.3.3. Przygotowanie próbki do badań. Badany roztwór żywicy tikotropowej ogrzać do temperatury

$60 \div 70^\circ\text{C}$, przelać do zlewki wg 2.2.3.2c) i pozostawić na 24 h w temperaturze pokojowej.

2.2.3.4. Dobór prędkości obrotowej i krzyżyka lepkościomierza. Należy tak dobrać prędkość obrotową i krzyżyk, aby wszystkie odczyty znajdowały się w zakresie od 45 do 95% skali odchyleń. Krzyżyk oraz prędkość obrotową należy dobierać w zależności od lepkości badanej żywicy²⁾.

2.2.3.5. Wykonanie oznaczania. Przygotowaną wg 2.2.3.3 próbkę żywicy mieszać w ciągu 30 min za pomocą mieszadła elektrycznego z prędkością obrotową około 2000 obr/min. Następnie wyłączyć mieszadło, włączyć sekundomierz, umieścić zlewkę w termostacie o temperaturze $25 \pm 0,2^\circ\text{C}$ i zanurzyć krzyżyk lepkościomierza B na głębokości $8 \pm 2 \text{ mm}$. Nastawić aparat na prędkość obrotową 2,5 obr/min.

Włączyć aparat i po 30 min odczytać na skali A wskazania przyrządu z dokładnością do 1 podziałki jednostkowej.

2.2.3.6. Obliczanie wyników. Lepkość X_9 obliczyć w $\text{Pa} \cdot \text{s}^3$) wg wzoru

$$X_9 = \frac{l \cdot k}{1000} \quad (11)$$

w którym:

l — wartość momentu obrotowego odczytana na skali lepkościomierza Brookfielda,

k — współczynnik odczytany z tablicy w zależności od rodzaju stosowanego krzyżyka i prędkości obrotowej.

Wartości współczynnika k dla lepkościomierza Brookfielda typ RVT w zależności od rodzaju krzyżyka i prędkości jego obrotów

Prędkość obrotowa krzyżyka obr/min	Rodzaj krzyżyka					
	T-A	T-B	T-C	T-D	T-E	T-F
0,5 RPM	40	80	200	400	1000	2000
1,0 RPM	20	40	100	200	500	1000
2,5 RPM	8	16	40	80	200	400
5,0 RPM	4	8	20	40	100	200

2.2.4. Badanie stabilności

2.2.4.1 Zasada metody zgodna z 2.1.5.1.

2.2.4.2. Wykonanie badania. Roztwór żywicy tikotropowej ogrzany do temperatury $60 \div 70^\circ\text{C}$ umieścić w 3 kolbach stożkowych ze szlifem pojemności 300 cm^3 w ilościach po 200 cm^3 w każdej. Kolby zamknąć szczelnie i przechowywać w temperaturze $40 \pm 1^\circ\text{C}$ przez 7 dob. Po upływie tego czasu podgrzać je ponownie do temperatury $60 \div 70^\circ\text{C}$, zawartość ich przenieść do zlewek wg 2.2.3.2, pozostawić w temperaturze pokojowej na 24 h, po czym określić lepkość lepkościomierzem Brookfielda wg 2.2.3.5.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 7.

²⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 8.

³⁾ $1 \text{ Pa} \cdot \text{s} = 1000 \text{ cP}$.

2.2.4.3. Obliczanie wyników. Stabilność roztworu żywicy X_{10} obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{10} = \frac{\eta - X_9}{X_9} \cdot 100 \quad (12)$$

w którym:

η — lepkość roztworu żywicy termostatowanej w temperaturze $40 \pm 1^\circ\text{C}$, P·s,

X_9 — lepkość początkowa roztworu żywicy, Pa·s.

2.2.5. Oznaczanie zawartości substancji nietlotnych wykonać zgodnie z 2.1.7.

2.2.6. Oznaczanie liczby kwasowej wykonać wg 2.1.8.

2.2.7. Oznaczanie liczby hydroksylowej wykonać wg 2.1.10.

2.2.8. Oznaczanie zawartości bezwodnika kwasu ftalowego wykonać wg 2.1.11.

2.2.9. Oznaczanie zawartości kwasów tłuszczowych wykonać wg 2.1.12.

2.2.10. Określanie czasu schnięcia

2.2.10.1. Przygotowanie próbki do badań. Badaną żywicę tiksotropową ogrzać do temperatury $60 \div 70^\circ\text{C}$, dodać rozpuszczalnik butanol wg PN-74/C-83015 i benzynę do lakierów rodzaj C wg PN-66/C-96023 w stosunku masowym 3 + 1 do uzyskania 50-procentowego roztworu, po czym schłodzić do temperatury otoczenia i zasyktywować jak w 2.1.19.1.

2.2.10.2. Przygotowanie powłok do badań. Próbkę przygotowaną wg 2.2.10.1 po 24 h nanieść na 3 płytki szklane wg PN-74/C-81513 aplikatorem o wysokości szczeliny 0,09 mm zgodnie z PN-79/C-81514.

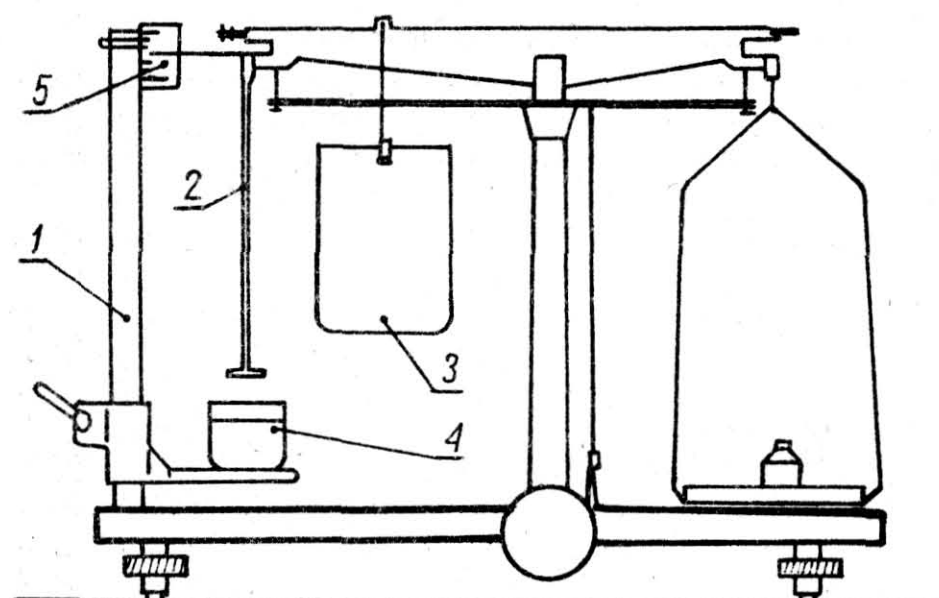
2.2.10.3. Wykonanie oznaczania. Powłoki przygotowane wg 2.2.10.2 umieścić w pozycji poziomej w temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$ i wilgotności względnej powietrza $65 \pm 5\%$. Po upływie czasu przewidzianego w normie przedmiotowej sprawdzić stopnie wyschnięcia powłok wg PN-79/C-81519.

2.2.11. Badanie wytrzymałości żelu metodą wagową

2.2.11.1. Zasada metody polega na określeniu siły potrzebnej do wciśnięcia czujnika w kształcie walca o ściśle sprecyzowanej średnicy do żywicy tiksotropowej na stałą wyznaczoną głębokość.

2.2.11.2. Przyrządy

a) Przyrząd do badania wytrzymałości żelu, tzn. specjalnie przystosowana waga techniczna (rys. 2).



BN-80/6111-05-21

Rys. 2. Przyrząd do badania wytrzymałości żelu:

1 — przesuwny statyw, 2 — nurnik z czujnikiem, 3 — naczynie na wodę, 4 — zlewka z badaną żywicą, 5 — skala.

b) Metalowy czujnik o średnicy 25,4 mm.

c) Zlewka pojemności 150 cm³ o średnicy 52 ± 2 mm i wysokości 85 ± 2 mm.

d) Termostat wodny utrzymujący temperaturę w zakresie $25 \pm 0,2^\circ\text{C}$.

2.2.11.3. Przygotowanie próbki do badań — wg 2.2.3.3.

2.2.11.4. Wykonanie oznaczania. Próbkę żywicy przygotowaną wg 2.2.11.3 wstawić do termostatu o temperaturze $25 \pm 0,2^\circ\text{C}$ i pozostawić na 2 h. Następnie na przesuwным statywie 1 umieścić zlewkę z żywicą 4 i podnieść na taką wysokość, aby czujnik nurnika 2 stykał się z żywicą. Naczynie 3 umieszczone na lewej części belki wagi, napełniać wodą płynącą ze stałą prędkością 100 cm³/min do momentu, kiedy wskazówka wagi wychyli się do określonej zawsze tej samej wartości na skali 5 odpowiadającej wgłębieniu czujnika 6 mm.

Podczas napełniania naczynia 3 wodą, czujnik nurnika 2 zostaje wciśnięty w głąb żywicy 4. Zważyć masę wody zebranej w naczyniu 3. Miarę wytrzymałości żelu stanowi masa wody potrzebna do osiągnięciażądanego wychylenia wskazówki wagi.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Przemysłu Tworzyw i Farb — Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-74/6111-05

a) wyeliminowano badanie tolerancji względem chlorokauczuku, żywic winylowych oraz żywic fenolowych modyfikowanych kalafonią jako testy nie znajdujące zastosowania w normach przedmiotowych na żywice ftalowe.

b) uwzględniono w metodach badań produkowane obecnie 45-procentowe roztwory żywic ftalowych,

c) wprowadzono metody badań roztworów żywic ftalowych tiksotropowych.

3. Normy związane

PN-74/A-79522 Spirytus rektyfikowany

PN-71/C-04524 Przetwory naftowe. Oznaczanie liczby zmydlania i zawartości tłuszczów w olejach

PN-58/C-04526 Określanie barwy za pomocą skali jodowej

PN-72/C-81015 Biel cynkowa

PN-80/C-81508 Oznaczanie czasu wypływu wyrobów lakierowych i farb graficznych kubkami wypływowymi (lepkość umowna)

PN-80/C-81509 Wyroby lakierowe. Oznaczanie liczby kwasowej

PN-79/C-81512 Wyroby lakierowe. Oznaczanie zawartości składników podstawowych

PN-74/C-81513 Wyroby lakierowe. Płytki do badań

PN-79/C-81514 Wyroby lakierowe. Sposoby otrzymywania powłok do badań

PN-79/C-81519 Wyroby lakierowe. Określanie stopnia wyschnięcia i czasu wysychania

PN-76/C-81521 Wyroby lakierowe. Badanie odporności powłok lakierowych na działanie wody oraz oznaczanie nasiąkliwości

PN-79/C-81530 Wyroby lakierowe. Oznaczanie twardości powłok
PN-72/C-81546 Wyroby lakierowe. Oznaczanie tendencji do żółknięcia białych pigmentowanych powłok lakierowych

PN-74/C-83015 Butanol-1 syntetyczny techniczny

PN-66/C-96023 Przetwory naftowe. Benzyna do lakierów

BN-73/0517-11 Ksylen

BN-68/6110-13 Żywice lakiernicze. Oznaczanie liczby hydroksylowej

BN-78/6111-03 Żywice lakiernicze. Żywice aminowe butyloksylowane

BN-78/6110-09 Wyroby lakierowe. Oznaczanie roztarcia pigmentów i wypełniaczy przy użyciu grindometru

BN-79/6111-08 Żywice lakiernicze. Polomal MA-56

4. Wymagania techniczne dla oleju lnianego rafinowanego technicznego, ZN-72/MPCh-Fl-533 — Zakłady Chemiczne, Szczecin.

5. Wymagania techniczne dla oleju lnianego termicznie zagęszczanego, ZN-71/MPCh-FL-473. Półprodukty do wyrobów lakierowych — Zakłady Chemiczne, Hajduki.

6. Wymagania techniczne dla bieli tytanowej „Tytanpol” R-323, ZN-77/MPCh/N-226 — Pigmenty dwutlenku tytanu. Biel tytanowa, Zakłady Chemiczne „Police”.

7. Producent lepkościomierza Brookfield — amerykańska firma Engineering Laboratories Inc.

8. Dobór prędkości obrotowej i krzyżyka lepkościomierza. Dla obecnie produkowanych żywic tiksotropowych zaleca się przyjmując prędkość obrotową równą 2,5 obr/min, przy czym dla żywicy SAF-SE-62 tix. stosować należy krzyżyk T-E, natomiast dla L-61 tix. S krzyżyk T-C.

9. Autor projektu normy — mgr B. Rabiasz — Instytut Przemysłu Tworzyw i Farb, Gliwice.
0000