

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-70 6110-32
	Żywice poliestrowe wodorozcieńczalne	
	Metody badań	Grupa katalogowa X 29

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań żywic wodorozcieńczalnych otrzymanych:

- a) z adduktu maleinowo-tungowego,
 - b) z żywicy ftalowej,
- a także kolejnych produktów pośrednich służących do syntezy wymienionych żywic.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Objęte normą metody badań stosuje się w kontroli międzyoperacyjnej oraz kontroli produktów końcowych, tj. żywic wodorozcieńczalnych.

Kontrola międzyoperacyjna obejmuje następujące produkty pośrednie:

- a) służące do otrzymania żywicy wodorozcieńczalnej z adduktu maleinowo-tungowego (w dalszej treści normy nazywanej żywicą maleinowo-tungową),
 - addukt maleinowo-tungowy,
 - poliestr maleinowo-tungowy,
 - prekondensat,
- b) służące do otrzymania żywicy wodorozcieńczalnej ftalowej
 - żywica ftalowa,
 - prekondensat.

Kontrola produktów gotowych obejmuje:

- żywice wodorozcieńczalne maleinowo-tungowe,
- żywice wodorozcieńczalne ftalowe.

1.3. Normy związane

- PN-64/C-81509 Lakier. Oznaczanie liczby kwasowej
- PN-58/C-04526 Określanie barwy za pomocą skali jodowej
- PN-64/C-81508 Oznaczanie lepkości kubkiem wypływowym typ Forda
- BN-65/6111-05 Żywice ftalowe. Metody badań
- PN-62/C-84912 Azot techniczny sprężony

**2. METODY BADAŃ ŻYVIC WODOROZCIEŃCZALNYCH
MALEINOWO-TUNGOWYCH****2.1. Badanie adduktu maleinowo-tungowego****2.1.1. Oznaczanie wolnego bezwodnika kwasu maleinowego**

2.1.1.1. Zasada oznaczania polega na pomiarze absorpcji światła przez barwny związek kompleksowy, jaki tworzy bezwodnik kwasu maleinowego z dwumetyloaniliną w środowisku bezwodnego acetonu.

2.1.1.2. Odczynniki i materiały pomocnicze

- a) Dwumetyloanilina cz.d.a.
- b) Bezwodnik kwasu maleinowego cz.d.a.
- c) Aceton cz.d.a. (dwukrotnie destylowany).
- d) Kolorymetr np. Spekol.
- e) Kolby pomiarowe pojemności: 10 ml, 25 ml.
- f) Mikrobiureta pojemności 10 ml.
- g) Pipeta pojemności 5 ml.

2.1.1.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do odpowiednio wymytych i wysuszonych kolbek pomiarowych, pojemności 10 ml, wprowadzić kolejno z mikrobiurety acetonowy roztwór wzorcowy (1 mg bezwodnika maleinowego w 1 ml roztworu) w ilościach następujących:

Nr kolejny próbki	Ilość roztworu wzorcowego ml
I	0,5
II	1,0
III	1,5
IV	2,0
V	2,5
VI	3,0
VII	3,5
VIII	4,0
IX	4,5
X c	5,0

Zjednoczenie Przemysłu Farb i Lakierów

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Farb i Lakierów dnia 26 października 1970 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 kwietnia 1971 r.

(Mon. Pol. nr poz.)

Dodać do każdej kolbki pipetą po 5 ml dwumetyloaniliny i uzupełnić do kreski acetonem.

Otrzymane roztwory wzorcowe oznaczać kolorymetrycznie przy użyciu filtra fioletowego (optymalna długość fali $\lambda = 410 \text{ nm}$) postępując dalej zgodnie z instrukcją obsługi stosowanego przyrządu.

Jako roztwór zerowy przyjąć wodę destylowaną. Na podstawie danych uzyskanych z powyższych pomiarów wykreślić krzywą wzorcową ujmującą zależność pomiędzy absorpcją (A) i stężeniem badanego roztworu (C).

2.1.1.4. Wykonanie oznaczania. Próbkę $0,0300 \pm 0,0500 \text{ g}$ adduktu odważonego z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$ rozpuścić w niewielkiej ilości acetonu, przenieść ilościowo do kolbki o pojemności 10 ml , po czym odmierzyć pipetą 5 ml dwumetyloaniliny. Zawartość kolbki dopełnić do kreski acetonem, wymieszać i po upływie 5 min oznaczyć w warunkach identycznych jak w 2.1.1.3.

2.1.1.5. Obliczanie wyników. Zawartość bezwodnika maleinowego (X) w addukcie obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 100}{b}$$

w którym:

- a - zawartość bezwodnika maleinowego (mg) odczytana z krzywej wzorcowej, mg,
- b - odważka adduktu maleinowo-tungowego, mg.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej 3 oznaczeń nie różniących się od średniej więcej aniżeli o 3%.

2.2. Badania poliestru maleinowo-tungowego

2.2.1. Oznaczanie liczby kwasowej wykonać zgodnie z PN-64/C-81509.

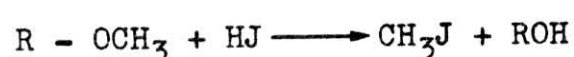
2.2.2. Oznaczanie lepkości wykonać wg PN-64/C-81508 kubkiem Forda nr 4 stosując do badania 50-procentowy roztwór żywicy w rozpuszczalniku wg normy przedmiotowej.

2.2.3. Określenie barwy wykonać zgodnie z PN-58/C-04526.

2.3. Badanie prekondensatu

2.3.1. Określenie stopnia prekondensacji

2.3.1.1. Zasada oznaczania. Stopień prekondensacji określa się pośrednio przez oznaczanie procentowej zawartości niezwiązanych grup metoksyloowych sześciometoksymetylomelaminy w stosunku do mieszaniny wyjściowej. Zasada oznaczania polega na reakcji kwasu jodowodorowego z grupami metoksyloowymi:



Odszczepiony jodek metylowy oznacza się jodometrycznie.

2.3.1.2. Odczynniki i materiały pomocnicze

- a) Kwas jodowodorowy 57-procentowy (1,7).
- b) Brom cz.d.a. wolny od jodu.
- c) Kwas mrówkowy cz.d.a. 90-procentowy.
- d) Jodek potasowy cz.d.a.

e) Tiosiarczan sodu, roztwór $0,1 \text{ n}$.

f) Octan sodu uwodniony ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 20-procentowy roztwór w lodowatym kwasie octowym.

g) Kwas siarkowy, roztwór 2 n .

h) Skrobia roztwór 1-procentowy.

i) Ksylen cz.d.a.

k) Azot sprężony techniczny gat. I wg PN-62/C-84912.

1) Aparat do oznaczania grup alkoksylowych.

2.3.1.3. Wykonanie oznaczania. Próbkę żywicy $0,0300 \pm 0,0500 \text{ g}$ odważoną z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$ wprowadzić do kolby reakcyjnej, rozpuścić w 2 ml ksylenu, po czym dodać 5 ml kwasu jodowodorowego. Kolbę z zawartością dołączyć do pozostałej części aparatu. Całość zestawu zamknąć, uszczelniając szlify smarem silikonowym, doprowadzić wodę do chłodnicy.

Odbieralnik napełnić 10 ml roztworu octanu sodu i $0,5 \text{ ml}$ bromu, po czym zanurzyć go w naczyniu z wodą i lodem. Wprowadzić do układu azot, regulując jednocześnie szybkość jego przepływu ($1-2$ banieczki na sekundę). Kolbę reakcyjną ogrzewać na łaźni olejowej w temperaturze 150°C w czasie 45 min . Na 10 min przed zakończeniem reakcji zwiększyć przepływ azotu ($2-3$ banieczki na sekundę). Po upływie ustalonego czasu odłączyć odbieralnik, przenieść ilościowo jego zawartość do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem, pojemności 250 ml . Następnie dodać parę kropel kwasu mrówkowego w celu usunięcia bromu, 25 ml octanu sodowego, 25 ml kwasu siarkowego oraz 10 ml 10-procentowego roztworu jodku potasu. Po 10 min zawartość kolby miareczkować tiosiarczanem sodu wobec skrobi jako wskaźnika.

Przy każdej analizie wykonywać ślepią próbę.

2.3.1.4. Obliczanie wyników. Zawartość grup metoksyloowych obliczyć w procentach wg wzoru

$$\text{CH}_3\text{O} = \frac{(a-b) 0,5172 \cdot 100}{g}$$

w którym:

- a - objętość $0,1 \text{ n}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ zużytego na miareczkowanie badanej próbki, ml,
- b - objętość $0,1 \text{ n}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ zużytego na miareczkowanie ślepej próby, ml,
- g - odważka żywicy, mg,
- $0,5172$ - ilość mg CH_3O odpowiadająca 1 ml $0,1 \text{ n}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej 3 oznaczeń różniących się od średniej nie więcej aniżeli o 5%.

2.3.2. Oznaczanie lepkości wykonać jak w 2.2.2.

2.3.3. Oznaczanie liczby kwasowej wykonać jak w 2.2.1.

2.4. Badanie gotowej żywicy wodorozcieńczalnej

2.4.1. Określenie barwy wykonać jak w 2.2.3.

2.4.2. Oznaczanie zawartości substancji nielotnych. Odważyć około 1 g badanej żywicy z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$ w szalce Petriego $\varnothing 6,5 \text{ cm}$. Umieścić szalkę wraz z zawartością w suszarce i suszyć w temperaturze 130°C w czasie 45 min . Zważyć suchą pozostałość.

Zawartość substancji nielotnych (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(a - b) \cdot 100}{(c - b)}$$

w którym:

- a - waga próbki wraz z szalką po wysuszeniu, g,
- b - waga pustej szalki, g,
- c - waga próbki wraz z szalką przed suszeniem, g.

2.4.3. Oznaczanie lepkości wykonać jak w 2.2.2.

2.4.4. Oznaczanie pH wykonywać bezpośrednio w żywicy 60-procentowej lub jej wodnym roztworze o stężeniu wg normy przedmiotowej. Pomiar wartości pH przeprowadzić zgodnie z instrukcją obsługi danego pehametru.

2.4.5. Oznaczanie tolerancji względem wody. Odważyć w kolbie stożkowej 10 g badanej żywicy z dokładnością do 0,02 g i mieszając miareczkować wodą destylowaną do wystąpienia zmętnienia spoiwa. Ilość wody przypadająca na 1 g żywicy wyraża stopień tolerancji względem wody.

2.4.6. Oznaczanie liczby aminowej (LA)

2.4.6.1. Zasada oznaczania polega na potencjometrycznym miareczkowaniu występującej w żywicy trójetyloaminy jako czynnika doprowadzającego wyrób do optymalnego pH.

2.4.6.2. Roztwory i materiały pomocnicze

a) Mieszanina glikolu etylenowego z izopropanolem (1:1).

b) Kwas solny, roztwór 0,1n ww. mieszaninie przygotowany ze stężonego HCl (1,19); normalność kwasu określić przez miareczkowanie równoważnej odważki $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ wobec czerwieni metylowej.

c) Elektroda pomiarowa i szklana.

d) Elektroda odniesienia: kalomelowa.

e) Pehametr.

2.4.6.3. Wykonanie oznaczania. Próbkę żywicy około 1 g odważoną z dokładnością do 0,0002 g umieścić w zlewce pojemności 100 ml, rozpuścić w 20 ml mieszaniny izopropanolowo-glikolowej. Tak przygotowany roztwór zmiareczkować potencjometrycznie w układzie elektrod: szklana-kalomelowa 0,1n roztworem kwasu solnego, odczytując kolejne wartości SEM. Na podstawie uzyskanych wyników wykreślić krzywą zależność pierwszej pochodnej funkcji $E = f(V)$.

2.4.6.4. Obliczanie wyników. Liczbę aminową (LA) obliczyć wg wzoru

$$LA = \frac{56,1 \cdot V \cdot N \cdot 100}{g \cdot c} \quad (\text{mg KOH/1 g żywicy})$$

w którym:

- V - objętość zużytego kwasu solnego (ml) odpowiadająca maksimum krzywej $\frac{\Delta E}{\Delta V} = f(V)$, ml,
- N - normalność kwasu solnego,
- g - odważka badanej żywicy, g,
- c - zawartość substancji nielotnych w badanej żywicy, %.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej 3 oznaczeń różniących się od średniej nie więcej aniżeli o 2%.

2.4.7. Ocena zdolności wytwarzania prawidłowej powłoki. Wygląd powłoki oceniać wizualnie wg postanowień normy przedmiotowej dla odpowiedniej żywicy.

3. METODY BADAŃ ŻYWIC WODOROZCIENICZALNYCH FTALOWYCH

3.1. Badanie żywicy ftalowej i łącznik wykonać wg BN-65/6111-05 p. 2.1, 2.7, 2.8, 2.9, 2.10 i 2.11.

3.2. Badanie prekondensatu wykonać jak w 2.3.

3.3. Badanie gotowej żywicy wodorozcieńczonej wykonać jak w 2.4.

K O N I E C