

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A		BN-78
	Żyvice lakiernicze		6111-03
	Żyvice aminowe		Zamiast BN-71/6111-03 25
	butoksylowane		Grupa katalogowa X 27

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są żyvice aminowe butoksylowane otrzymane przez kondensację melaminy lub mocznika z formaldehydem i eteryfikację *n*-butanolem.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Żyvice aminowe butoksylowane są stosowane do produkcji wyrobów lakierowych.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. Ze względu na skład chemiczny rozróżnia się dwa rodzaje żywic aminowych butoksylowanych:

- żywica melaminowa butoksylowana o nazwie handlowej Melolak B,
- żywica mocznikowa butoksylowana o nazwie handlowej Karbadur.

2.2. Typy. Ze względu na własności żyvice dzielą się na typy:

Żywica melaminowa butoksylowana na:

- Melolak B typ II,
- Melolak B typ III.

Żywica mocznikowa butoksylowana na:

- Karbadur A,
- Karbadur B,
- Karbadur 50.

2.3. Przykład oznaczenia

a) żywicy melaminowej butoksylowanej typu Melolak B typ II:

Melolak B II BN-78/6111-03

b) żywicy mocznikowej butoksylowanej typu Karbadur A:

Karbadur A BN-78/6111-03

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Żyvice aminowe butoksylowane powinny być klarownymi cieczami. W żywicach mocznikowych dopuszcza się nieznaczne zmętnienie.

3.2. Wymagania fizykochemiczne — wg tabl. 1.

3.3. Trwałość. Żyvice aminowe butoksylowane powinny odpowiadać wymaganiom niniejszej normy w okresie 6 miesięcy od daty wyprodukowania.

Tablica 1

Wymagania	Rodzaje				
	Melolak B		Karbadur		
	Typy				
	II	III	A	B	50
1	2	3	4	5	6
a) Zmętnienie absolutne żywicy, nie więcej niż	0,02	0,02	0,05	0,05	0,05
b) Obecność zgałareceń i zanieczyszczeń mechanicznych			nie zawiera		
c) Znoszenie się z benzyną do lakierów w temperaturze 20°C %	200÷350	500÷1000	200÷350	200÷350	150÷250
d) Lepkość umowna mierzona kubkiem typu Forda w s.	50÷80	40÷70	40÷70	40÷80	100÷140
e) Barwa według skali jodowej, nie więcej niż	2	2	3	3	3
f) Liczba kwasowa (LK), nie więcej niż	2	2	2	2	2
g) Zawartość suchej substancji, %	48÷52	48÷52	50÷54	54÷58	52÷58
h) Zawartość wolnego formaldehydu, % nie więcej niż	3,5	3,5	3,0	3,0	3,0
i) Znoszenie się żywicy z żywicą Ftalak R-45 w stosunku 1:3			całkowita		
j) Wygląd powłoki lakierowej	przezroczysta, bez zmętnień, pęknięć, zbielania, kraterów i zjawiska pomarańczowej skórki				
k) Względna twardość powłoki lakierowej, co najmniej	0,3	0,2	0,15	0,10	—
l) Czas utwardzania powłoki lakierowej z utwardzaczem kwaśnym, nie więcej niż					
— do 1 stopnia wyschnięcia, min	80	—	80	80	80
— do 5 stopnia wyschnięcia, h	15	—	15	15	15
m) Wzrost lepkości żywicy z utwardzaczem kwaśnym po 8 h, %, nie więcej niż	50	a	50	50	50

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Tworzyw i Farb PLASTOFARB
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Tworzyw i Farb PLASTOFARB dnia
28 października 1978 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1979 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 2/1979 poz. 9)

cd. tabl. 1

Wymagania	Rodzaje				
	Melolak B		Karbador		
	Typy				
	II	III	A	B	50
1	2	3	4	5	6
i) Znoszenie się żywicy z żywicą Ftalak R-45 w stosunku 1:3	całkowita przezroczysta, bez zmętnień, pęknięć, zbielenia, kraterów i zjawiska pomarańczowej skórki				
j) Wygląd powłoki lakierowej					
k) Względna twardość powłoki lakierowej, co najmniej	0,3	0,2	0,15	0,10	—
l) Czas utwardzania powłoki lakierowej z utwardzaczem kwaśnym, nie więcej niż					
— do 1 stopnia wyschnięcia, min	80	—	80	80	80
— do 5 stopnia wyschnięcia, h	15	—	15	15	15
m) Wzrost lepkości żywicy z utwardzaczem kwaśnym po 8 h, ‰, nie więcej niż	50	—	50	50	50

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Żywice aminowe butoksylowane należy pakować w bębny metalowe pojemności 200 dm³ wg BN-76/5046-01 lub BN-76/5046-03 albo w cysterny stalowe po uzgodnieniu z odbiorcą.

Znakowanie, przechowywanie i transport — wg PN-73/C-81400.

5. BADANIA

5.1. Program badań

5.1.1. Badania pełne należy wykonywać przy każdej zmianie surowców i metod technologicznych mogących mieć wpływ na wyniki badań, w badaniach rozjemczych oraz przy okresowej kontroli produkcji, która powinna obejmować co 10 partię.

Badania pełne obejmują:

- sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- oznaczanie zmeńnienia absolutnego (3.2a),
- próbę na obecność zgalareceń i zanieczyszczeń mechanicznych (3.2b),
- oznaczanie znoszenia się z benzyną do lakierów (3.2c),
- oznaczanie lepkości (3.2d),
- oznaczanie barwy (3.2e),
- oznaczanie liczby kwasowej (3.2f),
- oznaczanie zawartości suchej substancji (3.2g),
- oznaczanie zawartości wolnego formaldehydu (3.2h),
- oznaczanie znoszenia się z żywicą Ftalak R-45 (3.2i),
- określanie wyglądu powłoki lakierowej (3.2j),
- oznaczanie względnej twardości powłoki lakierowej (3.2k),
- oznaczanie czasu utwardzania powłoki lakierowej z utwardzaczem kwaśnym (3.2l),

n) oznaczanie wzrostu lepkości żywicy z utwardzaczem kwaśnym po 8 godzinach (3.2m).

5.1.2. Badania niepełne obejmują badania wymienione w 5.1.1a), d), e), h), j), k). Badania niepełne przeprowadza się na każdej partii produktu.

5.2. Wielkość partii stanowi żywica w ilości 1500 ÷ 10 000 kg, w przypadku transportu w beczkach, lub zawartość jednej cysterny, w przypadku transportu cysternami.

5.3. Pobieranie próbek. Próbki do badań należy pobrać stosując wytyczne podane w PN-67/C-04500. Z każdej podlegającej odbiorowi partii należy wybrać w sposób losowy w zależności od liczności opakowań w partii liczby opakowań jednostkowych podane w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań z których należy pobrać próbki
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać próbnikiem 1 lub 6 wg PN-74/C-60008, z całej grubości warstwy produktu, dwie próbki pierwotne o masie co najmniej 200 g. Z próbki ogólnej przygotowanej wg PN-67/C-04500 p. 5.7.1. należy pobrać średnią próbkę laboratoryjną w ilości co najmniej 1 kg.

Pakowanie i przeznaczenie średniej próbki laboratoryjnej wg PN-67/C-04500.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego. Do próbki o średnicy 14 ÷ 16 mm wlać badaną żywicę i oglądać gołym okiem w świetle przechodzącym. W przypadku spornym i w przypadku

analizy rozjemczej stopień zmętnienia żywicy należy zbadać wg 5.4.2.

5.4.2. Oznaczanie zmętnienia absolutnego

5.4.2.1. Przyrządy

a) Fotometr Pulfricha z przystawką nefelometryczną.

b) Ultratermostat.

5.4.2.2. Przygotowanie przyrządu do pomiaru. Komorę pomiarową nefelometru połączyć z ultratermostatem i przygotować przyrząd do pomiaru zgodnie z instrukcją obsługi, stosując następujące parametry:

- a) obiektyw $f = 90$,
- b) filtr zielony L2 o maksymalnej przepuszczalności wynoszącej 5300 Å,
- c) lampa żarzeniowa 6V, 30 W,
- d) transformator 220/6V, 30 W,
- e) dźwigar filtrów ustawiony w położeniu T,
- f) szkła porównawcze 4, E,
- g) wzorzec zmętnienia o wartości zmętnienia absolutnego $t = 0,00324$,
- h) temperatura pomiaru $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$.

5.4.2.3. Przygotowanie próbki do oznaczania. Badaną próbkę dokładnie wymieszać pręcikiem szklanym i wlać w ilości około 30 cm^3 do suchej zlewki pomiarowej o wymiarach: średnica — 35 mm, wysokość — 40 mm. Powstałe w czasie mieszania i przelewania banieczki powietrza usunąć za pomocą drewnianej łopatkii.

5.4.2.4. Wykonanie oznaczania. Zlewkę z badaną żywicą doprowadzić do temperatury $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$, umieścić w komorze pomiarowej, włączyć termostat i nefelometr do sieci.

Następnie nastawić obudowę okularu na ostre widzenie i wykonać pomiar zgodnie z instrukcją dołączoną do urządzenia pomiarowego. Wartość liczbowa odczytać na czarnej skali bębna pomiarowego.

5.4.2.5. Obliczanie wyników

a) Obliczanie zmętnienia względnego:

— jeżeli odczytu dokonano na prawym bębnie pomiarowym (patrząc od strony fotometru), to zmętnienie względne (X) równa się odczytowi (A) na tym bębnie, w procentach, tzn:

$$X = \text{odczyt } A \quad (1)$$

— jeżeli odczytu dokonano na lewym bębnie pomiarowym, to zmętnienie względne (X) oblicza się wg wzoru

$$X = \frac{100}{A} \cdot 100 \quad (2)$$

Do obliczania wyników, w przypadku stosowania wzoru (2), można posługiwać się tablicami odwrotności znajdującymi się przy instrukcji obsługi.

b) Obliczanie zmętnienia absolutnego. Wartość zmętnienia absolutnego (T) obliczyć wg wzoru

$$T = \frac{X \cdot t}{H} \quad (3)$$

w którym:

X — względne zmętnienie badanej próbki, ‰,
 t — absolutna wartość zmętnienia pryzmatu równa 0,00324,

H — względne zmętnienie pryzmatu, ‰.

5.4.3. Próba na obecność zgalareceń i zanieczyszczeń mechanicznych — wg PN-72/C-81503 p. 2.2.3.

5.4.4. Oznaczanie znoszenia się z benzyną do lakierów. W zlewce wysokiej, pojemności 150 cm^3 , o średnicy 40 mm odważyć 5 g żywicy z dokładnością do 0,05 g i doprowadzić do temperatury 20°C . Następnie umieścić zlewkę na kartce białego papieru, na której narysowano czarnym tuszem 2 skrzyżowane pod kątem prostym linie o grubości 0,5 mm i dodawać z biurety, małymi porcjami, benzynę do lakierów wg PN-66/C-96023. W czasie miareczkowania obserwować w kierunku osi pionowej zlewki powstające zmętnienie przy określonej temperaturze miareczkowanej żywicy 20°C . Za koniec miareczkowania przyjąć moment wystąpienia trwałego zmętnienia całej objętości cieczy, przy którym linie przestaną być widoczne.

Znoszenie się z benzyną do lakierów (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m}{5} \cdot 100 \quad (4)$$

w którym:

m — masa benzyny do lakierów użytej do miareczkowania, g,

5 — odważka żywicy, g.

5.4.5. Oznaczanie lepkości — wg PN-75/C-81508 metodą A.

5.4.6. Oznaczanie barwy — wg PN-58/C-04526.

5.4.7. Oznaczanie liczby kwasowej (LK) — wg PN-77/C-81509.

5.4.8. Oznaczanie zawartości suchej substancji. W naczynku metalowym lub szklanym o średnicy 8 cm odważyć 2 g żywicy z dokładnością do 0,1 g, dodać 2 cm^3 *n*-butanolu i rozprowadzić po powierzchni naczynka. Suszyć w temperaturze $120 \div 125^\circ\text{C}$ przez 2 h.

Zawartość suchej substancji (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad (5)$$

w którym:

m — odważka żywicy, g,

m_1 — masa próbki po wysuszeniu, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń.

5.4.9. Oznaczanie zawartości wolnego formaldehydu

5.4.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz. roztwór 0,5N.

b) Kwas solny cz. roztwór 0,5N.

c) Roztwór bromku amonowego: 15 g bromku amonowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm³; rozpuścić częściowo w 100 cm³ alkoholu etylowego, po czym dodać 10 cm³ 50-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego. Po rozpuszczeniu całej ilości bromku amonowego kolbę dopełnić alkoholem etylowym do objętości 250 cm³.

Roztwór przechowywać w szczelnie zamkniętej butelce.

d) Błękit bromotymolowy, roztwór 0,1-procentowy.

5.4.9.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 200 cm³ odważyć 10 g badanej żywicy z dokładnością do 0,05 g, dodać 25 cm³ roztworu bromku amonowego, szczelnie zamknąć, wymieszać i odstawić na 15 min.

Następnie dodać do 30 cm³ 0,5N roztworu kwasu solnego i miareczkować 0,5N roztworem wodorotlenku sodowego wobec błękitu bromotymolowego do jasnozielonego zabarwienia.

Równolegle wykonać próbę porównawczą stosując te same ilości odczynników.

Zawartość wolnego formaldehydu (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{0,0225 (V_1 - V_2)}{m} \cdot 100 \quad (6)$$

w którym:

0,0225 — ilość formaldehydu odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego, g,

V_1 — objętość 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania badanej próby, cm³,

V_2 — objętość ściśle 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania próby porównawczej, cm³,

m — odważka żywicy, g.

5.4.9.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń.

5.4.10. Oznaczanie znoszenia się z żywicą Ftalak R-45

5.4.10.1. Wymagania dotyczące Ftalaku R-45. Ftalak R-45 powinien odpowiadać wymaganiom wg BN-74/6111-09 oraz powinien mieć twardość względną powłoki lakierowej przygotowanej wg 5.4.10.2, co najmniej 0,45.

5.4.10.2. Oznaczanie twardości Ftalaku R-45. Przygotować roztwór o składzie:

Sześciometoksymelamina cz. — 30 cz. wagowych,

Alkohol butylowy cz. 30 cz. wagowych,

Kwas *p*-toluenosulfonowy cz. — 0,3 cz. wagowych,

Ftalak R-45, roztwór 50-procentowy — 140 cz. wagowych.

Otrzymany roztwór rozcieńczyć rozpuszczalnikiem o składzie 7 części wagowych ksylenu i 3 części wagowe butanolu do lepkości 50 ÷ 55 s wg PN-75/C-81508 metodą A.

Roztwór należy użyć do badań w ciągu 1 doby od chwili sporządzenia.

Trzy płytki szklane o wymiarach 100×100×5 mm przygotowane wg PN-74/C-81513 pokryć otrzymanym roztworem za pomocą aplikatora wg PN-70/C-81514 i pozostawić na 1 h w temperaturze 105°C.

Po wyjęciu z suszarki płytki pozostawić na 6 h w temperaturze pokojowej, a następnie oznaczyć twardość wg PN-79/C-81530.

Grubość powłoki do badania twardości powinna wynosić 20 ÷ 30 μm.

5.4.10.3. Wykonanie oznaczania. Badaną żywicę należy zmieszać w stosunku 1 : 3 z 50-procentowym roztworem ksylenowym żywicy Ftalak R-45 odpowiadającej wymaganiom podanym w 5.4.10.1.

Otrzymana mieszanina powinna być jednorodna, bez wtrąceń.

5.4.11. Określanie wyglądu powłoki lakierowej

5.4.11.1. Przygotowanie płytek. Trzy płytki szklane o wymiarach 100×100×5 mm przygotowane wg PN-74/C-81515 należy pokryć za pomocą aplikatora wg PN-70/C-81514 mieszaniną przygotowaną wg 5.4.10.3.

Pokryte płytki pozostawić w pozycji poziomej na 1 h w temperaturze 20 ± 2°C. Następnie umieścić je poziomo w suszarce i suszyć w temperaturze 105°C przez 1 h. Po wyjęciu z suszarki płytki pozostawić na co najmniej 12 h w temperaturze otoczenia.

Grubość powłoki powinna wynosić 20 ÷ 30 μm.

5.4.11.2. Wykonanie oznaczania. Płytki przygotowane wg 5.4.11.1. obserwować w świetle przechodzącym i odbitym.

Powłoka lakierowa powinna być przezroczysta bez zmętnień, pęknięć, zbielenia, kraterów i zjawiska pomarańczowej skórki

5.4.12. Oznaczanie względnej twardości powłoki lakierowej — wg PN-79/C-81530 na płytkach przygotowanych wg 5.4.11.1.

5.4.13. Oznaczanie czasu utwardzania powłoki lakierowej z utwardzaczem kwaśnym

5.4.13.1. Przygotowanie utwardzacza. W kolbie stożkowej pojemności 300 cm³ odważyć z dokładnością do 0,1 g 27 g 36-procentowego roztworu kwasu solnego, 73 g alkoholu *n*-butylowego i dokładnie wymieszać.

5.4.13.2. Wykonanie oznaczania. W zlewce pojemności 400 cm³ odważyć z dokładnością do 0,1 g 60 g Melolaku B II, Karbaduru, 50-procentowego roztworu ksylenowego Ftalaku R-45 oraz 27 g utwardzacza przygotowanego wg 5.4.13.1 i starannie wymieszać. Otrzymaną mieszaninę położyć na płytce szklanej o wymiarach 9×12 cm.

Oznaczanie czasu schnięcia wykonać wg PN-69/C-81519.

5.4.14. Oznaczanie wzrostu lepkości z utwardzaczem kwaśnym. Zmierzyć lepkość roztworu przygotowanego wg 5.4.13.2. Roztwór pozostawić w temperaturze $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ na 8 h. Po tym czasie

oznaczyć ponownie lepkość roztworu i ocenić jego wygląd. Roztwór nie powinien mętnieć.

Dopuszczalny jest wzrost lepkości nie więcej niż o 50% lepkości początkowej.

5.5. Ocena wyników badań. Partię żywicy należy uznać za zgodną z normą, jeżeli wyniki wszystkich badań są zgodne z wymaganiami normy.

W przypadku uzyskania wyników niezgodnych z wymaganiami normy, badanie, które dało wynik negatywny należy powtórzyć na podwójnej ilości losowo pobranych próbek.

Jeżeli ponownie uzyska się wynik negatywny, partię należy odrzucić.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Tworzyw i Farb w Pustkowie.

2. Normy i dokumenty związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

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

PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-73/C-81400 Wyroby lakierowe. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-72/C-81503 Wyroby lakierowe. Wstępne próbki techniczne

PN-75/C-81508 Wyroby lakierowe. Oznaczanie czasu wpływu kubkami wypływowymi (lepkość umowna)

PN-77/C-81509 Wyroby lakierowe. Oznaczanie liczby kwasowej

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

PN-70/C-81514 Wyroby lakierowe. Sposoby otrzymywania powłok do badań

PN-74/C-81515 Wyroby lakierowe. Nieniszczące pomiary grubości powłok

PN-69/C-81519 Wyroby lakierowe. Określanie stopnia wyschnięcia

PN-79/C-81530 Wyroby lakierowe. Oznaczanie twardości powłok

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

BN-76/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami wytłaczanymi

BN-76/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami nasadzanymi

BN-74/6111-09 Żywice ftalowe. Wymagania techniczne

3. Istotne zmiany w stosunku do BN-71/6111-03

a) wprowadzono dodatkowo nową metodę oznaczania twardości żywicy Ftalak R-45,

b) ujednolicono wymagania i znowelizowano metody badań,

c) wprowadzono nowy typ żywicy mocznikowej butoksyloowanej Karbadur B.

4. Temperatura zapłonu $29 \div 35^{\circ}\text{C}$.

5. Symbol wg SWW — 1262-51, 1262-52.

6. Autor projektu normy — inż. Stanisława Różak — Zakłady Tworzyw i Farb w Pustkowie.

7. Uwagi do wydania II

Uaktualniono normy związane.