

WYROBY LAKIEROWE	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Oznaczanie liczby aminowej w żywicach poliamidowych i trójetylenoczteroaminie	6110-29
		Grupa katalogowa X 29

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody oznaczania liczby aminowej w żywicach poliamidowych i trójetylenoczteroaminie, stosowanych jako utwardzacze żywic epoksydowych w przemyśle lakierniczym.

1.2. Rodzaje metod. Rozróżnia się dwie metody oznaczania liczby aminowej:

metodę A - polegającą na bezpośrednim miareczkowaniu grup aminowych kwasem,

metodę B - polegającą na katalizowanej acetylacji grup aminowych.

1.3. Zakres stosowania metod. Metodę A należy stosować do oznaczania liczb aminowych w żywicach poliamidowych, a metodę B do oznaczania liczb aminowych w trójetylenoczteroaminie.

1.4. Określenia. Liczba aminowa - ilość wodorotlenku potasowego w mg równoważna ilości jednozasadowego kwasu zużytego na zobojętnienie 1 g żywicy poliamidowej lub trójetylenoczteroaminy.

2. METODY OZNACZANIA

2.1. Oznaczanie liczby aminowej metodą A

2.1.1. Przyrządy

- Kolby stożkowe pojemności 100 ml.
- Mikrobiureta pojemności 5 ml z działką elementarną 0,02 ml.
- Cylinder pomiarowy pojemności 50 ml.

2.1.2. Odczynniki i roztwory

- Alkohol izopropylowy cz.
- Kwas solny, roztwór 0,5n.
- Zieleń bromokrezolowa, 0,5-procentowy roztwór w etanolu.

2.1.3. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 100 ml odważyć z dokładnością do 0,0002g odpowiednią ilość żywicy, zależną od przewidywanej wartości liczby aminowej, podaną w tablicy.

Wartość liczby aminowej	Odważka, g
20 ÷ 200	1,000
201 ÷ 300	0,331 ÷ 0,550
301 ÷ 400	0,250 ÷ 0,330

Zawartość kolby rozpuścić w 40 ml alkoholu izopropylowego, dodać 10 ml wody destylowanej i 3÷5 kropli Zieleni bromokrezolowej. Otrzymany roztwór żywicy miareczkować 0,5n roztworem kwasu solnego do wystąpienia żółtego zabarwienia.

Równolegle wykonać ślepe próby dodając te same ilości odczynników (bez żywicy).

2.1.4. Obliczanie wyników. Liczbę aminową (X_1) badanej żywicy obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 56,1 \cdot N_1}{m_1}$$

w którym:

- objętość 0,5n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania badanej próby, ml,
- objętość 0,5n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania ślepej próby, ml,
- normalność 0,5n roztworu kwasu solnego nastawiona wobec Zieleni bromokrezolowej na boraks lub węglan sodowy,
- odważka badanej substancji, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej 3 oznaczeń, przy czym wyniki skrajne nie powinny różnić się od średniej arytmetycznej więcej niż o 2%.

2.2. Oznaczanie liczby aminowej metodą B

2.2.1. Przyrządy

- Kolby stożkowe z doszlifowanym korkiem pojemności 100 ml.
- Pipeta z jedną kreską pojemności 5 ml.
- Pipeta pojemności 2 ml z podziałką.
- Cylindry pomiarowe pojemności 10 i 50 ml.
- Biureta pojemności 50 ml z działką elementarną 0,1 ml.

2.2.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas nadchlorowy cz.d.a. roztwór 72-procentowy.
- Bezwodnik octowy cz.d.a.
- Pirydyna cz.
- Wodorotlenek potasowy cz.d.a.
- Alkoholowy 0,55n roztwór wodorotlenku potasowego przygotowany w następujący sposób: do 100ml metanolu wprowadzić 35 ml nasyconego roztworu wodorotlenku potasowego i 80 ml wody destylowanej. Po dokładnym wymieszaniu ustalić normalność roz-

Zjednoczenie Przemysłu Farb i Lakierów
Ustanowiona przez Dyrektora ZPFiL dnia 30 sierpnia 1969 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 kwietnia 1970 r.
(Mon. Pol. nr 51/1969 poz. 404)

tworu przez miareczkowanie odważki kwaśnego ftalanu potasowego cz.d.a. wobec wskaźnika mieszanego.

f) Mieszanina acetylująca przyrządzona w następujący sposób: do kolby stożkowej zamykanej szczelnie wprowadzić 40 ml pirydyny i następnie wkropić powoli przy jednoczesnym mieszaniu mieszadłem magnetycznym 1,5 ml 72-procentowego kwasu nadchlorowego. Na koniec dodawać stopniowo 20 ml bezwodnika octowego. Mieszanina acetylująca powinna być świeżo przygotowana w dniu oznaczania.

g) Wodny roztwór pirydyny: mieszać wodę z pirydyną w stosunku 1 : 3.

h) Wskaźnik mieszany: mieszać 1 objętość zobojętnionego roztworu czerwieni krezolowej z 3 objętościami zobojętnionego roztworu błękitu tymolowego. Roztwór czerwieni krezolowej: 100 mg wskaźnika rozetrzeć z 5,3 ml 0,05n wodorotlenku sodowego i po rozpuszczeniu dodać wody do objętości 100 ml. W podobny sposób przyrządzić 0,1-procentowy roztwór błękitu tymolowego stosując do zobojętnienia wskaźnika 4,3 ml 0,05n roztworu wodorotlenku sodowego.

2.2.3. Wykonanie oznaczania. Do kolby pojemności 100 ml z doszlifowanym korkiem pobrać pipetą dokładnie 5 ml mieszaniny acetylującej, po czym wprowadzić 0,09 g trójetylenoczteroaminy odważonej z dokładnością do 0,0002 g. Zawartość kolby mieszać w ciągu 15 min, a następnie odstawić na

okres 1 godz. Po tym czasie wprowadzić do kolby 5 ml wody destylowanej oraz 10 ml mieszaniny pirydynowo-wodnej i odstawić na 10 min.

W ten sam sposób wykonać równolegle 2 ślepe próby bez trójetylenoczteroaminy. Zawartość miareczkować alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego wobec 4 kropli wskaźnika mieszanego do uzyskania fioletowego zabarwienia.

2.2.4. Obliczanie wyników. Liczbę aminową (X_2) obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_3 - V_4) \cdot N_2 \cdot 56,1}{m_2}$$

w którym:

V_3 - objętość roztworu wodorotlenku potasowego zużytego na miareczkowanie przy ślepej próbie, ml¹⁾,

V_4 - objętość roztworu wodorotlenku potasowego zużytego na miareczkowanie badanej substancji, ml,

N_2 - normalność roztworu wodorotlenku potasowego,

m_2 - odważka trójetylenoczteroaminy, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 3 oznaczeń, przy czym wyniki skrajne oznaczeń nie powinny różnić się od średniej arytmetycznej więcej niż o 3%.

¹⁾Ilość wodorotlenku potasowego zużytego na miareczkowanie 2 równoległych oznaczeń nie powinna różnić się między sobą więcej niż o 0,2 ml.