

TWORZYWA SZTUCZNE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-80
	Żywice aminowo-formaldehydowe	6321-05
	Metody badań	
		Grupa katalogowa 1027

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań właściwości fizycznych i chemicznych żywic aminowo-formaldehydowych.

1.2. Rodzaje badań

- oznaczenie gęstości,
- oznaczanie lepkości,
- oznaczanie barwy za pomocą skali jodowej,
- oznaczanie pH,
- oznaczanie czasu utwardzania,
- oznaczanie zawartości suchej substancji,
- oznaczanie liczby kwasowej,
- oznaczanie mieszalności z wodą,
- oznaczanie znoszenia się żywicy z benzyną do lakierów,
- oznaczanie czasu żelowania,
- oznaczanie zawartości wolnego formaldehydu,
- oznaczanie znoszenia się żywicy aminowej z żywicą ftalową,
- określanie wyglądu powłoki lakierowej,
- oznaczanie względnej twardości powłoki lakierowej,
- oznaczanie czasu utwardzania powłoki lakierowej utwardzaczem kwaśnym,
- oznaczanie wzrostu lepkości żywicy z utwardzaczem kwaśnym.

1.3. Zakres stosowania metod. Metody podane w normie stosuje się do badań właściwości fizycznych i chemicznych żywic aminowo-formaldehydowych lakierniczych, klejowych, technicznych i odlewniczych.

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie gęstości należy wykonać areometrem wg PN-66/C-04004 p. 2.1.

2.2. Oznaczanie lepkości dynamicznej lepkościomierzem Hopplera — wg PN-78/C-04019.

2.3. Oznaczanie lepkości umownej kubkiem wypływowym typu Forda — wg PN-75/C-81508 p. 2.1.

2.4. Oznaczanie barwy za pomocą skali jodowej — wg PN-58/C-04526.

2.5. Oznaczanie pH

2.5.1. Oznaczanie pH metodą potencjometryczną — wg PN-77/C-04963.

2.5.2. Oznaczanie pH wskaźnikiem Bogena

2.5.2.1. Przygotowanie skali

Roztwory

- Chlorek kobaltowy cz.d.a., roztwór o stężeniu 0,0703 g $\text{CoCl}_2/\text{cm}^3$ w 5-procentowym kwasie solnym,
- Chlorek żelazowy cz.d.a., roztwór o stężeniu 0,07134 g $\text{FeCl}_3/\text{cm}^3$ w 5-procentowym kwasie solnym.
- Chlorek miedziowy cz.d.a., roztwór o stężeniu 0,36545 g $\text{CuCl}_2/\text{cm}^3$ w 5-procentowym kwasie solnym.

Wykonanie skali. Przygotować roztwory wg tablicy.

Wartość pH	Objętość roztworu cm^3				Ogólna objętość cm^3
	CoCl_2	FeCl_3	CuCl_2	H_2O	
1	2	3	4	5	6
5,0	1,90	2,20	—	5,90	10
5,2	1,50	2,75	—	5,75	10
5,4	1,40	3,00	—	5,60	10
5,6	1,00	3,00	—	6,00	10
5,8	1,00	3,50	—	5,50	10
6,0	0,75	3,50	—	5,75	10
6,2	0,60	3,65	—	5,75	10
6,4	0,50	4,00	—	5,50	10
6,6	0,25	3,00	—	6,75	10
6,8	0,20	2,70	0,15	6,90	10
7,0	0,10	2,60	0,25	6,95	10
7,2	1,50	2,25	0,40	7,25	10
7,4	1,25	1,10	1,40	6,00	10
7,6	1,25	1,00	1,50	6,25	10
7,8	1,25	1,00	1,65	6,10	10
8,0	1,50	1,00	1,80	5,95	10
8,2	1,50	0,75	2,15	6,10	10
8,4	1,75	0,50	2,50	5,50	10
8,6	1,75	0,50	2,75	5,00	10
8,8	1,75	0,25	3,00	5,00	10
9,0	2,00	0,15	3,50	4,35	10

Przygotowanymi roztworami napełnić ampułki lub probówki, zatopić i oznakować.

Do oznaczania pH stosować probówki o tej samej średnicy.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Tworzyw i Farb PLASTOFARB
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Tworzyw i Farb PLASTOFARB dnia 28 maja 1980 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 14/1980 poz. 57)

2.5.2.2. Przygotowanie wskaźnika Boga Odczynniki

- Fenoloftaleina.
- Czerwień metylowa.
- Żółcień metylowa.
- Błękit bromotymolowy.
- Błękit tymolowy.
- Spirytus rektyfikowany.

Przygotowanie roztworu. Odważyć 0,1 g fenoloftaleiny, 0,2 g czerwieni metylowej, 0,3 g żółcień metylowej, 0,4 g błękitu bromotymolowego, 0,5 g błękitu tymolowego z dokładnością do 0,005 g, rozpuścić w 500 cm³ spirytusu rektyfikowanego i dodać z biurety 0,1N NaOH do uzyskania żółtego zabarwienia.

2.5.2.3. Wykonanie oznaczania. Do próbki wlać około 10 cm³ żywicy, dodać 3 ÷ 5 kropli wskaźnika Boga i porównać ze skalą wzorcową.

2.5.3. Oznaczenie pH uniwersalnym papierkiem wskaźnikowym. Uniwersalny papier wskaźnikowy zanurzyć w badanej żywicy i porównać ze skalą barw z dokładnością do 0,2.

2.6. Oznaczenie czasu utwardzania wykonać wg PN-79/C-89405, w temperaturze 150 ± 2°C.

2.7. Oznaczenie zawartości suchej substancji

2.7.1. Zasada metody. Oznaczenie polega na określaniu pozostałości masy po wysuszeniu badanej próbki w odpowiedniej temperaturze.

2.7.2. Przyrządy

- Suszarka laboratoryjna z termoregulacją.
- Eksykator wypełniony chlorkiem wapniowym bezwodnym.
- Płaskodenne naczynko metalowe lub szklane o średnicy około 60 mm i wysokości 10 mm.

2.7.3. Wykonanie oznaczania. W naczynku wysuszonym uprzednio do stałej masy odważyć około 2 g żywicy z dokładnością do 0,001 g i suszyć w temperaturze 100 ÷ 105°C lub 120 ± 2°C wg wskazań normy przedmiotowej przez 2 h. Po wyjęciu z suszarki naczynko ochłodzić w eksykatorze i zważyć.

Zawartość suchej substancji (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

- m_3 — masa naczynka z żywicą po wysuszeniu, g,
 m_1 — masa naczynka, g,
 m_2 — masa naczynka z żywicą, g.

2.7.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się nie więcej niż o 2% wyniku większego. Wynik należy podać z dokładnością do 0,1%, stosując zasady zaokrąglania liczb wg PN-70/N-02120.

2.8. Oznaczenie liczby kwasowej — wg PN-77/C-81509 metodą A.

2.9. Oznaczenie mieszalności z wodą

2.9.1. Zasada metody. Oznaczenie polega na określeniu stosunku dodanej objętości wody, nie powodującej rozwarstwienia żywicy, do masy żywicy.

2.9.2. Wykonanie oznaczania. Do 10 próbek o wymiarach 16 × 160 mm odważyć po 5 ± 0,1 g żywicy o temperaturze 20 ± 0,5°C. Następnie dodać z biurety do próbek 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 cm³ wody destylowanej o temperaturze 20 ± 0,5°C. Probówki wstrząsnąć i odstawić do statywu. Po upływie 30 min od chwili dodania wody sprawdzić, w której próbce nastąpiło wyraźne rozwarstwienie od górnego menisku co najmniej wysokości 5 mm.

Za mieszalność przyjąć największą objętość wody, która nie spowodowała wyraźnego rozwarstwienia.

Mieszalność X_2 obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{V}{5} \quad (2)$$

w którym:

- V — objętość wody, która nie spowodowała wyraźnego rozwarstwienia, cm³,
 5 — odważka żywicy, g.

2.10. Oznaczenie znoszenia się żywicy z benzyną do lakierów

2.10.1. Zasada metody. Oznaczenie polega na określeniu ilości benzyny do lakierów, powodującej zmętnienie żywicy.

2.10.2. Wykonanie oznaczania. W zlewce wysokiej pojemności 150 cm³, 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 dwie skrzyżowane pod kątem prostym linie o grubości 0,5 mm i dodawać z biurety, małymi porcjami benzynę do lakierów. 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 żywicy, przy którym linie przestaną być widoczne.

Znoszenie się z benzyną do lakierów (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m}{5} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

- m — masa benzyny do lakierów użytej do miareczkowania, g,
 5 — odważka żywicy, g.

2.11. Oznaczenia czasu żelowania

2.11.1. Zasada metody. Oznaczenie polega na określeniu czasu żelowania żywicy z utwardzaczem w odpowiedniej temperaturze.

2.11.2. Oznaczenie czasu żelowania w temperaturze 20°C. Do zlewki pojemności 250 cm³ odważyć 100 g żywicy z dokładnością do 0,01 g w temperaturze 20°C. Następnie dodać 2,5 g 20-procentowego roztworu chlorku amonowego. Po dokładnym wymieszaniu odważyć po 10 ± 0,01 g żywicy z utwardzaczem do ośmiu próbek o średnicy 10 mm i długości 170 mm. Trzy

próbówki należy umieścić w ultratermostacie z wodą o temperaturze $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$. Zawartość próbek mieszać okresowo szklanym pręcikiem. Czas żelowania mierzy się od momentu dodania utwardzacza do chwili zżelowania.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną trzech oznaczeń różniących się najwyżej o 15 min.

2.11.3. Oznaczanie czasu żelowania w temperaturze 100°C . Pięć próbek przygotowanych wg 2.11.2, umieścić w ultratermostacie z wodą o temperaturze $100 \pm 0,5^\circ\text{C}$.

Czas żelowania należy mierzyć sekundomierzem od momentu za nurzenia w łaźni do momentu zżelowania żywicy. W czasie pomiaru stan żywicy należy kontrolować przez mieszanie szklanym pręcikiem.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną pięciu oznaczeń różniących się najwyżej o 30 s.

2.12. Oznaczanie zawartości wolnego formaldehydu

2.12.1. Oznaczanie zawartości wolnego formaldehydu metodą siarczynową

2.12.1.1. Zasada metody. Oznaczanie polega na reakcji siarczynu sodowego z formaldehydem w środowisku słabokwaśnym.

2.12.1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania wolnego formaldehydu w żywicach aminowoformaldehydowych zawierających do 2% wolnego formaldehydu.

2.12.1.3. Odczynniki

a) Kwaśny węglan sodowy cz.d.a., roztwór nasycony.

b) Węglan sodowy cz.d.a., roztwór nasycony.

c) Siarczyn sodowy cz.d.a., roztwór 1M.

d) Jod cz.d.a., roztwór 0,1N.

e) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1N.

f) Skrobia, roztwór 1-procentowy.

g) Czerwień metylowa, roztwór alkoholowy 0,1-procentowy.

h) Nadchloran magnezowy cz.d.a., roztwór 60-procentowy.

2.12.1.4. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 300 cm^3 z korkiem szlifowanym wprowadzić $1 \div 1,5\text{ g}$ żywicy odważonej z dokładnością do $0,002\text{ g}$ oraz 30 cm^3 wody destylowanej. W przypadku wytrącenia się wyraźnego osadu dodaje się 2 cm^3 roztworu nadchloranu magnezowego. Po dokładnym wymieszaniu dodać 5 cm^3 roztworu kwaśnego węglanu sodowego i 1 cm^3 roztworu siarczynu sodowego. Całość wymieszać i odstawić na 2 min. Następnie dodać $1 \div 2$ kropli czerwieni metylowej i kwasu solnego do pojawienia się czerwonej barwy roztworu. Do otrzymanego roztworu dodać $0,5\text{ cm}^3$ skrobii i rozłożyć nadmiar siarczynu sodowego za pomocą roztworu jodu (tej ilości jodu nie uwzględnia się do końcowych obliczeń) do uzyskania trwałego niebieskiego zabarwienia nie znikającego przez 30 s, następnie dodać 5 cm^3 roztworu węglanu sodowego i miareczkować roztworem jodu siarczynu sodowy wydzielony z kompleksu formaldehydu.

Zawartość wolnego formaldehydu (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{V \cdot 0,0015013}{m} \cdot 100 = \frac{V \cdot 0,15013}{m} \quad (4)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1N roztworu jodu zużyta do miareczkowania, cm^3 ,

0,0015013 — ilość formaldehydu odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,1N roztworu jodu, g,

m — odważka żywicy, g.

2.12.1.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,1%.

2.12.2. Oznaczanie zawartości wolnego formaldehydu za pomocą bromku amonowego

2.12.2.1. Zasada metody. Oznaczanie polega na reakcji bromku amonu z formaldehydem.

2.12.2.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania wolnego formaldehydu w żywicach aminowo-formaldehydowych, zawierających powyżej 2% wolnego formaldehydu.

2.12.2.3. 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 cm^3 , rozpuścić częściowo w 100 cm^3 alkoholu etylowego, po czym dodać 10 cm^3 50-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego. Po rozpuszczeniu całej ilości bromku amonowego kolbę dopełnić alkoholem atylowym do objętości 250 cm^3 . Roztwór przechowywać w szczelnie zamkniętej butelce.

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

2.12.2.4. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 200 cm^3 odważyć 10 g badanej żywicy z dokładnością do $0,05\text{ g}$, dodać 25 cm^3 roztworu bromku amonowego, szczelnie zamknąć, wymieszać i odstawić na 15 min. Następnie dodać do 30 cm^3 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_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{0,0225 (V_1 - V_2)}{m} \cdot 100 \quad (5)$$

w którym:

0,0225 — ilość formaldehydu odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego, g,

V_1 — objętość 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania badanej próby, cm^3 ,

V_2 — objętość ściśle 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania próby porównawczej, cm^3 ,

m — odważka żywicy, g.

2.12.2.5. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń różniących się nie więcej niż o 0,1%.

2.13. Oznaczanie znoszenia się żywicy aminowej z żywicą ftalową. Badaną żywicę należy wymieszać w stosunku 1 : 3 z 50-procentowym roztworem żywicy ftalowej wg wskazań normy przedmiotowej i określić jednorodność mieszaniny.

2.14. Określanie wyglądu powłoki lakierowej

2.14.1. Przygotowanie płytek. Trzy płytki szklane o wymiarach $100 \times 100 \times 5$ mm, przygotowane wg PN-74/C-81513, należy pokryć za pomocą aplikatora wg PN-79/C-81514 mieszaniną przygotowaną wg 2.13. Pokryte płytki pozostawić w pozycji poziomej na 1 h w temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$. 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 $20 \pm 2^\circ\text{C}$. Grubość powłoki powinna wynosić $20 \div 30 \mu\text{m}$.

2.14.2. Wykonanie oznaczania. Płytki przygotowane wg 2.14.1 obserwować w świetle przechodzącym i odbitym.

2.15. Oznaczanie względnej twardości powłoki lakierowej — wg PN-79/C-81530 metodą A, na płytkach przygotowanych wg 2.14.1.

2.16. Oznaczanie czasu utwardzania powłoki lakierowej z utwardzaczem kwaśnym

2.16.1. Przygotowanie utwardzacza. W kolbie stożkowej pojemności 300 cm^3 odważyć z dokładnością do 0,1 g 27 g 36-procentowego roztworu kwasu solnego, 73 g alkoholu butylowego i dokładnie wymieszać.

2.16.2. Wykonanie oznaczania. W zlewce pojemności 400 cm^3 odważyć z dokładnością do 0,1 g po 60 g melaminowej żywicy butoksylowanej, mocznikowej żywicy butoksylowanej, 50-procentowego roztworu żywicy ftalowej wg wskazań normy przedmiotowej, oraz 27 g utwardzacza przygotowanego wg 2.16.1 i starannie wymieszać. Otrzymaną mieszaniną polać płytkę szklaną o wymiarach $9 \times 12 \text{ cm}$. Oznaczanie czasu wyschnięcia wykonać wg PN-79/C-81519.

2.17. Oznaczanie wzrostu lepkości z utwardzaczem kwaśnym. Zmierzyć lepkość roztworu przygotowanego wg 2.12.2. 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.

2.18 Interpretacja wyników. Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 p. 3.3.2 (metoda Z).

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Normy związane

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)

PN-78/C-04019 Oznaczanie lepkości dynamicznej lepkościomierzem Hopplera

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

PN-77/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych

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

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

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

PN-79/C-89405 Tworzywa sztuczne. Oznaczanie czasu utwardzania żywic syntetycznych

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

3. Normy zagraniczne

RWPG PC 5225 Пластмассы. Смолы карбамидине клеёные. Методы испытания

4. Autorzy projektu normy — inż. J. Chudzicki, mgr K. Dojka, inż. St. Różak — Zakłady Tworzyw i Farb w Pustkowie.