

Anstrichstoffe
Alkydharze
Prüfung

DIN
53 183

Paints, varnishes and similar products; alkyd resins, test methods

Peintures, vernis et préparations assimilées; résines alkydes, méthodes d'essai

In dieser Norm bedeutet % bei Angabe von Gehalten und Konzentrationen von Lösungen Gewichtsprozent. Falls nichts anderes angegeben wird, gilt für Reagenzien der Reinheitsgrad „zur Analyse“.

1. Geltungsbereich

Die in dieser Norm festgelegten Prüfverfahren gelten für Alkydharze nach Abschnitt 2 oder für aus diesen Harzen¹⁾ hergestellte Lösungen, Suspensionen oder dergleichen, soweit sie für Anstrichstoffe verwendet werden. Welche dieser Prüfverfahren im Einzelfall anzuwenden sind, richtet sich nach den Vereinbarungen für das betreffende Erzeugnis. Die Abschnitte 11, 12 und 13 gelten nur für einfache Alkydharze, d. h. nicht zusätzlich modifizierte Alkydharze (siehe Abschnitt 2).

2. Begriff (siehe auch Erläuterungen)

Alkydharze sind synthetische Polyesterharze¹⁾, hergestellt durch Veresterung von mehrwertigen Alkoholen, von denen mindestens einer drei- oder höherwertig sein muß, mit mehrbasischen Carbonsäuren. Alkydharze sind stets modifiziert mit natürlichen Fettsäuren bzw. Ölen und/oder synthetischen Fettsäuren.

Zur Erzielung besonderer anwendungstechnischer Eigenschaften können Alkydharze noch zusätzlich mit weiteren Verbindungen modifiziert sein, z. B. mit Harzsäuren, Benzoesäure, Styrol, Vinyltoluol, Isocyanaten, Acryl-, Epoxy- oder Siliconverbindungen.

Alkydharze werden in folgende Gruppen eingeteilt:

- | | |
|---------------------------------------|---|
| a) Nach dem Fettsäure- bzw. Ölgehalt. | |
| kurzölige Alkydharze | } als Triglycerid
bezogen auf den
nichtflüchtigen
Anteil nach
Abschnitt 7 |
| Ölanteil unter etwa 40 % | |
| mittelölige Alkydharze | |
| Ölanteil etwa 40 bis 60 % | |
| langölige Alkydharze | |
| Ölanteil über etwa 60 % | |

- b) Nach der zusätzlich modifizierenden Komponente.

3. Probenahme

Aus dem zu prüfenden Harz oder der Harzlösung ist eine Probe so zu entnehmen, daß sämtliche Bestandteile des Harzes oder der Harzlösung erfaßt werden, d. h. eine Durchschnittsprobe sichergestellt ist²⁾.

4. Farbzahl

Die Farbzahl des Harzes oder der Harzlösung wird nach DIN 6162 (Jodfarbzahl) bestimmt. Bei Jodfarbzahlen unter 1 wird die Farbe nach DIN 53 409 (Hazen-Farbzahl) bestimmt. Im Prüfbericht müssen das Prüfverfahren sowie das Lösungsmittel und die Konzentration der Harzlösung angegeben werden.

5. Auslaufzeit (nur für Alkydharz-Lösungen)

Die Auslaufzeit entsprechend eingestellter Harzlösungen wird nach DIN 53 211 (DIN-Becher) oder DIN 53 224 (ISO-Becher) bestimmt.

Im Prüfbericht müssen das Prüfverfahren, die Temperatur sowie das Lösungsmittel und die Konzentration der Harzlösung angegeben werden.

Die Auslaufzeit wird bei Schiedsanalysen frühestens 24 Stunden nach dem Lösen gemessen, da Lösungen mancher Alkydharze ihre Viskosität in der ersten Zeit nach dem Lösen verändern.

6. Viskosität

Die dynamische Viskosität wird nach DIN 53 015 bestimmt. Dabei ist der dritte Absatz von Abschnitt 5 (Auslaufzeit) sinngemäß zu beachten. Im Prüfbericht müssen die Temperatur sowie das Lösungsmittel und die Konzentration der Harzlösung angegeben werden. Soweit es möglich ist, soll neben der dynamischen Viskosität die Auslaufzeit zusätzlich angegeben werden.

A n m e r k u n g : Nach Vereinbarung kann die Viskosität auch mit dem gleichschenkligen Kapillarviskosimeter nach Ubbelohde (DIN 53 177, z. Z. noch Entwurf) oder mit einem Rotationsviskosimeter bei definiertem Schergefälle (DIN 53 788, z. Z. noch Entwurf) bestimmt werden.

Die nach den Verfahren erhaltenen Ergebnisse können nur bei Flüssigkeiten mit newtonschem Fließverhalten verglichen werden. Bei Flüssigkeiten mit nicht newtonschem Fließverhalten werden nur scheinbare Viskositäten gemessen.

7. Gehalt an nichtflüchtigen Anteilen bei erhöhter Temperatur (nur für Alkydharz-Lösungen)

Der Gehalt an nichtflüchtigen Anteilen bei erhöhter Temperatur wird nach DIN 53 216 bestimmt, wobei 2 g Harzlösung nach Verdünnung mit 2 cm³ Toluol eine Stunde lang bei 125 °C gelagert werden.

A n m e r k u n g : Für die in den Geltungsbereich dieser Norm fallenden Harze ist der Gehalt an nichtflüchtigen Anteilen angenähert gleich dem Festharzgehalt.

8. Flammpunkt (nur für Alkydharz-Lösungen)

Der Flammpunkt wird nach DIN 53 213 Blatt 1 bestimmt.

1) Begriff Harz und Polyesterharz siehe DIN 55 947

2) Über die Probenahme von Rohstoffen für Anstrichstoffe ist eine Norm in Vorbereitung

Fortsetzung Seite 2 und 3
Erläuterungen Seite 4 und 5

9. Säurezahl

Die Säurezahl wird auf den nichtflüchtigen Anteil nach Abschnitt 7 bezogen und nach DIN 53 402 bestimmt.

10. Hydroxylzahl

Die Hydroxylzahl wird auf den nichtflüchtigen Anteil nach Abschnitt 7 bezogen und nach DIN 53 240 bestimmt.

11. Gehalt an Phthalsäureanhydrid

(nicht für zusätzlich modifizierte Alkydharze)

11.1. Geräte

300-cm³-Erlenmeyerkolben mit Normschliff NS 29/32
Analysenwaage³⁾
Rückflußkühler
Trocknungsrohr
Heizplatte mit Magnetriührer
Glasfiliertiegel, Durchmesser der Platte 30 mm, Porendurchmesser 15 bis 40 µm, z. B. Glasfiliertiegel 1G 3
Exsikkator
Wägegias

11.2. Reagenzien

Toluol
Absolute äthanolische Kalilauge, etwa 0,5 N, klar und frei von Bodensatz
Lösungsmittel-Gemisch aus 1 Vol.-Teil Toluol und 1 Vol.-Teil Äthanol

11.3. Durchführung

In einen 300-cm³-Erlenmeyerkolben werden 3 bis 5 g Harz oder soviel Harzlösung, daß deren nichtflüchtiger Anteil 3 bis 5 g beträgt, auf 0,001 g eingewogen (Einwaage E). Die Probe wird in 10 cm³ Toluol gelöst. Nach Zugabe von 100 cm³ äthanolischer Kalilauge wird der Kolben mit einem Rückflußkühler versehen, der mit einem Trocknungsrohr, das mit Calciumchlorid gefüllt ist, verschlossen ist. Die Lösung wird auf einer Heizplatte mit Magnetriührwerk 2 Stunden lang unter Rühren am Rückfluß gekocht.

In der Regel ist nach dieser Zeit die Verseifung⁴⁾ beendet. Nach dem Abkühlen wird der Kühler mit etwas Lösungsmittel gespült und die Lösung durch einen Glasfiliertiegel schnell filtriert. Der Kaliumphthalat-Niederschlag wird möglichst rasch mehrere Male mit dem Toluol-Äthanol-Gemisch nachgewaschen. Dabei ist darauf zu achten, daß der Niederschlag während des Nachwaschens mit der Waschflüssigkeit bedeckt bleibt und erst nach dem letzten Nachwaschen kurz trockengesaugt wird. Anschließend wird der Niederschlag im Exsikkator unter Vakuum über konzentrierter Schwefelsäure bei Raumtemperatur bis zur angenäherten Gewichtskonstanz getrocknet.

Da der Niederschlag hygroskopisch ist, wird dieser mit dem Tiegel nach dem Trocknen sofort in ein geschlossenes Wägegias übergeführt und dieses auf 0,001 g gewogen (Gewicht des Rückstandes = Auswaage A_1). Danach wird der Niederschlag im Wärmeschrank bei etwa 140 °C bis zur angenäherten Gewichtskonstanz getrocknet und erneut auf 0,001 g gewogen (Auswaage A_2).

Anmerkung: Unter „angenäherter Gewichtskonstanz“ wird hier verstanden, daß die Ergebnisse zweier aufeinanderfolgender Wägungen um nicht mehr als 0,1 %, bezogen auf den niedrigeren Wert voneinander abweichen.

11.4. Auswertung

Der Gehalt an Phthalsäureanhydrid in % ist:

$$\text{Gehalt an Phthalsäureanhydrid} = \frac{0,514 A_1}{E} \cdot 100$$

und

$$\text{Gehalt an Phthalsäureanhydrid} = \frac{0,611 A_2}{E} \cdot 100$$

Hierin bedeuten:

A_1 Auswaage in g nach dem Trocknen bei Raumtemperatur

A_2 Auswaage in g nach dem Trocknen bei 140 °C

E Einwaage in g

Falls die nach beiden Gleichungen ermittelten Werte mehr als 2 % voneinander abweichen, ist dieses Bestimmungsverfahren für das zu untersuchende Alkydharz nicht anwendbar (siehe jedoch die Erläuterungen). Bei Harzlösungen wird der Gehalt an Phthalsäureanhydrid auf die nichtflüchtigen Anteile nach Abschnitt 7 bezogen.

12. Gehalt an unverseifbaren Bestandteilen⁵⁾

(nicht für zusätzlich modifizierte Alkydharze)

12.1. Geräte

250-cm³-Scheidetrichter
Destillationsgerät oder
Rotationsverdampfer
Wärmeschrank für eine Temperatur von 105 °C
Analysenwaage³⁾

12.2. Reagenzien

Äther (Diäthyläther, frei von Peroxiden)
Wäßrige Kalilauge, 0,5 N
Aceton (gegebenenfalls Äthanol, Petroläther)

12.3. Durchführung

Aus dem Filtrat des Kaliumphthalat-Niederschlages nach Abschnitt 11 wird das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Der Rückstand wird mit 50 cm³ destilliertem Wasser aufgenommen und quantitativ in einen Scheidetrichter übergeführt, wobei das Gefäß zuerst dreimal mit je 10 cm³ destilliertem Wasser und anschließend zweimal mit je 50 cm³ Äther nachgespült wird. Mit diesen 100 cm³ Äther werden die unverseifbaren Bestandteile ausgeschüttelt. Das Ausschütteln wird zweimal mit je 50 cm³ Äther wiederholt. Die wäßrige Lösung wird nach Abschnitt 13 weiter verarbeitet. Die Ätherauszüge werden in einem zweiten Scheidetrichter gesammelt und zweimal mit je 50 cm³ wäßriger Kalilauge ausgeschüttelt. Anschließend werden die Ätherauszüge so oft mit destilliertem Wasser gewaschen, bis das Waschwasser neutral ist. Danach wird der Äther unter Inertgas in einem Destillationsgerät oder in einem Rotationsverdampfer entfernt. Gegebenenfalls vorhandenes Wasser wird dadurch entfernt, daß Aceton hinzugefügt und dieses wie vorstehend beschrieben entfernt wird. Der Rückstand wird bei 105 °C im Wärmeschrank bis zur angenäherten Gewichtskonstanz (siehe Anmerkung zu Abschnitt 11.3) getrocknet und auf 0,001 g gewogen (Auswaage A_3).

³⁾ Begriff Analysenwaage siehe DIN 8120

⁴⁾ Ob vollständig verseift wurde, kann man prüfen, indem man die Verseifungszahl in äthanolischer Kalilauge nach verschiedenen Zeiten oder mit Kalilauge mit höhersiedenden Alkoholen bestimmt.

⁵⁾ Beachte besonders hier die Erläuterungen.