

Bindemittel für Anstrichstoffe
Ungesättigte Polyesterharze
 Prüfung

DIN
53 184

Binders for paints and varnishes; unsaturated polyester resins;
 methods of test

Ersatz für Ausgabe 03.73

Liants pour peintures et vernis; résines de polyester non saturés;
 méthodes d'essai

In dieser Norm bedeutet % bei Angabe von Gehalten und von Konzentrationen von Lösungen Massenanteil in Prozent (bisher als Gewichtsprozent angegeben).

1 Anwendungsbereich

Die in dieser Norm festgelegten Prüfverfahren gelten für ungesättigte Polyesterharze nach Abschnitt 2 und für aus diesen Harzen¹⁾ hergestellte Lösungen, soweit sie für Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe verwendet werden. Welche dieser Prüfverfahren im Einzelfall anzuwenden sind, richtet sich nach den Vereinbarungen für das betreffende Erzeugnis.

2 Begriff

Ungesättigte Polyesterharze (UP-Harze) sind Polyesterharze¹⁾, bei denen mindestens eine der Komponenten Polyalkohol oder Polycarbonsäure ungesättigt ist und die mit monomeren, polymerisierbaren Verbindungen copolymerisierbar sind. Sie gehören zur Gruppe der Reaktionsharze²⁾.

3 Probenahme

Die Probenahme wird je nach Zustand des zu prüfenden Erzeugnisses nach DIN 53 242 Teil 1 in Verbindung mit DIN 53 242 Teil 2 oder Teil 3 durchgeführt.

4 Farbzahl

Die Farbzahl des Harzes oder der Harzlösung wird nach DIN 53 409 (Hazen-Farbzahl) bestimmt. Bei Hazen-Farbzahlen über 100 wird die Farbzahl nach DIN 6162 (Iodfarbzahl) bestimmt.

5 Viskosität

Die Viskosität einer Lösung des Harzes oder der Harzlösung wird nach DIN 53 214 (Rotationsviskosimeter mit coaxialen Zylindern) in Verbindung mit DIN 53 019 Teil 1 bestimmt.

Nach Vereinbarung darf die Viskosität auch nach DIN 53 015 (Kugelfall-Viskosimeter nach Höppler) oder nach DIN 53 177 (Kapillar-Viskosimeter gleichschenkliger Bauart nach Ubbelohde) bestimmt werden.

1) Begriffe Harz und Polyesterharz siehe DIN 55 947

2) Begriff Reaktionsharz siehe DIN 16 945

Die nach den verschiedenen Verfahren erhaltenen Ergebnisse können nur bei Flüssigkeiten mit newtonschem Fließverhalten miteinander verglichen werden. Bei Flüssigkeiten mit nicht-newtonschem Fließverhalten wird nur die scheinbare Viskosität gemessen (siehe DIN 13 342).

6 Gehalt an nichtflüchtigen Anteilen bei erhöhter Temperatur (nur für Harzlösungen)

Der Gehalt an nichtflüchtigen Anteilen bei erhöhter Temperatur wird nach DIN 53 216 Teil 1 bestimmt, wobei die Harzlösung eine Stunde lang bei 125 °C gelagert wird.

7 Flammpunkt (nur für Harzlösungen)

Der Flammpunkt wird nach DIN 53 213 Teil 1 oder DIN ISO 3679 bestimmt.

8 Säurezahl (SZ)

Die Säurezahl wird nach DIN 53 402 bestimmt.

9 Hydroxylzahl

Die Hydroxylzahl wird nach DIN 53 240 (Verfahren ohne Katalysator) oder nach DIN ISO 4629 (Verfahren mit Katalysator) bestimmt.

10 Verseifungszahl (VZ)

Die Verseifungszahl wird nach DIN 53 401 bestimmt.

11 Dichte

Die Dichte wird nach DIN 53 217 Teil 2 (Pyknometer-Verfahren) bestimmt.

12 Verdünnbarkeit

Zur Bestimmung der Verdünnbarkeit wird die Prüfung DIN 55 955 – B mit Styrol oder einem anderen vereinbarten Lösemittel bei 20 bis 25 °C mit zu vereinbarenden Mischungsverhältnissen durchgeführt.

Anmerkung: Das verwendete Styrol muß nach Verdünnen mit dem zehnfachen Volumen an wasserfreiem Methanol klar bleiben.

Fortsetzung Seite 2 bis 4

13 Gelierzeit

13.1 Begriff

Unter Gelierzeit im Sinne dieser Norm versteht man die Zeitspanne zwischen dem Mischen der Komponenten und dem Gelieren des fertigen Ansatzes.

Die Gelierzeit gilt als Maß für die Reaktionsfähigkeit ungesättigter Polyesterharze; sie läßt aber keine Rückschlüsse auf die Zeitspanne zu, in der ein so hergestellter, praxisbezogener Ansatz gebrauchsfertig bleibt.

13.2 Bestimmung³⁾

13.2.1 Verfahren 1 (Stabfallverfahren)

Die Gelierzeit wird nach DIN 16945, Ausgabe April 1976, Abschnitt 6.3.1 bestimmt.

13.2.2 Verfahren 2 (automatisches Verfahren)

Die Gelierzeit wird mit automatisch arbeitenden Geräten bestimmt, vorausgesetzt, daß die ermittelten Gelierzeiten mit den Ergebnissen nach Verfahren 1 und 3 vergleichbar sind. Die Arbeitsweise der verwendeten Geräte ist im Prüfbericht anzugeben. Ein Beispiel für ein automatisch arbeitendes Gerät wird in DIN 16945, Ausgabe April 1976, Abschnitt 6.3.2 (Bild 2) angegeben.

13.2.3 Verfahren 3 (Kugelfallverfahren)

(100 ± 0,1) g der zu prüfenden Lösung des ungesättigten Polyesterharzes in Styrol oder einem anderen vereinbarten Lösemittel werden in ein 250-ml-Becherglas eingewogen. Die Konzentration der Lösung muß bekannt sein. Wenn nichts anderes vereinbart ist, soll der Gehalt an nichtflüchtigen Anteilen bei erhöhter Temperatur (nach Abschnitt 6) 50 % betragen. Die Lösung wird mit der vereinbarten Menge⁴⁾ Kobaltbeschleuniger versetzt und durch Rühren mit einem Glasstab homogenisiert. Anschließend wird die Lösung in einem Temperiergefäß auf (20 ± 0,5) °C temperiert⁵⁾. In die temperierte Mischung wird nun die vereinbarte Menge⁴⁾ eines vereinbarten flüssigen oder gelösten Peroxids gegeben und innerhalb von 15 Sekunden homogen verteilt. Mit dieser Lösung wird ein Reagenzglas (etwa 180 mm lang und 20 mm Durchmesser) zu 2/3 gefüllt und in ein durchsichtiges Temperiergefäß gesetzt. Etwa 2 bis 3 Minuten vor der erwarteten Gelierzeit, die gegebenenfalls durch einen Vorversuch ermittelt wurde, werden Kugeln von 3 mm Durchmesser in den Ansatz gegeben. Die Kugeln werden im Abstand von 15 Sekunden zugegeben, später in kürzerer Folge, bis die zuletzt eingetragene Kugel nicht mehr einwandfrei sinkt. Die vom Beginn des Mischens mit dem Peroxid bis zu diesem Zeitpunkt vergangene Zeitspanne wird mit einer Stoppuhr gemessen; sie ist die Gelierzeit in Sekunden.

Das Reagenzglas taucht während der ganzen Messung so tief in die Flüssigkeit des Temperiergefäßes ein, daß die gesamte Substanz von der Flüssigkeit umspült wird. Während der Messung darf das Reagenzglas nicht bewegt oder die Lösung gerührt werden.

Beschleuniger und Peroxid müssen auf ± 2 %, bezogen auf diese Zusätze, dosiert werden.

Da Peroxide ihre Aktivität beim Lagern verändern, müssen stets frische Proben verwendet werden.

Es sind mindestens zwei Bestimmungen durchzuführen. Wenn die Ergebnisse um mehr als 10 %, bezogen auf den

niedrigeren Wert, voneinander abweichen, ist die Messung zu wiederholen.

13.3 Präzision des Verfahrens

Wiederholbarkeit: 5 %

Vergleichbarkeit: 10 %

14 Zeit/Temperatur-Verhalten bei der Aushärtung

Die Höchsttemperatur, die Zeit bis zum Erreichen der Höchsttemperatur und die Zeit bis zu einer bestimmten Temperaturerhöhung während des Härtens mit Peroxid und Beschleuniger werden nach DIN 16945, Ausgabe April 1976, Abschnitt 6.2.2.2 bestimmt.

15 Prüfbericht

Der Prüfbericht muß mindestens die folgenden Angaben enthalten (vorbehaltlich der Vereinbarungen über das Weglassen einzelner Prüfungen):

- a) Art und Bezeichnung des geprüften Erzeugnisses;
- b) einen Hinweis auf diese Norm;
- c) die Vereinbarungen über das Weglassen einzelner Prüfungen;
- d) Farbzahl (Hazen-Farbzahl oder Iodfarbzahl), mit Angabe von Lösemittel und Konzentration der Lösung;
- e) Viskosität sowie das angewendete Prüfverfahren, mit Angabe von Meßtemperatur, Lösemittel und Konzentration der Lösung;
- f) Gehalt an nichtflüchtigen Anteilen bei erhöhter Temperatur;
- g) Flammpunkt sowie das angewendete Prüfverfahren;
- h) Säurezahl (SZ);
- i) Hydroxylzahl sowie das angewendete Prüfverfahren;
- j) Verseifungszahl (VZ);
- k) Dichte;
- l) Verdünnbarkeit;
- m) Gelierzeit sowie das angewendete Prüfverfahren (Verfahren 1, 2 oder 3), mit Angabe von:
Gehalt an nichtflüchtigen Anteilen der geprüften Lösung
Kobaltbeschleuniger, Art und Menge
Peroxid, Art und Menge;
- n) Zeit/Temperatur-Verhalten bei der Aushärtung, mit Angabe von:
Gehalt an nichtflüchtigen Anteilen der geprüften Lösung
Kobaltbeschleuniger, Art und Menge
Peroxid, Art und Menge;
- o) alle vereinbarten Einzelheiten und Abweichungen von den festgelegten Verfahren;
- p) Prüfdatum.

³⁾ Siehe auch Erläuterungen.

⁴⁾ Die zu verwendenden Mengen an Kobaltbeschleuniger und Peroxid richten sich nach dem zu prüfenden UP-Harz.

⁵⁾ Oder auf eine andere vereinbarte Temperatur