

Anstrichstoffe
Epoxidharze
Prüfung

DIN
53 188

Paints, varnishes and similar products; epoxide resins; methods of test

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

In dieser Norm bedeutet % bei Angabe von Gehalten und von Konzentrationen von Lösungen Gewichtsprozent. Falls nichts anderes angegeben wird, gilt für Reagenzien der Reinheitsgrad „zur Analyse“. Reagenzlösungen ohne Angabe des Lösungsmittels sind Lösungen in destilliertem Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit. Bei analytischen Arbeitsgängen bedeutet Wasser destilliertes Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit.

1 Geltungsbereich

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

2 Begriff

Epoxidharze (im folgenden kurz „EP-Harze“) sind Epoxidgruppen enthaltende Reaktionsharze.

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. Im Prüfbericht müssen das Lösungsmittel und die Konzentration der Harzlösung angegeben werden.

5 Auslaufzeit

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.

¹⁾ Begriff Harz siehe DIN 55 947

²⁾ Probenahme von Rohstoffen für Anstrichstoffe siehe DIN 53 242 Blatt 1 (z. Z. noch Entwurf)

6 Viskosität

Die dynamische Viskosität wird nach DIN 53 015 (Höppler-Viskosimeter) oder DIN 53 177 (Kapillar-Viskosimeter gleichschenkliger Bauart) bestimmt. Im Prüfbericht müssen das Prüfverfahren, die Temperatur sowie das Lösungsmittel und die Konzentration der Harzlösung angegeben werden.

Nach Vereinbarung darf die Viskosität auch mit einem Rotationsviskosimeter bei definiertem Schergefälle (DIN 53 788 (Vornorm)) bestimmt werden.

Anmerkung: 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

Bei flüssigen, lösungsmittelfreien, nicht mit reaktiven Verdünnungsmitteln verdünnten Epoxidharzen wird der Gehalt an nichtflüchtigen Anteilen bei erhöhter Temperatur nach DIN 53 216 bestimmt, wobei 5 g Harz ohne Zugabe von Lösungsmittel 3 Stunden lang bei 140 °C im Wärmeschrank gelagert werden.

Bei Epoxidharz-Lösungen wird der Gehalt an nichtflüchtigen Anteilen bei erhöhter Temperatur nach DIN 53 216 bestimmt, wobei 2 g Harzlösung ohne Zugabe von Lösungsmittel 3 Stunden lang bei 140 °C im Wärmeschrank gelagert werden.

8 Flammpunkt

Der Flammpunkt wird nach DIN 53 213 Blatt 1 (bei einem Flammpunkt bis +65 °C) oder nach DIN 51 758 (bei einem Flammpunkt über +65 °C) bestimmt.

Fortsetzung Seite 2 bis 4

9 Brechungszahl

Die Brechungszahl wird nach DIN 53 491 bestimmt.

10 Epoxid-Äquivalentgewicht

Da Wasser bei diesem Verfahren zu falschen Werten führt, sind nur wasserfreie Reagenzien zu verwenden. Während der Durchführung ist der Kontakt mit Feuchtigkeit zu vermeiden.

10.1 Begriff

Unter dem Epoxid-Äquivalentgewicht wird diejenige Menge Epoxidharz in g verstanden, die 16 g epoxidisch gebundenen Sauerstoff (Epoxid-Sauerstoff) enthält.

10.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Das Harz wird mit einer Mischung aus Dichlormethan und Essigsäure gelöst. Die Lösung wird mit einer etwa stöchiometrischen Menge von Tetra-n-butyl-ammoniumjodid versetzt und mit 0,1 N Perchlorsäure in Essigsäure unter Verwendung von Kristallviolett als Indikator titriert. Das Verfahren ist in der beschriebenen Form nicht für basische Gruppen enthaltende Epoxidharze anwendbar.

10.3 Geräte

Magnetrührwerk
Mikrobürette
Analysenwaage³⁾
100-cm³-Erlenmeyerkolben

10.4 Reagenzien⁴⁾

Essigsäure 99- bis 100%ig (Eisessig)
Dichlormethan-Essigsäure-Gemisch, bestehend aus:
4 Vol.-Teilen Dichlormethan (Methylchlorid) mit einem Wassergehalt von höchstens 0,02 % H₂O und
1 Vol.-Teil Essigsäure 99- bis 100%ig (Eisessig)
Tetra-n-butyl-ammoniumjodid, für Polarographie
Kristallviolett-Lösung, 0,1%ig in Essigsäure 99- bis 100%ig
Perchlorsäure, etwa 0,1 N in Essigsäure 99- bis 100%ig
Kaliumhydrogenphthalat

10.5 Bestimmung der Normalität der etwa 0,1 N Perchlorsäure

Etwa 0,2 g Kaliumhydrogenphthalat, das 24 Stunden lang bei 125 °C getrocknet wurde, werden auf 0,0001 g genau (Einwaage E_1) in einen 100-cm³-Erlenmeyerkolben eingewogen und in 25 cm³ Essigsäure unter leichtem Erwärmen gelöst. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur werden 4 Tropfen Kristallviolett-Lösung zugegeben, und die Lösung wird mit 0,1 N Perchlorsäure-Lösung bis zum Umschlag von blau über blaugrün und grün nach gelbgrün titriert (Verbrauch a). In gleicher Weise, jedoch ohne Kaliumhydrogenphthalat, wird ein Blindversuch durchgeführt (Verbrauch b).

Die Normalität der Perchlorsäure ist:

$$\text{Normalität} = \frac{E_1}{(a - b) 0,20422}$$

Hierin bedeuten:

- a Verbrauch in cm³ an Perchlorsäure im Hauptversuch
- b Verbrauch in cm³ an Perchlorsäure im Blindversuch
- E_1 Einwaage in g

10.6 Durchführung

Die Einwaage des Harzes richtet sich nach dem zu erwartenden Epoxid-Äquivalentgewicht (Richtwerte siehe Tabelle 1). Sie soll so gewählt werden, daß der Verbrauch an Titriermittel bei etwa 20 cm³ liegt.

Tabelle 1.

Epoxid-Äquivalentgewicht	Einwaage g
bis 300	0,5
über 300 bis 750	1,0
über 750 bis 1400	2,0
über 1400 bis 2500	3,0
über 2500	4,0

Das Harz wird auf 0,001 g in den Erlenmeyerkolben eingewogen (Einwaage E_2) und in 25 cm³ Dichlormethan-Essigsäure-Gemisch gelöst. Gegebenenfalls darf auf 50 °C erwärmt werden.

Nach Abkühlen auf Raumtemperatur werden ($2 \pm 0,1$) g Tetra-n-butyl-ammoniumjodid und 4 Tropfen Kristallviolett-Lösung zugegeben, und die Lösung wird mit 0,1 N Perchlorsäure-Lösung bis zum Umschlag von blau über blaugrün und grün nach gelbgrün titriert (Verbrauch c). In gleicher Weise, jedoch ohne Harz, wird ein Blindversuch durchgeführt (Verbrauch d).

10.7 Auswertung

Das Epoxid-Äquivalentgewicht ist

$$\text{Epoxid-Äquivalentgewicht} = \frac{E_2 \cdot 1000}{(c - d) \cdot n_y}$$

Hierin bedeuten:

- c Verbrauch in cm³ an Perchlorsäure im Hauptversuch
- d Verbrauch in cm³ an Perchlorsäure im Blindversuch
- E_2 Einwaage in g
- n_y Normalität der Perchlorsäure bei der Reagenztemperatur y °C während der Titration; für jedes °C, um das die Temperatur über die Temperatur der Titrierein-
stellung steigt, werden 0,0001 von der festgestellten Normalität abgezogen, um n_y zu erhalten (oder umgekehrt).

10.8 Prüffehler

(nach DIN 51 848 Blatt 1)

Wiederholbarkeit: 0,5 %

Vergleichbarkeit: 1,0 %

11 Epoxidwert

Der Epoxidwert gibt an, wieviel Mol Epoxidgruppen in 100 g eines Epoxidharzes enthalten sind. Der Epoxidwert kann aus dem Epoxid-Äquivalentgewicht nach folgender Zahlenwertgleichung berechnet werden:

$$\text{Epoxidwert} = \frac{100}{\text{Epoxid-Äquivalentgewicht}}$$

12 Hydroxylzahl bzw.

Hydroxyl-Äquivalentgewicht

12.1 Geräte

300-cm³-Erlenmeyerkolben mit Schliff
Geeignete Heizvorrichtung
Rückflußkühler mit Normschliff, passend zum Erlenmeyerkolben

³⁾ Begriff Analysenwaage siehe DIN 8120

⁴⁾ Über Bezugsquellen erteilt der Fachnormenausschuß Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe, DIN, 1 Berlin 30, Burggrafenstraße 4-7, Auskunft.