

BARWNIKI I PIGMENTY	NORMA BRANŻOWA	BN-78
	Barwniki i pigmenty do żywic poliestrowych	6041-09
	Metody badań	Zamiast BN-66/6041-09
		Grupa katalogowa X 19

1 WSTĘP

1.1 Przedmiot normy Przedmiotem normy są metody badań barwników tłuszczowych i pigmentów stosowanych do barwienia żywic poliestrowych

1.2 Rodzaje badań

- oznaczanie pozostałości na sicie,
- oznaczanie zawartości wody,
- określanie wpływu barwników lub pigmentów na czas zelowania żywic utwardzanych w temperaturze pokojowej,
- oznaczanie trwałości barwników lub pigmentów na inicjatory i przyspieszacze stosowane do utwardzania żywic w temperaturze pokojowej,
- oznaczanie trwałości barwników lub pigmentów na inicjatory i przyspieszacze stosowane do utwardzania żywic w temperaturze podwyższonej,
- określanie wpływu barwników lub pigmentów na stabilność żywicy,
- oznaczanie koncentracji,
- oznaczanie odcienia,
- oznaczanie trwałości na wodę,
- oznaczanie trwałości na wodę morską,
- oznaczanie trwałości na alkalia,
- oznaczanie trwałości na kwasy,
- oznaczanie trwałości na aceton,
- oznaczanie trwałości na mydło,
- oznaczanie trwałości na olej,
- oznaczanie trwałości na światło

2 METODY BADAŃ

2.1 Oznaczanie pozostałości na sicie

— dla barwników tłuszczowych — wg BN-77/6044-15,

— dla pigmentów — wg PN-71/C-04401, stosując benzynę ekstrakcyjną lub lakową, z tą różnicą, że w obu przypadkach należy przesiać badany barwnik lub pigment przez sito, o boku oczka kwadratowego 0,063 mm, a pozostałość przez sito o boku oczka kwadratowego 0,08 mm

2.2 Oznaczanie zawartości wody

— dla barwników tłuszczowych — wg BN-77/6044-15,

— dla pigmentów — wg PN-71/C-04401

2.3 Określanie wpływu barwników lub pigmentów na czas zelowania żywic utwardzanych w temperaturze pokojowej

2.3.1 Przyrządy

- Mozdziej porcelanowy o średnicy 250 mm
- Walcarka laboratoryjna o walcach ceramicznych
- Łaznia wodna
- Sekundomierz
- Probowka laboratoryjna o wymiarach 18×180 mm

2.3.2 Materiały

- Żywica poliestrowa — polimal, np. typ 103, 184 lub inny podobny
- Inicjator — np. nadutlenek cykloheksanonu w ftalanie dwubutyli, w stosunku wagowym 1:1, znany w handlu pod nazwą HCH, ketonoks lub inny podobny
- Przyspieszacz — naftenian kobaltu rozpuszczony w styrenie i zawierający 1% kobaltu metalicznego
- Barwnik lub pigment badany

2.3.3 Przygotowanie żywicy do badań 1 g barwnika lub pigmentu organicznego w proszku lub 3 g w postaci pasty, odważyć z dokładnością do 0,001 g albo 10 g pigmentu nieorganicznego z dokładnością do 0,01 g i umieścić w moździerzu porcelanowym. Następnie przy ciągłym mieszaniną dodać stopniowo 199 g żywicy wg 2.3.2a) do barwnika lub pigmentu organicznego albo 190 g do pigmentu nieorganicznego

Mieszaninę ucierać w moździerzu w ciągu 30 min lub przepuścić pięciokrotnie przez walcarkę w temperaturze najwyższej 30°C. Zhomogenizowaną w ten sposób mieszaninę odstawić na 2 h w celu usunięcia pęcherzyków powietrza

2.3.4 Wykonanie oznaczania 25 g żywicy przygotowanej wg 2.3.3 i doprowadzonej do temperatury 25°C na łaźni wodnej, umieścić w moździerzu

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 11 marca 1978 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1979 r. (Dz. Norm. i Miar nr 10/1978 poz. 51)

rzu, dodać 0,1 cm³ przyspieszacza wg 2 3 2c) i dokładnie wymieszać. Po 5 min mieszaninę ponownie wymieszać, dodać 1 g inicjatora wg 2 3 2b) odważonego z dokładnością do 0,01 g, włączyć sekundomierz, po czym mieszać jeszcze w ciągu 2 min i całą zawartość szybko przelać do probówki.

Następnie probówkę należy zakryć szczelnie korkiem i zanurzyć w łaźni wodnej w temperaturze $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$. Co 2 min należy sprawdzać płynność żywicy przez odwracanie probówki, chwytając ją każdorazowo szczypcami. Gdy żywica zaczyna zelować i pęcherzyk powietrza nie przechodzi do dna probówki, sekundomierz należy wyłączyć.

Dla każdej próby wykonać co najmniej po trzy oznaczenia i wyznaczyć średni czas zelowania.

W ten sam sposób wykonać oznaczenie z żywicą niebarwioną.

Wpływ barwnika lub pigmentu badanego na czas zelowania żywicy utwardzanej w temperaturze pokojowej należy określić przez porównanie średniego czasu zelowania żywicy barwionej i niebarwionej.

Dopódszczalną różnicę czasu zelowania określa ją normy przedmiotowe.

2 4 Określanie trwałości barwników lub pigmentów na inicjatory i przyspieszacze stosowane do utwardzania żywic w temperaturze pokojowej

2 4 1 Przyrządy Foremki do wykonania kształtek przygotowane w następujący sposób: 2 płytki ze szkła okiennego o wymiarach $80 \times 50 \times 2$ mm, posmarować (jednostronnie) pędzelkiem 5-procentowym roztworem alkoholu poliwinylowego w mieszaninie z wodą, w stosunku 1:1, wysuszyć, po czym płytki jeszcze raz posmarować alkoholem.

Po wysuszeniu w temperaturze pokojowej między dwie płytki (zwrócone do siebie stronami pokrytymi) włożyć wzdłuż dłuższych krawędzi dwie płytki o wymiarach 25×100 mm z tego samego szkła tak, aby po włożeniu wystawały tylko z jednej strony.

Trzy brzości płyt okleić leukoplastem o szerokości 40 mm, a następnie wyjąć płytki z wnętrza.

2 4 2 Materiały — wg 2 3 2

2 4 3 Wykonanie oznaczania Mieszaninę żywicy z barwnikiem lub pigmentem badanym oraz z przyspieszaczem i inicjatorem, przygotowaną wg 2 3 4, wlać do foremki zamiast do probówki i pozostawić na 24 h w temperaturze pokojowej. Po tym czasie kształtkę wyjąć przez usunięcie leukoplastu.

Trwałość badanego barwnika lub pigmentu na przyspieszacze i inicjatory stosowane do utwardzania żywic w temperaturze pokojowej należy określić przez obserwację nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym powierzchni kształtki.

Jednolite jej zabarwienie świadczy o trwałości barwnika lub pigmentu na podany zestaw inicjatora i przyspieszacza. Natomiast jasne lub ciemne plamy albo całkowite odbarwienie świadczy o braku trwałości.

2 5 Oznaczanie trwałości barwników lub pigmentów na inicjatory stosowane do utwardzania żywic w temperaturze podwyższonej

2 5 1 Przyrządy

a) Termostat utrzymujący temperaturę $100 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

b) Ściskacze srubowe do biuret.

c) Foremki do kształtek wykonane w następujący sposób: między dwie krawędzie dwóch płytek szklanych o wymiarach $80 \times 50 \times 2$ mm, posmarowanych wewnątrz 5-procentowym roztworem alkoholu poliwinylowego w mieszaninie z wodą w stosunku 1:1, włożyć wąskie paski gumy o grubości 5 mm. Zestaw unieruchomić za pomocą ściskaczy umieszczonych w czterech wierzchołkach płytek i w środku trzech ich krawędzi, podkładając w miejscach umocowania ściskaczy kawałki gumy w celu zabezpieczenia płytek przed pęknięciem.

2 5 2 Materiały

a) Żywica barwiona przygotowana wg 2 3 3.

b) Inicjator — nadtlenek benzoilu wymieszany z ftalanem dwubutyłu w stosunku wagowym 1:1.

2 5 3 Wykonanie oznaczania Do 50 g żywicy doprowadzonej na łaźni wodnej do temperatury $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ostrożnie dodać mieszając 1 g nadtlenu benzoilu i całość wymieszać do otrzymania jednolitej masy. Następnie mieszaninę wlać do foremki przygotowanej wg 2 5 1c) i umieścić w termostacie w temperaturze $100 \pm 2^{\circ}\text{C}$ na 10 min.

Po ostudzeniu foremki do temperatury pokojowej kształtkę wyjąć przez usunięcie ściskaczy. Trwałość barwnika lub pigmentu na inicjatory stosowane do utwardzania żywic w temperaturze podwyższonej określić jak 2 4 3.

2 6 Określanie wpływu barwników lub pigmentów na stabilność żywicy Wykonać jak w 2 3 4, z tą różnicą, że bez dodatku inicjatora i przyspieszacza, a zamiast łaźni wodnej stosuje się termostat o temperaturze 50°C . W tych warunkach należy przechowywać próbkę w ciągu 96 h i sprawdzać co 24 h stabilność żywicy.

2 7 Oznaczanie koncentracji Przygotować wg 2 4 3 dwie kształtki — jedną z barwnikiem lub pigmentem badanym, a drugą z wzorcowym i porównać intensywność barwy obu kształtek. Porównanie przeprowadzić nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

W przypadku gdy intensywność barwy kształtki z barwnikiem lub pigmentem badanym różni

się od intensywności barwy kształtki z barwnikiem wzorcowym powtórzyć oznaczanie na nowych kształtkach, stosując do ich wykonania odpowiednio mniej lub więcej o 5, 10, 15% barwnika lub pigmentu wzorcowego, aż do uzyskania zgodnej intensywności barwy porównywanych próbek

Koncentrację barwnika lub pigmentu obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1}{m_2} \cdot 100$$

w którym

m_1 — masa barwnika lub pigmentu wzorcowego, g,

m_2 — masa barwnika lub pigmentu badanego, g

2 8 Oznaczanie odcienia Odcień barwnika lub pigmentu badanego określić przez porównanie wybarwionych kształtek wg 2 4 3 barwnikiem lub pigmentem badanym i wzorcowym o zgodnej intensywności barwy. Porównanie przeprowadzić nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310

W przypadku niezgodności odcienia podać charakterystykę słowną tej niezgodności, np. bardziej żółty, bardziej czerwony itp.

2 9 Oznaczanie trwałości na wodę Kształtkę utwardzoną w temperaturze pokojowej wg 2 4 3 lub podwyższonej wg 2 5 3 (w zależności od wskazań normy przedmiotowej) umieścić w zamkniętym szklanym naczyniu, zawierającym 100 cm³ wody o pH — 7 i temperaturze 60°C i pozostawić na 24 h. Po tym czasie kształtkę wyjąć, a w roztworze zanurzyć na 30 s pasek bibuły Whatman 2, o wymiarach 20×100 mm, po czym pasek wyjąć, wysuszyć na powietrzu i porównać z paskiem bibuły nie poddanym działaniu wody. Porównanie przeprowadzić nieuzbrojonym okiem

w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310

Zmianę barwy paska bibuły określić w stopniach za pomocą szarej skali do oceny stopnia zabrudzenia bieli wg PN-63/P-04907

2 10 Oznaczanie trwałości na wodę morską — wg 2 9, stosując zamiast wody zwykłej wodę o składzie wody morskiej wg BN-64/6110-02 o temperaturze 60°C i czas zanurzenia kształtki 24 h

2 11 Oznaczanie trwałości na alkalia — wg 2 9, stosując zamiast wody zwykłej 2-procentowy roztwór węgla sodowego o temperaturze 60°C i czas zanurzenia 24 h

2 12 Oznaczanie trwałości na kwasy — wg 2 9, stosując zamiast wody zwykłej 6-procentowy roztwór kwasu octowego o temperaturze pokojowej i czas zanurzenia kształtki 24 h

2 13 Oznaczanie trwałości na aceton — wg 2 9, stosując zamiast wody zwykłej aceton o temperaturze pokojowej i czas zanurzenia kształtki 24 h

2 14 Oznaczanie trwałości na mydło — wg 2 9, stosując zamiast wody zwykłej świeżo przygotowany 1-procentowy roztwór płatków mydlanych wg PN-68/C-77058 o temperaturze 60°C i czas zanurzenia kształtki 24 h

2 15 Oznaczanie trwałości na olej — wg 2 9, stosując zamiast wody zwykłej olej parafinowy farmaceutyczny o temperaturze 60°C i czas zanurzenia kształtki 24 h

2 16 Oznaczanie trwałości na światło — wg PN-64/C-04411 na kształtkach przygotowanych wg 2 4 3

W zależności od wskazań normy przedmiotowej, badanie wykonać w świetle dziennym lub sztucznym (lampa ksenonowa)

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1 Instytucja opracowująca normę — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA

2 Istotne zmiany w stosunku do BN-66/6041-09

a) zmodyfikowano metodę określania wpływu barwników lub pigmentów na czas zelowania żywicy utwardzanych w temperaturze pokojowej,

b) wyeliminowano określenie wpływu barwników lub pigmentów na czas zelowania żywicy utwardzanych w temperaturze podwyższonej,

c) zmodyfikowano sposób oceny koncentracji i odcienia, stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego,

d) wprowadzono do oznaczania trwałości na światło — obok światła dziennego — światło sztuczne (lampa ksenonowa)

3 Normy związane

PN-71/C-04401 Pigmenty Ogólne metody badań

PN-64/C-04411 Pigmenty Określanie trwałości na światło

PN-68/C-77058 Przetwory tłuszczowe Płatki i nitki mydlane

PN-68/N-02310 Iluminanty i źródła sztucznego światła dziennego

PN-63/P-04907 Metody badań wyrobów włókienniczych Wyznaczanie odporności wybarwień Szara skala do oceny stopnia zabrudzenia bieli

BN-77/6044-15 Barwniki tłuszczowe Metody badań

BN-64/6110-02 Wyroby lakierowe Badanie odporności powłok na działanie wody morskiej

4 Autor projektu normy — inż. Jadwiga Pliszkie-wicz