

BARWNIKI I PIGMENTY	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Barwniki helasolowe	6041-25
	Metody badań	Grupa katalogowa X 29

1 WSTĘP

1 1 Przedmiot normy Przedmiotem normy są metody badań barwników helasolowych stosowanych głównie do barwienia bawełny

1 2 Rodzaje badań

- oznaczanie koncentracji,
- oznaczanie odcienia,
- oznaczanie zawartości substancji czynnej,
- oznaczanie rozpuszczalności w wodzie,
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie,
- oznaczanie pH roztworów wodnych,
- oznaczanie trwałości na pranie w temperaturze 95°C,
- oznaczanie trwałości na bielenie nadtlenkami,
 - oznaczanie trwałości na tarcie suche i mokre,
 - oznaczanie trwałości na światło sztuczne,
 - oznaczanie trwałości na sublimację,
 - oznaczanie trwałości na pot,
 - oznaczanie trwałości na merceryzację

1 3 Normy związane

- PN-59/C-04704 Barwniki Oznaczanie stopnia rozpuszczalności w wodzie
- PN-68/C-77058 Przetwory tłuszczowe Płatki i minki mydlane
- PN-68/N-02310 Iluminanty i źródła sztucznego światła dziennego
- PN-63/P-04908 Kontrola jakości wyrobów włókienniczych Wyznaczanie odporności wybarwienia na tarcie
- PN-56/P-04913 Kontrola jakości wyrobów włókienniczych Wyznaczanie odporności wybarwienia na pot
- PN-57/P-04921 Kontrola jakości wyrobów włókienniczych Wyznaczanie odporności wybarwienia na bielenie nadtlenkami

PN-57/P-04926 Kontrola jakości wyrobów włókienniczych Wyznaczanie odporności wybarwienia na merceryzację

PN-57/P-04931 Kontrola jakości wyrobów włókienniczych Wyznaczanie odporności wybarwienia na pranie mechaniczne w temperaturze 95°C

PN-64/P-04941 Kontrola jakości wyrobów włókienniczych Wyznaczanie odporności wybarwienia na plisowanie kontaktowe i stabilizację gorącym powietrzem

PN-68/P-04943 Kontrola jakości wyrobów włókienniczych Wyznaczanie odporności wybarwienia na światło sztuczne

2 METODY BADAŃ

2 1 Wyznaczanie koncentracji

2 1 1 Włókno do barwienia Do barwienia przeznacza się próbki tkaniny bawełnianej merceryzowanej, bielonej, nieapretowanej oraz nie zawierającej włókien martwych lub małe ich ilości ani pozostałości chemikaliów

2 1 2 Urządzenie

Napawarka laboratoryjna

2 1 3 Odczynniki i roztwory

- Środek zwilżający Pretepon G lub Neka-lina S
- Węglan sodowy bezwodny cz
- Azotyn sodowy cz
- Kwas siarkowy cz (1,84)
- Mocznik cz
- Płatki mydlane wg PN-68/C-77058, roztwór 0,5-procentowy

2 1 4 Przygotowanie kąpieli napawającej i wywołującej

- Kąpiele napawające przygotowac przez rozpuszczenie następujących składników barwnika wzorcowego w ilości dającej wybarwienie o intensywności $\frac{1}{3}$ kolekcji pomocniczej w 900 cm³

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego

Ustanowiona przez Dyrektora ZPO dnia 4 czerwca 1971 r jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 kwietnia 1972 r (Mon Pol nr 38/1971, poz. 249)

wody z dodatkiem 1 g węglanu sodowego. Po rozpuszczeniu barwnika dodać 1 g środka zwiłzającego i 10 g azotynu sodowego. Całość uzupełnić wodą do 1000 cm³

W przypadku barwników trudno rozpuszczalnych w wodzie podgrzać barwnik z wodą i węglanem sodowym do temperatury 60–70°C, a po rozpuszczeniu oziębic roztwór do temperatury pokojowej i następnie dodać pozostałe składniki. W taki sam sposób przygotować kąpiel z barwnika badanego

b) Kąpiel wywołującą przygotować przez rozpuszczenie 20 cm³ kwasu siarkowego i 5 g moczniaka w takiej ilości wody, aby końcowa objętość roztworu wynosiła 1000 cm³

2 1 5 Wykonanie oznaczania Dwie suche próbki tkaniny wg 2 1 1 napawac wg 2 1 2 w kąpielach przygotowanych z barwnika badanego i wzorcowego wg 2 1 4a) o temperaturze 30–40°C z zachowaniem szybkości napawania 5 m/min. Po napawaniu tkaninę wyjąć — stopień wyjęcia 100 ± 5% — po czym poddać wywoływaniu w kąpiele wg 2 1 4b) o temperaturze poniżej 100°C. Wywoływać w ciągu 5 sek. Następnie próbki płukać w zimnej bieżącej wodzie i neutralizować w ciągu 2 min w roztworze 2 g na 1 dm³ węglanu sodowego o temperaturze około 40°C zachowując krotność kąpiele 1 50. Wybarwione próbki umieścić w roztworze płatków mydlanych przy zachowaniu krotności kąpiele 1 50, doprowadzić do temperatury wrzenia i utrzymywać w tej temperaturze w ciągu 5 min. Następnie próbki płukać w wodzie o temperaturze około 60°C w ciągu 3 min, a potem w strumieniu zimnej wody bieżącej i suszyć w temperaturze około 70°C

Porównać nieuzbrojonym okiem intensywność wybarwień wykonanych z barwnika badanego i wzorcowego. Porównania dokonać w rozproszonym świetle dziennym lub stosując źródło światła odpowiadające wymaganiom PN-68/N-02310. W przypadku gdy intensywność wybarwień wykonanych barwnikiem badanym i wzorcowym jest niezgodna, należy powtórzyć oznaczanie biorąc do badania odpowiednio mniej lub więcej barwnika wzorcowego z przesunięciami 5-procentowymi w stosunku do ilości barwnika w wybarwieniu zasadniczym

Koncentrację badanego barwnika (X) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym

m_1 — masa barwnika wzorcowego, g,

m_2 — masa barwnika badanego, g

2 2 Oznaczanie odcienia Odcień barwnika badanego określić przez porównanie wybarwień wykonanych wg 2 1 barwnikiem badanym i wzorcowym o zgodnej intensywności barwy. Porównania dokonać w warunkach podanych w 2 1. W przypadku niezgodności odcienia podać jego charakterystykę słowami, np. bardziej żółty, bardziej czerwony, bardziej tępy itp.

2 3 Oznaczanie zawartości substancji czynnej

2 3 1 Zasada oznaczania Barwnik helasolowy rozpuszcza się w wodzie, poddaje hydrolizie przy pomocy kwasu, następnie utlenia się do nierozpuszczalnego barwnika kadziowego, który odsącza się, suszy i wazy

W zależności od wskazanej normy przedmiotowej utlenianie przeprowadza się jedną z poniższych metod

- przy użyciu azotynu sodowego,
- przy użyciu nadtlenu wodoru

2 3 2 Oznaczanie zawartości substancji czynnej metodą A

2 3 2 1 Odczynniki

- Azotyn sodowy cz. d. a., roztwór 10-procentowy
- Kwas siarkowy cz., roztwór 10-procentowy
- Chlorek barowy, cz., roztwór 2-procentowy
- Papierki jodokrobiowe

2 3 2 2 Wykonanie oznaczania 1 g barwnika badanego odważyć z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, dodać 200 cm³ wody, ogrzać do temperatury 80°C i utrzymywać w tej temperaturze do rozpuszczenia. W przypadku pozostawania nie rozpuszczającego się osadu przesączyć szybko przez tygiel Schotta nr 4 lub przez sączek ilościowy miękki typu VEB 388, a zlewkę i pozostały na sączku osad przemyć kilkakrotnie wodą o temperaturze 30°C. Przesącz i wodę z przemywania zebrać razem. Następnie, mieszając, dodać 3 cm³ roztworu azotynu sodowego i 2 cm³ roztworu kwasu siarkowego i ciągle mieszając ogrzewać do wrzenia (pod wyciągiem) oraz utrzymywać w tej temperaturze do zniknięcia brunatnych par tlenu azotu. Sprawdzić papierkami jodokrobiowymi nadmiar azotynu w roztworze. Po stwierdzeniu nieobecności azotynu sodowego i oziębieniu zawiesiny do temperatury 60°C, odsączyć wydzielony pigment przez tygiel Schotta nr 4 lub lejek sitowy (Buchnera) z dwoma sączkami ilościowymi średnimi typu VEB 388, uprzednio wysuszonymi do stałej masy w temperaturze 100–105°C i zwazonymi z dokładnością do 0,0002 g. Pozostałość na sączku przemyć gorącą wodą do zaniku w przesączu jonów SO₄²⁻. Proby na SO₄²⁻ wykonywać z roztworem chlorku barowego

Sączki z osadem suszyć najpierw w temperaturze 80°C, a potem w 100°C do stałej masy. Waga z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość substancji czynnej (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m}$$

w którym

m — masa barwnika odważonego do badania, g,

m_1 — masa sączków, g,

m_2 — masa sączków z osadem, g

2 3 2 3 Wynik Za wynik przyjęc średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 5% wyniku mniejszego

2 3 3 Oznaczenie zawartości substancji czynnej metodą B

2 3 3 1 Odczynniki

a) Nadtlenek wodoru cz., roztwór 10-procentowy

b) Kwas solny cz., roztwór 10-procentowy

c) Azotan srebra cz., roztwór 2-procentowy

2 3 3 2 Wykonanie oznaczania Rozpuścić barwnik 1 w razie potrzeby przesączyć wg 2 3 2 2. Do przesącza 1 wody z przemywania, zebranych razem, dodać 15 cm³ roztworu kwasu solnego i ogrzać do temperatury 80°C. Następnie dodać ostrożnie 25 cm³ roztworu nadtlenu wodoru i utrzymywać w temperaturze 80°C w ciągu 10 min. Następnie oziębić zawiesinę do temperatury 60°C, po czym sączenie wydzielonego pigmentu 1 przemywanie wykonać wg 2 3 2 2. Przesącz sprawdzając również na nieobecność jonów chlorkowych wykonując próbę z roztworem azotanu srebra. Suszenie 1 wazenie sączków z osadem, a następnie obliczenie zawartości substancji czynnej wykonać zgodnie z 2 3 2 2.

2 3 3 3 Wynik — wg 2 3 2 3

2 4 Oznaczenie rozpuszczalności w wodzie należy wykonać wg PN-59/C-04704 z tą różnicą, że barwnik rozpuszczać 1 sączyć w zależności od wskazań normy przedmiotowej w temperaturze 30 lub 90°C, a po przesączeniu roztworu sączki umieszczać na krążku bibuły do sączenia, którym przykryć zlewkę pojemności 400 cm³ zawierającą 100 cm³ 18-procentowego roztworu kwasu solnego 1 kilka kryształów azotynu sodowego. Po 1 min sączki zdjąć 1 ocenić wzrokowo obecność lub nieobecność barwnika na sączku

2 5 Oznaczenie substancji nierozpuszczalnych w wodzie

2 5 1 Wykonanie oznaczania Odważyć około 3 g barwnika badanego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności 600 cm³, dodać 450 cm³ wody o temperaturze pokojowej 1 ogrzać do temperatury 80°C, ciągle mieszając. Po rozpuszczeniu barwnika przesączyć roztwór przez tygiel Schotta nr 4 lub lejek sitowy (Buchnera) z dwoma zwilżonymi wodą sączkami ilościowymi miękkimi typu VEB 388, uprzednio wysuszonymi do stałej masy 1 zwazonymi z dokładnością do 0,0002 g. Zlewkę wypłukać 1 sączek przemyć wodą o temperaturze 70—80°C do zaniku w przesączu reakcji alkalicznej na papierku z zolcenią brylantową, czerwienią fenolową lub czerwienią obojętną. Sączki z osadem wysuszyć w 100—105°C do stałej masy 1 zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m}$$

w którym

m — masa barwnika pobranego do badania, g,

m_1 — masa sączków, g,

m_2 — masa sączków wraz z osadem, g

2 5 2 Wynik Za wynik przyjęc średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 10% wyniku mniejszego

2 6 Oznaczenie pH roztworów wodnych

2 6 1 Wykonanie oznaczania 2 g barwnika odważyć z dokładnością do 0,1 g, umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, dodać 100 cm³ wody o temperaturze 80°C 1 mieszać do rozpuszczenia. Po ostygnięciu roztworu oznaczyć pH przy pomocy pehametru ze szklaną elektrodą

2 6 2 Wynik Za wynik przyjęc średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,5 pH

2 7 Oznaczenie trwałości na pranie w 95°C należy wykonać wg PN-57/P-04931 na wybarwieniach wykonanych wg 2 1 o intensywności 1/3 kolekcji pomocniczej

2 8 Oznaczenie trwałości na bielenie nadtlenkami należy wykonać wg PN-57/P-04921 na wybarwieniach jak w 2 7

2 9 Oznaczenie trwałości na tarcie suche 1 mokre należy wykonać wg PN-63/P-04908 na wybarwieniach jak w 2 7

2 10 Oznaczanie trwałości na światło sztuczne należy wykonać wg PN-68/P-04943 na wybarwieniach jak w 2 7

2 11 Oznaczanie trwałości na sublimację

2 11 1 Zasada oznaczania Oznaczanie polega na poddaniu działaniu wysokiej temperatury wybarwień z włókna mieszanego poliester/włna w zetknięciu z tkaninami towarzyszącymi z włókien bawełnianych i poliestrowych, a następnie określeniu stopnia zabarwienia tych tkanin towarzyszących

2 11 2 Wykonanie wybarwień (metodą termicznego utrwalania)

2 11 2 1 Włókno do barwienia Do barwienia przeznaczają się próbki tkaniny poliester-bawełna w stosunku 67/33 o splocie płociennym

2 11 2 2 Urządzenia Napawarka laboratoryjna

2 11 2 3 Odczynniki i roztwory

- a) Mocznik cz
- b) Tiodwuetylenoglikol
- c) Chloran sodowy cz
- d) Winian amonowy cz
- e) Wanadian amonowy, roztwór 1-procentowy
- f) Środek zagęszczający tragantowy lub alginianowy przygotowane w sposób następujący

Środek zagęszczający tragantowy, roztwór 6-procentowy tragant zalać wodą o temperaturze pokojowej w stosunku wagowym 6/94 i odstawić na 24 godz. Po tym czasie ogrzać mieszaninę do wrzenia i utrzymywać w stanie wrzenia w ciągu 10—15 godz, często mieszając i uzupełniając wodą do początkowej objętości. Następnie mieszaninę pozostawić do ostygnięcia i przeceścić przez sito

Środek zagęszczający alginianowy, roztwór 3-procentowy, alginian sodowy typu Manutex RS wsypywać małymi porcjami, ciągle mieszając mieszadłem, do wody o temperaturze pokojowej zachowując końcowy stosunek wagowy 3/97

Mieszanie kontynuować aż do całkowitego स्पечnienia i równomiernego rozprowadzenia alginianu

2 11 2 4 Przygotowanie kąpeli napawającej Kąpiel napawającą przygotować przez rozpuszczenie niżej podanych składników z zachowaniem podanych proporcji

barwnik badany — w ilości dającej wybarwienie o intensywności $\frac{1}{3}$ kolekcji pomocniczej,

mocznik	— 100 g
tiodwuetylenoglikol	— 30 cm ³
chloran sodowy	— 10 g
roztwór wanadianu amonowego	— 100 cm ³
winian amonowy	— 2,5 g
środek zagęszczający tragantowy lub alginianowy	— 150 g
woda	do 1000 cm ³

2 11 2 5 Wykonanie wybarwienia Tkaninę wg 2 11 2 1 napawać w kąpeli wg 2 11 2 4 o temperaturze 20—25°C, po czym suszyć w temperaturze 30°C i poddać procesowi dogrzewania w temperaturze 200°C w ciągu 60 sek. Następnie tkaninę płukać, mydlić, ponownie płukać i suszyć jak w 2 1 4

2 11 3 Wykonanie oznaczania Oznaczanie trwałości na sublimację wykonać wg PN-64/P-04941 w temperaturze 210°C w ciągu 30 sek na wybarwieniu wykonanym barwnikiem badanym wg 2 11 2 stosując jako tkaniny towarzyszące tkaninę bawełnianą wg 2 11 1 i tkaninę z włókna poliestrowego 100-procentowego, np Elana o splocie płociennym

2 12 Oznaczanie trwałości na pot należy wykonać wg PN-56/P-04913 na wybarwieniach jak w 2 7

2 13 Oznaczanie trwałości na merceryzację należy wykonać wg PN-57/P-04926 na wybarwieniach jak w 2 7

KONIEC

5 **BN-71/6041-25 Barwniki helasowe Metody badań**
X 29

poprawka 1

W punkcie 2322 w 13 wierszu zamiast 2 cm³ roztworu kwasu siarkowego, powinno być 4 cm³ kwasu siarkowego

(Biuletyn PKNiM nr 3/73 poz 31)