wycof 1.01.93
9/92 poz 20
ob. 92/C-04703

6139

UKD 668.8.001.4

BARWNIKI I PIGMENTY	NORMA BRANŻOWA Barwniki zasadowe **Metody badań**	**BN-74 / 6044-13** Zamiast PN-63/C-04718 Grupa katalogowa X 29

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań barwników zasadowych.

1.2. Rodzaje badań

a) oznaczanie koncentracji,

b) oznaczanie odcienia,

c) oznaczanie wilgotności,

d) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie,

e) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w alkoholu metylowym.

1.3. Normy związane

PN-63/C-04702 Barwniki. Wspólne metody badań

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

BN-67/7327-04 Bibuła filtracyjna jakościowa

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie koncentracji

2.1.1. Wytyczne ogólne. W zależności od postanowień normy przedmiotowej oznaczanie koncentracji wykonać jedną z dwóch metod:

a) farbiarską,

b) kolorymetryczną.

2.1.2. Metoda farbiarska

2.1.2.1. Przygotowanie włókna do barwienia. Do barwienia przeznacza się 5 ±0,1 g włókna poliakrylonitrylowego 100-procentowego, np. Anilany, w postaci przędzy lub tkaniny o splocie płóciennym. Próbki bezpośrednio przed barwieniem zwilżyć wodą o temperaturze 80°C, nadmiar wody wycisnąć i pozostawić do ostygnięcia do temperatury pokojowej.

2.1.2.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas octowy cz., roztwór 30-procentowy i 3-procentowy.

b) Roztwory barwnika badanego i wzorcowego: 1 g badanego barwnika odważyć z dokładnością do 0,001 g i przenieść ilościowo do zlewki pojemności 400 cm^3, dodać 1 cm^3 30-procentowego kwasu octowego i wymieszać w celu otrzymania jednorodnej mieszaniny, dodać 250 cm^3 wody o temperaturze 80 ÷ 90°C i utrzymywać w tej temperaturze w ciągu 10 min. W przypadku Auraminy O stosować wodę o temperaturze 55÷60°C. Następnie zawartość zlewki pozostawić do ostygnięcia do temperatury 20 ±5°C, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3, uzupełnić wodą do kreski i starannie wymieszać.

W taki sam sposób przygotować roztwór barwnika wzorcowego.

Masę barwnika podano w stosunku do koncentracji barwnika - typu, w którym zawartość substancji barwiącej uważa się za 100%. W przypadku użycia barwników o koncentracji wyższej lub niższej masę barwnika należy odpowiednio przeliczyć na koncentrację - typu.

c) Anilanol K[1]).

2.1.2.3. Naczynia. Do barwienia używa się naczyń porcelanowych lub ze stali nierdzewnej. Pojemność naczynia powinna wynosić 500 cm^3, a średnica podstawy około 7 cm.

2.1.2.4. Przygotowanie kąpieli barwiących. W 4 jednakowych naczyniach wg 2.1.2.3 przygotować kąpiele barwiące. 2 kąpiele przygotować w następujący sposób: użyć 0,2% barwnika badanego lub wzorcowego w stosunku do masy próbki włókna, tj. 5,0 cm^3 roztworu barwnika przygotowanego wg 2.1.2.2 b) (jeśli normy przedmiotowe nie przewidują inaczej), oraz 2,5 cm^3 3-procentowego roztworu kwasu octowego wg 2.1.2.2 a) i wodą uzupełnić objętość kąpieli do 250 cm^3, po czym dodać 3% Anilanolu K w stosunku do masy włókna.

Do przygotowania 2 pozostałych kąpieli należy użyć 0,4% barwnika badanego lub wzorcowego w stosunku do masy próbki włókna, tj. 10,0 cm^3 roztworu barwnika badanego lub wzorcowego przygotowanego wg 2.1.2.2 b), oraz 2,5 cm^3 3-procentowego roztworu kwasu octowego wg 2.1.2.2 a) i wodą uzupełnić objętość kąpieli do 250 cm^3, po czym dodać 3% Anilanolu K w stosunku do masy włókna.

2.1.2.5. Wykonanie oznaczania. Naczynia z kąpielami barwiącymi wg 2.1.2.3 (rozcieńczenie kąpieli 1 : 50) umieścić na łaźni zawierającej roztwór gliceryny lub inny środek umożliwiający uzy-

[1]) Patrz Informacje dodatkowe p. 2.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 5 stycznia 1974 r.
jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 października 1974 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 8/1974 poz. 21)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1974. Wpływ do WN 30.1.74. Oddano do składu 28.3.74. Druk ukończono w lipcu 74. Cena zł 2,40
Obj.0,40a. w. Nakład 3300+50 egz. Zam. 1323/74

skanie temperatur wrzenia powyżej 130°C, po czym kąpiele podgrzać do temperatury 40°C i wprowadzić po jednej próbce włókna przygotowanego wg 2.1.2.1. Kąpiele podgrzać i w ciągu 15 ÷ 20 min doprowadzić do temperatury około 80°C, potem w ciągu następnych 15 min do 90°C i w ciągu dalszych 15 min do wrzenia. Barwić w tej temperaturze 2 godz, przeciągając przez cały czas próbki za pomocą pręcików szklanych lub stosując odpowiednie urządzenie mechaniczne. Przez cały czas barwienia kąpiel uzupełniać wrzącą wodą do początkowej objętości. Następnie naczynia wystawić, próbki wyjąć, wyżąć oraz płukać w ciepłej i zimnej wodzie, następnie suszyć w temperaturze około 60°C.

Ocenę koncentracji przeprowadzić przez porównanie wybarwień wykonanych przy użyciu barwnika badanego i wzorcowego. Porównanie przeprowadzić nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

W przypadku stwierdzenia niezgodnej intensywności barw porównywanych wybarwień należy powtórzyć wybarwienia ze zmniejszoną lub zwiększoną o 5,10, 15% itd. ilością barwnika wzorcowego. W przypadku badania żółcieni lub takich barwników, których koncentracji przez barwienie w podany sposób określić nie można, dopuszcza się dodawanie do obu kąpieli jednakowej ilości roztworu równociągnącego barwnika zasadowego barwy dopełniającej.

Koncentrację badanego barwnika (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \qquad (1)$$

w którym:

m_1 - masa barwnika badanego, g,

m - masa barwnika wzorcowego, g.

2.1.3. Metoda kolorymetryczna

2.1.3.1. Przyrządy. Fotokolorymetr typu Spekol lub inny podobny.

2.1.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas octowy cz., roztwór 3-procentowy.

b) Roztwory barwnika badanego i wzorcowego: 0,1 g barwnika badanego odważyć z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do zlewki pojemności 150 cm^3, dodać 100 cm^3 wody o temperaturze 60 ÷ 70°C i 1 cm^3 kwasu octowego. W przypadku Auraminy O stosować wodę o temperaturze 55 ÷ 60°C. Po całkowitym rozpuszczeniu barwnika roztwór ochłodzić do temperatury 20 ±2°C i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm^3, po czym dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór I).

W taki sam sposób przygotować roztwór barwnika wzorcowego.

2.1.3.3. Wykonanie oznaczania. Z przygotowanego wg 2.1.3.2 b) roztworu I odmierzyć po 1 cm^3 roztworu barwnika badanego do 3 kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 i dopełnić wodą do kreski (roztwór II). Po dokładnym wymieszaniu napełnić kuwetę i wstawić do kolorymetru wg 2.1.3.1 równolegle z drugą identyczną kuwetą napełnioną wodą. Pomiar ekstynkcji (E) przeprowadzić wg instrukcji obsługi kolorymetru fotoelektrycznego, dobierając kuwety i filtr tak, aby uzyskać najwyższą czułość.

Równolegle i w analogiczny sposób przygotować z barwnika wzorcowego roztwór II i przeprowadzić pomiar ekstynkcji.

a) Jeżeli koncentracja wzorca wyrażona jest w procentach, koncentrację badanego barwnika obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{E_1}{E} \cdot 100 \qquad (2)$$

w którym:

E_1 - średnia ekstynkcja barwnika badanego,

E - średnia ekstynkcja barwnika wzorcowego,

b) Jeżeli koncentracja wzorca wyrażona jest ułamkiem, koncentrację badanego barwnika obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{E}{E_1} \cdot K \qquad (3)$$

w którym:

E - średnia ekstynkcja barwnika wzorcowego,

E_1 - średnia ekstynkcja badanego barwnika,

K - koncentracja barwnika wzorcowego.

2.2. Oznaczanie odcienia

2.2.1. Wytyczne ogólne. W zależności od postanowień normy przedmiotowej oznaczanie odcienia wykonać jedną z dwóch metod:

a) na wybarwieniach,

b) na paskach bibuły.

2.2.2. Oznaczanie odcienia na wybarwieniach. Odcień oznaczyć na wybarwieniach wykonanych wg 2.1 barwnikiem badanym i wzorcowym o zgodnej intensywności barwy. Porównanie przeprowadzić nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

W przypadku stwierdzenia niezgodności odcieni należy podać charakterystykę słowną niezgodności, np. bardziej żółty, bardziej czysty, przytłumiony itp.

2.2.3. Oznaczanie odcienia na paskach bibuły. Przygotować roztwór barwnika wzorcowego wg 2.1.3.2 b) i odpowiadający pod względem koncentracji roztwór barwnika badanego, przenieść do zlewek pojemności 100 cm^3 i w każdym z nich zanurzyć jednocześnie po jednym pasku bibuły filtracyjnej wg BN-67/7327-04 o wymiarach 150 × 25 mm na 30 s. Następnie paski wyjąć i suszyć w ciemności w temperaturze pokojowej. Porównanie przeprowadzić w warunkach podanych w 2.2.2.

2.3. Oznaczanie wilgotności - wg PN-63/C-04702, p. 2.1.1 stosując temperaturę suszenia 60 ÷ 65°C.

2.4. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Odważyć 3 g barwnika z dokładnością do 0,01 g, przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 750 cm^3, rozpastować 3 cm^3 30-procento-

wego roztworu kwasu octowego. Dodać 500 cm^3 wody o temperaturze 80 ÷ 90°C, jeśli norma przedmiotowa nie przewiduje inaczej. W przypadku Auraminy O stosować wodę o temperaturze 55 ÷ 60°C. Następnie zawartość ogrzać do wrzenia i utrzymywać w tej temperaturze w ciągu 10 ÷ 15 min mieszając przez cały czas ogrzewania. Gorący roztwór niezwłocznie przesączyć ilościowo przez lejek Büchnera z dwoma zwilżonymi wodą sączkami ilościowymi miękkimi typu VEB 388, uprzednio wysuszonymi w temperaturze 60 ÷ 65°C do stałej masy i zważonymi z dokładnością do 0,0002 g. W celu uniknięcia przerwania sączków zaleca się stosowanie podkładki płóciennej. Dopuszcza się sączenie na lejku typu Schotta G4.

Osad przemyć gorącą wodą aż przesącz stanie się bezbarwny.

Sączki wraz z osadem umieścić w naczyniu wagowym, uprzednio wysuszonym w temperaturze 60 ÷ 65°C do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g oraz suszyć do stałej masy w temperaturze 60 ÷ 65°C, jeżeli normy przedmiotowe nie przewidują inaczej, po czym zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(G_2 - G_1)}{G} \cdot 100 \qquad (4)$$

w którym:

G_2 - masa odważki barwnika, g,

G_1 - masa sączków, g,

G - masa sączków wraz z osadem, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań nie różniących się między sobą więcej niż 10% wyniku mniejszego.

2.5. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w alkoholu metylowym - wg PN-63/C-04702, stosując temperaturę suszenia 60 ÷ 65°C. Dopuszcza się sączenie na lejku typu Schotta G4.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-74/6044-13

1. Istotne zmiany w stosunku do PN-63/C-04718. Wprowadzono oznaczanie koncentracji metodą kolorymetryczną oraz oznaczanie odcienia na paskach bibuły.

Dotychczas obowiązująca PN-63/C-04718 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1974 r.

2. Anilanol K wg Zn-72/MPCh/Og-7472.

5 **BN-74/6044-13 Barwniki zasadowe. Metody badań** **poprawka 1**
X 29

W punkcie 2.4 zdanie w siódmym wierszu powinno brzmieć: W przypadku Auraminy O stosować wodę o temperaturze 55—60°C, ciągle mieszając, należy zawartość utrzymać w tej samej temperaturze w ciągu 10 ±15 min., po czym roztwór przesączyć, osad przemyć wodą o temperaturze 55÷60°C.

(Biuletyn PKNiM nr 8/77 poz. 71)

---

3 **BN-74/6044-13 Barwniki zasadowe. Metody badań** **poprawka 2**
X 29

W punkcie 2.4, zamiast: $X_1 = \frac{G_2 - G_1}{G} \cdot 100$, powinno być: $X_1 = \frac{G - G_1}{G_2} \cdot 100$.

poprawka 1 — Biuletyn PKNiM nr 8/77 poz. 71 (Biuletyn PKNiM nr 1—2/79 poz. 14)