

BARWNIKI I PIGMENTY	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86
	Barwniki	6044-14
	Oznaczenie rozpuszczalności w wodzie	Zamiast BN-74/6044-14
		Grupa katalogowa 1029

BN-86/6044-14 p. 2.2 (eqv CT CЭB 4270-83)

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy są metody oznaczania rozpuszczalności barwników organicznych w wodzie.

**1.2. Rodzaje metod badań.** Rozróżnia się dwie metody oznaczania rozpuszczalności:

- wizualną,
- fotokolorymetryczną.

**1.3. Zakres stosowania metod.** Obydwie metody stosuje się do barwników rozpuszczalnych w wodzie, nie ulegających rozkładowi w warunkach oznaczania.

Metodę wizualną stosuje się przy kontroli rozpuszczalności barwników oraz przy oznaczaniu rozpuszczalności barwników, gdy nie jest wymagana duża dokładność badania.

Metodę fotokolorymetryczną stosuje się w przypadku prac badawczych, wymagających bardzo dużej dokładności oznaczania.

## 2. METODY BADAŃ

**2.1. Wytyczne ogólne.** Badania wykonuje się dla barwników o każdej koncentracji. Wyniku oznaczania nie należy przeliczać z jednej koncentracji barwnika na drugą. Oznaczanie rozpuszczalności można również wykonać w wodzie z dodatkiem kwasu octowego lub środków pomocniczych w ilości wskazanej w odpowiedniej normie przedmiotowej lub czynnościowej, w temperaturze wrzenia lub niższej, również wskazanej w normie przedmiotowej.

W zależności od potrzeb wykonuje się:

— ustalanie rozpuszczalności barwnika, polegające na znalezieniu maksymalnej ilości barwnika całkowicie rozpuszczającej się w 1 l wody,

— kontrolę rozpuszczalności barwnika, polegającą na sprawdzeniu czy barwnik rozpuszcza się całkowicie w ilości wyznaczonej w normie przedmiotowej.

### 2.2. Oznaczanie rozpuszczalności metodą wizualną

**2.2.1. Zasada oznaczania.** Metoda polega na rozpuszczeniu odpowiedniej ilości barwnika w wodzie w okreś-

lonej temperaturze, przesączeniu roztworu i wzrokowej ocenie pozostałości na sączku. Wyniki oznaczania podaje się w g/l.

**2.2.2. Materiały.** Bibuła do sączenia typu Schleicher i Schüll nr 1450.

### 2.2.3. Wykonanie oznaczania

**2.2.3.1. Ustalanie rozpuszczalności.** W celu ustalenia rozpuszczalności barwnika, przy braku wskazań co do jego rozpuszczalności, oznaczanie rozpocząć stosując odważkę 7,50 g. Odważkę zważoną z dokładnością do 0,01 g umieścić w zlewce pojemności 400 ml, zapastować niewielką ilością wody odlanej z uprzednio odmierzonej 250 ± 2 ml, następnie resztą wody zalać zapastowany barwnik i mieszając ogrzać do wrzenia lub do temperatury niższej, wskazanej w odpowiedniej normie.

Roztwór utrzymywać w tej temperaturze w ciągu 3 min, często mieszając, po czym przesączyć na lejku Büchnera o średnicy 90 mm przez podwójny sączek z bibuły do sączenia typu Schleicher i Schüll nr 1450, przy ciśnieniu około 68 ± 1,5 kPa.

Bezpośrednio przed sączeniem barwnika, przemyć lejek z sączkami około 250 ml wody o temperaturze zgodnej z temperaturą rozpuszczania barwnika, w celu ogrzania lejka i sączków.

Następnie sprawdzić wzrokowo obecność lub nieobecność pozostałości na sączku. W przypadku stwierdzenia nawet śladowej pozostałości barwnika lub smółki uznać, że barwnik nie rozpuścił się całkowicie.

Jeżeli barwnik rozpuścił się całkowicie, powtórzyć oznaczanie z większą ilością barwnika, jeżeli nie rozpuścił się, z mniejszą ilością barwnika wg tablicy. Oznaczanie prowadzić tak długo, aż znajdzie się dwie sąsiadujące z sobą w tablicy ilości barwnika, z których mniejsza rozpuszcza się całkowicie, a większa nie rozpuszcza się całkowicie<sup>1)</sup>.

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA  
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 grudnia 1986 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1987 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1987, poz. 16)

W przypadku gdy są trudności w wizualnej ocenie pozostałości na sączku, oznaczanie rozpuszczalności tego barwnika należy przeprowadzić metodą fotokolorymetryczną.

Jeżeli zaistnieje potrzeba, można w przypadku barwników rozpuszczających się powyżej 100 g/l prowadzić dalej oznaczanie, wykonując badania dla rozpuszczalności wzrastających co 10 g/l. Do rozpuszczania bierze się ilości barwnika równe  $\frac{1}{4}$  badanej rozpuszczalności.

Badana rozpuszczalność barwnika, g/l	Ilość barwnika <sup>1)</sup> , którą należy użyć do rozpuszczania w 250 ml wody, g
1	2
2,5	0,625
5,0	1,250
10	2,50
20	5,00
30	7,50
40	10,00
50	12,50
60	15,00
70	17,50
80	20,00
90	22,50
100	25,00

<sup>1)</sup> Niezależnie od koncentracji barwnika.

**2.2.3.2. Kontrola rozpuszczalności.** Przy kontroli rozpuszczalności, należy odważyć badany barwnik z dokładnością do 0,01 g w ilości odpowiadającej rozpuszczalności podanej w normie przedmiotowej. Rozpuszczanie, sączenie i ocenianie pozostałości na sączku przeprowadzić tak samo, jak przy ustalaniu rozpuszczalności.

W przypadku konieczności sprawdzenia rozpuszczalności nie przewidzianej w tablicy, sporządzić odważkę badanego barwnika w ilości równej  $\frac{1}{4}$  tej rozpuszczalności, a rozpuszczanie, sączenie i ocenę przeprowadzić bez zmian.

**2.2.4. Wynik.** W celu ustalenia rozpuszczalności barwnika, należy wykonać co najmniej cztery oznaczenia, w tym dwa dla ilości barwnika, przy której nie stwierdza się obecności barwnika na sączku, oraz dwa — dla ilości większej, przy której stwierdza się obecność barwnika na sączku. Oznaczanie uznać za dobre, jeżeli odpowiadające sobie parami wyniki są zgodne. Za wynik oznaczania przyjąć rozpuszczalność w g/l — wg tablicy, odpowiadającą mniejszej ilości barwnika (która całkowicie rozpuściła się w wodzie).

Dla kontroli rozpuszczalności barwnika, należy wykonać co najmniej dwa oznaczenia, stosując ilości barwnika wskazane w normie przedmiotowej. Wynik uznać za zgodny z wymaganiami normy, jeśli w obu oznaczeniach stwierdzi się nieobecność barwnika na sączku.

**2.3. Oznaczanie rozpuszczalności metodą fotokolorymetryczną**

**2.3.1. Zasada oznaczania.** Sporządza się serię roztworów B o wzrastających stężeniach barwnika badanego,

obejmujących przypuszczalną rozpuszczalność barwnika (wg katalogu lub określoną wstępnie wg 2.2). Sączy się roztwory, rozpuszcza się pozostałość na sączkach i oznacza kolorymetrycznie absorbancję otrzymanych roztworów W. Następnie sporządza się wykres dla stężeń roztworów B i absorbancji odpowiadających im roztworów W. Z wykresu odczytuje się stężenie, przy którym nastąpiło nasylenie roztworu w warunkach otoczenia.

### 2.3.2. Aparatura i materiały

a) Spekol z przystawką EK-1 firmy Carl-Zeiss-Jena (NRD) lub inny o nie mniejszej czułości.

b) Bibuła do sączenia typu Schleicher i Schüll nr 1450.

### 2.3.3. Przygotowanie roztworów do badań

**2.3.3.1. Przygotowanie roztworów B.** Przygotować serię (co najmniej 5) roztworów barwnika w taki sposób, aby roztwór środkowy tej serii, np. trzeci, zawierał taką samą odważkę barwnika, która w wyniku wstępnego rozeznania byłaby najbliższa jego całkowitej rozpuszczalności. Różnice między odważkami barwnika dla danej serii roztworów należy dobrać w sposób następujący:

a) dla rozpuszczalności 10 g/l i 20 g/l różnica między odważkami powinna wynosić 0,75 g/250 ml,

b) dla rozpuszczalności od 30 g/l do 50 g/l różnica między odważkami powinna wynosić 1,25 g/250 ml,

c) dla rozpuszczalności powyżej 50 g/l różnica między odważkami danej serii powinna wynosić 2,5 g/250 ml.

Odważki barwnika zapastować niewielką ilością wody destylowanej, odlanej z uprzednio odmierzonych 250  $\pm$  2 ml wody, a następnie zapastowany barwnik zalać resztą wody.

Zlewki z roztworami barwnika ogrzewać pod przykryciem do temperatury wrzenia (lub niższej wskazanej w normie przedmiotowej) w ciągu 3 min. Podczas ogrzewania często mieszać.

**2.3.3.2. Przygotowanie roztworów W.** Po 3 min ogrzewania roztwór B natychmiast filtrować na lejku Büchnera o średnicy 90 mm przez dwa nałożone na siebie sączki (2.3.2b) przy użyciu pompki próżniowej (ciśnienie 68  $\pm$  1,5 Pa).

Bezpośrednio przed sączeniem roztworu B, przemyć lejek z sączkami około 250 ml wody o temperaturze zgodnej z temperaturą rozpuszczania barwnika, w celu ogrzania lejka i sączków. Natychmiast po przepłynięciu wody, szybkim ruchem wlać do lejka całą objętość roztworu barwnika. Po przefiltrowaniu pozostawić włączoną próżnię jeszcze przez 3 min. Następnie wierzchni sączek należy przenieść do zlewki i wyługować pozostałość z sączka. W tym celu sączek zalać około 50 ml wody o temperaturze 80°C i po ogrzaniu do temperatury rozpuszczania utrzymywać w niej roztwór przez 5 min, często mieszając. Następnie roztwór znad sączka zlać do zlewki pojemności 400 ml, a sączek ponownie zalać około 50 ml wody ogrzanej do temperatury 80°C. Czynności te powtarzać tak długo, aż roztwór nad sączkiem będzie bezbarwny. Wówczas sączek wycisnąć i ostatni roztwór połączyć z zebranymi poprzednio,

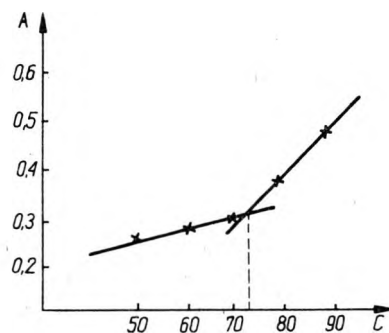
oziebić do temperatury pokojowej i przesączyć przez sączek ilościowy miękki typu VEB bezpośrednio do kolby pomiarowej pojemności 500 ml. Po przesączeniu całej objętości, sączek przepłukać wodą destylowaną, roztwór w kolbie uzupełnić wodą i dokładnie wymieszać.

**2.3.4. Wykonanie oznaczania.** Otrzymałą serię klarownych roztworów W, jeśli zajdzie potrzeba, rozcieńczyć w stosunku 1:10 lub 1:100, wybierając rozcieńczenie jednakowe dla całej serii. Rozcieńczenie należy dobrać takie, aby absorbancja roztworu o najwyższym stężeniu mieściła się w obszarze  $0,45 \div 0,80 A$ . Pomiar wykonywać przy długości fali, przy której roztwór W o najwyższym stężeniu wykazuje maksimum absorpcji.

**2.3.5. Odczytywanie wyniku.** Na podstawie pomiarów sporządzić wykres (rysunek) odkładając na osi rzędnych zmierzone dla roztworów W wartości absorbancji, zaś na osi odciętych — stężenia roztworów B.

Uwzględnia się wartości absorbancji uzyskane z pomiaru roztworów w kuwetach o tej samej grubości. Otrzymany wykres składa się z dwóch prostych, które należy przedłużyć do ich przecięcia się. Z uzyskanego punktu poprowadzić prostą prostopadłą do osi X i odczytać wynik w g/l.

**2.3.6. Dopuszczalna różnica między wynikami.** Pod uwagę bierze się wyniki nie różniące się między sobą więcej niż o 1%.



BN-86/6044-14

A — absorbancja,  $A = f(C)$ , C — stężenie, g/l

**2.3.7. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników wybranych zgodnie z 2.3.6.

**2.4. Protokół badań.** Protokół z przeprowadzonego oznaczania powinien zawierać:

- stosowaną metodę,
- wynik oznaczania,
- długość fali, przy jakiej wykonano pomiar w przypadku metody fotokolorymetrycznej,
- substancje dodatkowe stosowane przy rozpuszczaniu badanego barwnika w wodzie (środek pomocniczy, kwas i in.).

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-74/6044-14**

- wyeliminowano podawanie rozpuszczalności w stopniach,
- uwzględniono oznaczanie rozpuszczalności poniżej 10 g/l.

**3. Przykład ustalania rozpuszczalności (2.2.3.1).** Po rozpuszczeniu 7,50 g barwnika w 250 ml wody stwierdzono:

- nieobecność barwnika na sączku; w tym przypadku należy wykonać dalsze oznaczanie z ilością 10,00 g barwnika; w razie stwierdzenia obecności barwnika na sączku należy uznać, że roz-

puszczalność jego wynosi 30 g/l; w przypadku stwierdzenia nieobecności barwnika na sączku wykonać oznaczanie z większą ilością barwnika;

albo

- obecność barwnika na sączku; w tym przypadku należy wykonać następné oznaczanie z ilością 5,00 g; w razie stwierdzenia nieobecności barwnika na sączku należy uznać, że rozpuszczalność jego wynosi 20 g/l; w przypadku stwierdzenia obecności barwnika na sączku, wykonać oznaczanie z mniejszą ilością barwnika.

**4. Określanie rozpuszczalności.** Dotychczasowe określanie rozpuszczalności w stopniach odpowiadające obecnie stosowanemu określaniu rozpuszczalności w g/l podano w tablicy.

Stopień	Ilość barwnika <sup>1)</sup> całkowicie rozpuszczalna w 1 l wody, g	Ilość barwnika <sup>1)</sup> , którą brano do rozpuszczenia w 250 ± 2 ml wody, g
	2	3
1	mniej niż 11	2,75
2	co najmniej 11	2,75
3	co najmniej 21	5,25
4	co najmniej 31	7,75
5	co najmniej 41	10,25
6	co najmniej 51	12,75
7	co najmniej 61	15,25
8	co najmniej 71	17,75
9	co najmniej 81	20,25
10	co najmniej 91	22,75

cd. tablicy

Stopień	Ilość barwnika <sup>1)</sup> całkowicie rozpuszczalna w 1 l wody, g	Ilość barwnika <sup>1)</sup> , którą brano do rozpuszczenia w 250 ±2 ml wody, g
1	2	3
11	co najmniej 101	25,25
12	co najmniej 111	27,75
13	co najmniej 121	30,25
14	co najmniej 131	32,75
15	co najmniej 141	35,25
16	co najmniej 151	37,75

<sup>1)</sup> Niezależnie od koncentracji barwnika.

##### 5. Normy międzynarodowe

RWPG СТ СЭВ 4270-83 Красители водорастворимые. Визуальный метод определения растворимости

6. Zgodność normy z normą RWPG СТ СЭВ 4270-83. Norma BN zawiera dwie metody oznaczania rozpuszczalności: wizualną i fotokolorymetryczną. Norma RWPG zawiera tylko metodę wizualną. Metoda wizualna w BN różni się w stosunku do RWPG:

- a) temperaturą wody dawanej do rozpuszczenia barwnika,
- b) czasem ogrzewania roztworu barwnika przy rozpuszczaniu,
- c) ilościami barwnika, dla których oznacza się rozpuszczalność.

7. Autorzy projektu normy — mgr Hanna Bernard, inż. Grażyna Więckowska-Dróżdż — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA, Zgierz.

**3 BN-86/6044-14 Barwniki. Oznaczanie rozpuszczalności w wodzie**  
1029

**poprawka 1**

W punkcie 2.3.3.1, w wierszu czwartym zamiast: taką samą odważkę barwnika,  
powinno być: taką odważkę barwnika.

(Biuletyn PKNMiJ nr 2/88 poz. 25)