UKD 677.04

ŚRODKI POMOCNICZE	NORMA BRANŻOWA Środki pomocnicze dla włókiennictwa Oznaczanie zdolności antyflokulacyjnej w stosunku do barwników azowych opartych na naftoelanie A	BN-75 6060-10 Grupa katalogowa X 99

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zdolności antyflokulacyjnej środków pomocniczych w stosunku do barwników azowych opartych na naftoelanie A.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę oznaczania należy stosować do oceny zdolności antyflokulacyjnej środków pomocniczych, stosowanych podczas barwienia barwnikami azowymi pochodnymi naftoelanu A. Metodę niniejszą można również stosować do oceny środków pomocniczych w stosunku do barwników opartych na innych typach naftoelanów, przy czym wartości liczbowe należy każdorazowo przeliczać na używany typ naftoelanów.

1.3. Określenia. Zdolność antyflokulacyjna środka pomocniczego w stosunku do barwników azowych opartych na naftoelanach jest to zdolność zapobiegania wytrącaniu się barwników azowych w postaci niedostatecznie zdyspergowanej podczas ich powstawania w słabo kwaśnym roztworze.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada metody. Zasada metody oceny zdolności antyflokulacyjnej środków pomocniczych polega na wzrokowej ocenie rozcieków (plam) uzyskanych na bibule chromatograficznej po naniesieniu zawiesiny zawierającej barwnik azowy, pochodny naftoelanu A i środek pomocniczy.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
dnia 27 czerwca 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą
od dnia 1 czerwca 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 25/1975 poz. 92 i Dz. Norm. i Miar nr 5/1976 poz. 14)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1976. Wpływ do WN 30.10.75. Oddano do składu 29.12.75. Cena zł 1,80
Druk ukończono w lutym 76. Obj. 0,50 ark. wyd. Nakład 1600+54 egz. Zam. 5/76

Za miarę zdolności antyflokulacyjnej środka pomocniczego przyjmuje się najmniejszą ilość tego środka, wyrażoną w procentach, w stosunku do ilości barwnika, która powoduje uzyskanie dobrej dyspersji tego barwnika.

2.2. Przyrządy i materiały

a) Bibuła chromatograficzna Whatman 3 o wymiarach 5 × 5 cm.
b) Mikropipety pojemności 0,1 cm^3.
c) Probówki szklane pojemności 30 cm^3.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol metylowy cz.
b) Azotyn sodowy cz.d.a., roztwór 40-procentowy świeżo przygotowany.
c) Formaldehyd cz., roztwór 30-procentowy.
d) Kwas solny cz.d. = 1,163.
e) Naftoelan A.
f) Octan sodowy cz.d.a., roztwór 40-procentowy.
g) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 441 g/dm^3, d = 1,357.
h) Zasada czerwieni naftoelanowej KB.

2.4. Przygotowanie roztworu soli dwuazoniowej zasady czerwieni naftoelanowej KB. W zlewce poj. 250 cm^3 umieścić 3,5 g zasady czerwieni naftoelanowej KB, zapastować z 2,5 cm^3 alkoholu metylowego, dodać 35 cm^3 wrzącej wody, zakwasić 3,5 cm^3 kwasu solnego, następnie dodać 40 cm^3 wody z lodem i ochłodzić naczynie do temperatury 10÷12°C.

Ciągle mieszając dodawać kroplami 3,5 cm^3 roztworu azotynu sodowego. Otrzymany roztwór odstawić na 30 min w temperaturze 10 ÷ 12°C, od czasu do czasu mieszać.

Następnie dodać 7,0 cm^3 roztworu octanu sodowego i ilościowo przenieść zawartość zlewki do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3, uzupełnić wodą do kreski i przesączyć. Otrzymany roztwór zawiera 7 g/dm^3 zasady czerwieni naftoelanowej KB i jest trwały około 5 godz w temperaturze 0 ÷ 10°C.

2.5. Przygotowanie roztworu naftoelanu A. W zlewce pojemności 250 cm^3 umieścić 4,8 g naftoelanu A, zapastować z 10 cm^3 alkoholu metylowego, dodać 7,5 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego, rozcieńczyć 10 cm^3 wody o temperaturze 40°C, krótko zamieszać i odstawić na 10 min. Następnie przenieść ilościowo zawartość zlewki do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm^3 i dodać 10 cm^3 roztworu formaldehydu. Po upływie 3 min kolbę pomiarową dopełnić do kreski roztworem wodorotlenku sodowego o stężeniu 4 g/dm^3 i otrzymany roztwór przesączyć. Roztwór zawiera 4,8 g/dm^3 naftoelanu A i w temperaturze 0÷10°C jest trwały około 60 godz.

2.6. Przygotowanie próbki do badań. W kolbach pomiarowych przygotować roztwory badanego środka pomocniczego o stężeniach:

roztwór T_1 - 10 g/dm^3,
roztwór T_2 - 5 g/dm^3,
roztwór T_3 - 2,5 g/dm^3,
roztwór T_4 - 1 g/dm^3.

2.7. Badania wstępne. W celu wybrania odpowiedniego stężenia roztworu środka pomocniczego do badań, należy wykonać badania wstępne. Przygotowuje się cztery roztwory o stężeniu barwnika 1,5 g/dm^3 i zawartość środka pomocniczego 40%, 80%, 200% i 400%. pH otrzymanych roztworów powinno być w granicach 5,0 ÷ 6,5 wg papierka wskaźnikowego.

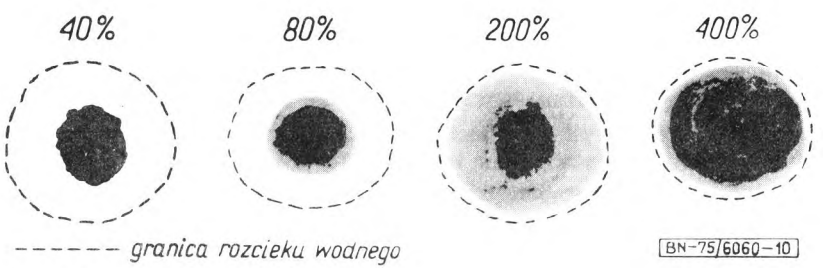
Roztwory należy przygotować w sposób następujący: do 4 probówek zawierających po 5 cm^3 roztworu naftoelanu A, przygotowanego wg 2.5, dodawać kolejno 1,5 cm^3, 3,0 cm^3, 7,5 cm^3 i 15 cm^3 roztworu T_1, przygotowanego wg 2.6, oraz 13,5 cm^3, 12,0 cm^3, 7,5 cm^3, 0 cm^3 wody. Wszystkie probówki należy oziębić w kąpieli wody z lodem i szybko wymieszać ich zawartość przez jednorazowe odwrócenie.

Następnie dodać do każdej probówki po 5 cm^3 roztworu soli dwuazoniowej zasady czerwieni naftoelanowej KB przygotowanego wg 2.4 i ponownie wymieszać. Po upływie 1 godz od przygotowania barwnika należy wykonać rozcieki.

W tym celu zawartość każdej probówki należy wymieszać, pobrać mikropipetą zawiesinę barwnika i powoli nanosić 0,03 cm^3 na kwadrat bibuły chromatograficznej położony na zlewce w taki sposób, aby przykrywał otwór zlewki. Mikropipetę należy trzymać prostopadle nad bibułą.

Z napełnionej mikropipety można nanosić tylko jedną kroplę. W celu naniesienia drugiej kropli mikropipetę należy napełnić ponownie.

Ocenę plam na bibule wykonać bezpośrednio po nakropleniu wg rysunku i tabl. 1.



Tablica 1

Nr	Określenie dyspersji barwnika	Wygląd plamy na bibule
1	Zła	cały barwnik skupiony w środku rozcieku, brak rozcieku barwnego, szeroki bezbarwny rozciek wodny
2	Niedostateczna	środek rozcieku szerszy ze słabym rozciekiem barwnym, szeroki bezbarwny rozciek wodny
3	Dobra	intensywność zabarwienia środka bliska zabarwieniu rozcieku barwnego, wąski bezbarwny rozciek wodny
4	Bardzo dobra	bardzo duża barwna plama bez bezbarwnego rozcieku wodnego

Na podstawie otrzymanych rozcieków określa się wg tabl. 2 z którym roztworem T_1, T_2, T_3 lub T_4 należy wykonać badania podstawowe.

Tablica 2

Lp.	Wynik badania wstępnego	Badania podstawowe
1	Wszystkie nakroplenia złe	środek nieprzydatny, nie wykonuje się badań podstawowych
2	Nakroplenie 400% dobre	badać należy roztwór T_1
3	Nakroplenia 200% i 400% dobre	badać należy roztwór T_2
4	Nakroplenia 80%, 200% i 400% dobre	badać należy roztwór T_3
5	Wszystkie nakroplenia dobre	badać należy roztwór T_4

2.8. Wykonanie oznaczania. Po wybraniu odpowiedniego roztworu do badań wg 2.7 należy przygotować 10 roztworów w sposób następujący: do 10 probówek dodawać kolejno po 5 cm^3 roztworu naftoelanu A przygotowanego wg 2.5, następnie 15,0; 13,5; 12,0 .....4,5; 3,0; 1,5 cm^3 roztworu badanego środka pomocniczego oraz 0,0; 1,5; 3,0;.....10,5; 12,0; 13,5 cm^3 wody. Wszystkie probówki oziębić w kąpieli wodnej z lodem i wymieszać ich zawartość przez jednorazowe odwrócenie.

Następnie dodać do każdej probówki po 5 cm^3 roztworu soli dwuazoniowej zasady czerwieni naftoelanowej KB przygotowanego wg 2.4 i ponownie wymieszać. pH otrzymanych zawiesin powinno być w granicach 5,0 ÷ 6,5 wg papierka wskaźnikowego. Po upływie 15 min oraz po upływie 1 godz od przygotowania barwników zawartość probówek należy ponownie wymieszać i nakroplić mikropipetą roztwory na kwadraciki bibuły chromatograficznej w sposób opisany w 2.7.

Oceniając bezpośrednio po nakropleniu wygląd plam, należy określić ilość środka pomocniczego, powodującą dobrą dyspersję barwnika.

2.9. Ocena zdolności antyflokulacyjnej. Z otrzymanych rozcieków wykonanych po 15 min i po 1 godz od momentu przygotowania barwnika należy wybrać rozcieki zawiesiny barwnika, które przy najmniejszej ilości badanego środka dają obraz dobrej dyspersji (rysunek, rozciek 3 i 4). Ilość środka pomocniczego potrzebną do osiągnięcia pierwszego dobrego rozcieku podać w procentach w stosunku do ilości barwnika. Zdolność antyflokulacyjną (X) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m_1 - ilość środka pomocniczego, g, w 25 cm^3 roztworu

m_2 - ilość barwnika, g, w 25 cm^3 roztworu.

W celu ułatwienia wyliczeń ilości środka pomocniczego w stosunku do ilości barwnika w 25 cm^3 roztworu należy posługiwać się tabl. 3.

Tablica 3

Roztwór T_1 - 10 g/dm^3	1,5 cm^3 roztworu odpowiada 40% 3,0 cm^3 roztworu odpowiada 80% 13,5 cm^3 roztworu odpowiada 360% 15,0 cm^3 roztworu odpowiada 400%
Roztwór T_2 - 5 g/dm^3	1,5 cm^3 roztworu odpowiada 20% 3,0 cm^3 roztworu odpowiada 40% 13,5 cm^3 roztworu odpowiada 180% 15,0 cm^3 roztworu odpowiada 200%
Roztwór T_3 - 2,5 g/dm^3	1,5 cm^3 roztworu odpowiada 10% 3,0 cm^3 roztworu odpowiada 20% 13,5 cm^3 roztworu odpowiada 90% 15,0 cm^3 roztworu odpowiada 100%
Roztwór T_4 - 1 g/dm^3	1,5 cm^3 roztworu odpowiada 4% 3,0 cm^3 roztworu odpowiada 8% 13,5 cm^3 roztworu odpowiada 36% 15,0 cm^3 roztworu odpowiada 40%

2.10. Protokół badań. Protokół badań powinien zawierać następujące dane:

a) datę i miejsce wykonania oznaczania,

b) nazwę i rodzaj badanego środka pomocniczego,

c) objętość roztworu badanego środka pomocniczego z dokładnością 0,5 cm^3 konieczną do uzyskania dobrej dyspersji barwnika,

d) wynik końcowy oznaczania po 15 min i po 1 godz,

e) imię i nazwisko przeprowadzającego badania.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników, Zgierz.

2. Normy zagraniczne i zalecenia międzynarodowe

NRD TGL 8934 Prüfung von Textilhifsmitteln. Bestimmung des Flockungsschutzvermögens oberflächenaktiver Substanzen für Naphtol-AS-Kombinationen.

RWPG PC 2709-70: Текстильно-вспомагательные вещества. Методы испытаний. Определение стабилизирующего действия поверхностноактивных веществ комбинации НАФТОЛ-АС.

3. Autorzy projektu normy - dr Aleksander Braun, mgr inż. M. Stradowska - Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników, Zgierz.