UKD 677.04.001.4

ŚRODKI POMOCNICZE	NORMA BRANŻOWA Środki pomocnicze dla włókiennictwa **Oznaczanie zdolności antyflokulacyjnej w stosunku do leukokwasów barwników kadziowych**	BN-76 / 6060-17 W2 Grupa katalogowa X 99

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zdolności antyflokulacyjnej środków pomocniczych w stosunku do leukokwasów barwników kadziowych.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę tę należy stosować do oceny zdolności antyflokulacyjnej środków pomocniczych stosowanych w procesach barwienia metodą leukokwasów.

1.3. Określenia. Zdolność antyflokulacyjna środków pomocniczych w stosunku do leukokwasów barwników kadziowych jest to najmniejsza ilość środka pomocniczego wyrażona w procentach, potrzebna do osiągnięcia dostatecznego rozcieku.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada metody. Oznaczanie polega na wzrokowej ocenie rozcieków (plam) uzyskanych na bibule chromatograficznej po naniesieniu zawiesiny zawierającej barwnik kadziowy w formie leukokwasu i środek pomocniczy.

Za miarę zdolności antyflokulacyjnej środka pomocniczego przyjmuje się najmniejszą ilość tego środka wyrażoną w procentach w stosunku do barwnika, która powoduje dostateczną dyspersję tego barwnika.

2.2. Przyrządy i materiały

a) Bibuła chromatograficzna Whatman 3 o wymiarach 5×5 cm.

b) Mikropipety pojemności 0,1 cm³.

c) Probówki szklane pojemności 30 cm³.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas mrówkowy cz., rozcieńczony, przygotowany w następujący sposób: 5 cm³ 85-procentowego kwasu mrówkowego wlać do naczynia z 95 cm³ wody.

b) Podsiarczyn sodu cz.

c) Spirytus skażony (denaturat).

d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 440 g/dm³.

e) Zieleń helantrenowa B proszek H produkcji ZPB BORUTA — Zgierz.

2.4. Przygotowanie roztworu barwnika. 1,25 g Zieleni helantrenowej B proszek H zapastować, dodając 2 cm³ spirytusu skażonego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, dodać 75 cm³ wody o temperaturze 60°C. Następnie, ciągle mieszając, dodać 7,5 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i 3,0 g podsiarczynu sodowego. Po upływie 15÷20 min uzupełnić wodą do kreski. Roztwór zawiera 5 g barwnika w 1 dm³ i powinien mieć zabarwienie granatowe.

Roztwór jest trwały około 5 godz.

2.5. Przygotowanie próbek środka pomocniczego do badań. W kolbach pomiarowych przygotować roztwory wodne środka pomocniczego o stężeniach:

roztwór T_1 — 10,0 g/dm³,
roztwór T_2 — 5,0 g/dm³,
roztwór T_3 — 2,5 g/dm³,
roztwór T_4 — 1,0 g/dm³.

2.6. Badania wstępne. W celu wybrania odpowiedniego stężenia roztworu środka pomocniczego do badań, należy wykonać badania wstępne.

Do 5 probówek wprowadzić kolejno 0; 1; 2; 5 i 10 cm³ roztworu T_1 przygotowanego wg 2.5. Następnie dodać odpowiednio 11; 10; 9; 6 i 1 cm³ wody. Do każdej probówki dodać ponadto po 5 cm³ roztworu barwnika przygotowanego wg 2.4 i po 4 cm³ roztworu kwasu mrówkowego przygotowa-

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 15 lipca 1976 r.
jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 lipca 1977 r. (Dz. Norm. i Miar nr 25/1976 poz. 106)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1977. Wpływ do WN 7.12.76. Oddano do składu 31.1.77. Cena zł 2,40
Druk ukończono w marcu 77. Obj. 0,50 a. w. Nakład 1800+42 egz. ZGT-3 - 516

nego wg 2.3 a). Wartość pH zawiesiny powinna wynosić 3,0÷3,5.

Każda probówka zawiera 20 cm³ zawiesiny o zabarwieniu winnoczerwonym. Probówki zawierają odpowiednio 0; 40; 80; 200 i 400% środka pomocniczego w stosunku do ilości barwnika. Po upływie 15 min od przygotowania zawiesin zawartości probówek wymieszać. Z każdej probówki pobrać mikropipetą 0,03 cm³ zawiesiny i nanosić na kwadraty bibuły chromatograficznej umieszczone na zlewkach pojemności 100 cm³ w taki sposób, aby przykrywały otwór. Mikropipetę trzymać prostopadle nad bibułą. Z napełnionej mikropipety można nanosić tylko jedną kroplę. W celu naniesienia drugiej kropli mikropipetę należy napełnić ponownie.

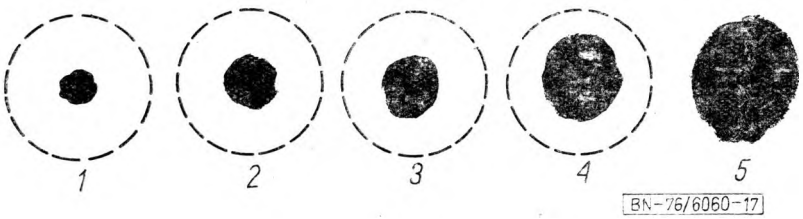
Ocenę rozcieków na bibule wykonać przez porównanie z rysunkiem i wg tabl. 1, bezpośrednio po nakropleniu.

Na podstawie otrzymanych rozcieków badania wstępnego określić wg tabl. 2, z którym roztworem środka pomocniczego T_1, T_2, T_3 czy T_4 należy wykonać badania zasadnicze.

2.7. Wykonanie oznaczania. Po wybraniu wg 2.6 odpowiedniego stężenia roztworu środka pomocniczego do badań, należy do 10 probówek wprowadzić kolejno: 1; 2; 3... 9 i 10 cm³ tego roztworu, następnie dodać 10; 9; 8... 2 i 1 cm³ wody. Do każdej probówki dodać ponadto po 5 cm³ roztworu barwnika przygotowanego wg 2.4 i po 4 cm³ roztworu kwasu mrówkowego przygotowanego wg 2.3a).

Każda probówka zawiera 20 cm³ zawiesiny o zabarwieniu winnoczerwonym.

Po upływie 15 min oraz po upływie 1 godz od przygotowania zawiesiny zawartość probówki należy wymieszać.



Tablica 1

Nr rozcieku na rysunku	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	Dostateczna	intensywność zabarwienia środka bliska zabarwieniu rozcieku barwnego, wąski bezbarwny rozciek wodny
4	Dobra	bardzo duża barwna plama, wąski bezbarwny rozciek wodny
5	Bardzo dobra	bardzo duża barwna plama bez bezbarwnego rozcieku wodnego

Tablica 2

Lp.	Wynik badań wstępnych	Wytyczne prowadzenia badań podstawowych
1	We wszystkich przypadkach barwnik dysperguje źle	nie należy wykonywać badań; środek pomocniczy nieprzydatny
2	Przy wprowadzeniu 400% środka pomocniczego barwnika dysperguje zadowalająco lub dobrze	prowadzić przy stosowaniu roztworu T_1
3	Przy wprowadzeniu 200% i 400% środka pomocniczego barwnik dysperguje zadawalająco	prowadzić przy stosowaniu roztworu T_2
4	Przy wprowadzeniu 80; 200 i 400% środka pomocniczego barwnik dysperguje zadawalająco	prowadzić przy stosowaniu roztworu T_3
5	We wszystkich przypadkach barwnik dysperguje zadawalająco	prowadzić przy stosowaniu roztworu T_4

Z każdej probówki pobrać mikropipetą 0,03 cm³ zawiesiny i nanosić na bibułę w sposób opisany w 2.6.

2.8. **Ocena zdolności antyflokulacyjnej.** Z otrzymanych rozcieków wykonanych po 15 min i po 1 godz należy wybrać te, które przy najmniejszej ilości badanego środka pomocniczego dają obraz dostatecznej dyspersji (rys. 1 rozciek 3, 4 i 5).

Najmniejszą ilość środka pomocniczego potrzebną do osiągnięcia dostatecznego rozcieku, oznaczającą zdolność antyflokulacyjną (X) obliczyć w procentach w stosunku do ilości barwnika wg wzoru

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

w którym:

m_1 — ilość środka pomocniczego w 20 cm³ zawiesiny, g,

m_2 — ilość barwnika w 20 cm³ zawiesiny, g.

W celu ułatwienia obliczeń zdolności antyflokulacyjnej należy posługiwać się tabl. 3.

Tablica 3

Środek pomocniczy w roztworze użyty do przygotowania 20 cm³ zawiesiny barwnika		Zawartość środka pomocniczego w zawiesinie w stosunku do ilości barwnika, %
rodzaj roztworu	ilość cm³	
T_1	1	40
	2	80
	3	120
	.	.
	.	.
	.	.
	9	360
	10	400
T_2	1	20
	2	40
	3	60

cd. tabl. 3

Środek pomocniczy w roztworze użyty do przygotowania 20 cm³ zawiesiny barwnika		Zawartość środka pomocniczego w zawiesinie w stosunku do ilości barwnika, %
rodzaj roztworu	ilość cm³	
T_2	.	.
	.	.
	.	.
	9	180
	10	200
T_3	1	10
	2	20
	3	30
	.	.
	.	.
	.	.
	9	90
	10	100
T_4	1	4
	2	8
	3	12
	.	.
	.	.
	.	.
	9	36
	10	40

2.9. **Protokół badań** powinien zawierać następujące dane:

a) datę i miejsce wykonania oznaczania,

b) nazwę i rodzaj badanego środka pomocniczego,

c) objętość i stężenie roztworu badanego środka pomocniczego, konieczne do osiągnięcia pierwszego dostatecznego rozcieku,

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

e) imię i nazwisko wykonującego oznaczania.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Normy zagraniczne i zalecenia międzynarodowe

NRD TGL 8934 Blatt 2 Prüfung von Textilhilfsmitteln Bestimung des Flokungsschutzvermögens oberflächenaktiver Substanzen für Küpensauren

RWPG PC 2708-70 Текстильно-вспомогательные вещества. Методы испытаний. Определение стабилизирующего действия поверхностно-активных веществ суспензий кубовых кислот.

3. Autorzy projektu normy — dr Aleksander Braun, mgr Zofia Kaurzel — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA w Zgierzu.