

| BARWNIKI<br>I<br>PIGMENTY | NORMA BRANŻOWA                          | BN-74<br>6044-14      |
|---------------------------|-----------------------------------------|-----------------------|
|                           | Barwniki                                |                       |
|                           | Oznaczanie rozpuszczalności<br>w wodzie | K                     |
|                           |                                         | Grupa katalogowa X 29 |

## 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:

- sączkową,
- fotokolorymetryczną.

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

Metodę sączkową stosuje się w przypadku, gdy nie jest wymagana duża dokładność uzyskiwanych wyników — do 10 g/dm<sup>3</sup>.

Metodę fotokolorymetryczną stosuje się, gdy wymagana jest duża dokładność wyników — do 0,1 g/dm<sup>3</sup>, albo gdy wizualna ocena sączków z metody sączkowej jest niejednoznaczna.

## 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.

**2.2. Oznaczanie rozpuszczalności metodą sączkową**

**2.2.1. Zasada oznaczania.** Metoda polega na rozpuszczeniu odpowiedniej ilości barwnika w wodzie o określonej temperaturze, przesączeniu roztworu i wzrokowej ocenie pozostałości na sączku. Wyniki oznaczania podaje się w stopniach.

**2.2.2. Stopnie rozpuszczalności barwników.** W zależności od ilości barwnika (w gramach) całkowicie rozpuszczalnej w 1 dm<sup>3</sup> wody, ustala się 16 stopni rozpuszczalności barwników — wg tablicy.

| Stopień | Ilość barwnika <sup>1)</sup> całkowicie rozpuszczalna w 1 dm <sup>3</sup> wody, g | Ilość barwnika <sup>1)</sup> , którą należy użyć do rozpuszczenia w 250 ± 2 cm <sup>3</sup> wody, g |
|---------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1       | 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                                                                                               |
| 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.

**2.2.3. Wykonanie oznaczania.** W celu ustalenia rozpuszczalności barwnika, przy braku wskazań co do jego stopnia rozpuszczalności, oznaczanie rozpocząć stosując odważkę 7,75 g. Odważkę zważoną z dokładnością do 0,01 g umieścić w zlewce pojemności 400 cm<sup>3</sup>, zapastować niewielką ilością wody odlanej z uprzednio odmierzonych 250 ± 2 cm<sup>3</sup>, następnie resztą wody zalać zapastowany barwnik i mieszając ogrzać do wrzenia lub do temperatury niższej, wskazanej odpowiednią normą.

Roztwór utrzymywać w tej temperaturze w ciągu 3 min, często mieszając, po czym przesączyć na lejku Büchnera przez podwójny sączek z bibuły typu Schleicher i Schüll nr 1450 o średnicy 90 mm, przy ciśnieniu około 500 mm słupa rtęci.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA

Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 4 lutego 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 lipca 1975 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 17/1974 poz. 57)

Bezpośrednio przed sączeniem barwnika, przepuścić przez lejek z sączkami około 250 cm<sup>3</sup> gorącej wody w celu ogrzania lejka i sączków.

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

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

Jeżeli odważka barwnika rozpuści się całkowicie w 250 cm<sup>3</sup> wody, powtórzyć oznaczanie z ilością barwnika odpowiadającą stopniowi wyższemu, jeżeli natomiast nie rozpuści się — z ilością barwnika odpowiadającą stopniowi niższemu. Oznaczanie prowadzić tak długo, aż ustali się stopień, któremu odpowiadająca ilość barwnika rozpuszcza się całkowicie, a ilość odpowiadająca stopniowi o 1 wyższemu nie rozpuszcza się całkowicie<sup>1)</sup>.

Przy kontroli rozpuszczalności, należy odważyć badany barwnik z dokładnością do 0,01 g w ilości odpowiadającej stopniowi rozpuszczalności podanemu w normie przedmiotowej. Z odważką barwnika dalej postępować tak samo, jak podczas ustalania rozpuszczalności.

**2.2.4. Wynik.** W celu ustalenia rozpuszczalności barwnika należy wykonać co najmniej cztery oznaczania, w tym dwa dla ilości barwnika, przy której nie stwierdza się obecności barwnika na sączku, oraz dwa dla ilości barwnika odpowiadającego stopniowi rozpuszczalności o 1 stopień wyższemu, przy której stwierdza się obecność barwnika na sączku. Oznaczanie uznać za dobre, jeżeli odpowiadające sobie parami wyniki są zgodne. Za wynik oznaczania przyjąć niższy stopień rozpuszczalności (tj. stopień, któremu odpowiadająca ilość barwnika rozpuszcza się całkowicie).

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

## **2.3. Oznaczanie rozpuszczalności metodą fotokolorymetryczną**

**2.3.1. Zasada oznaczania.** Sporządza się serię roztworów A o wzrastających stężeniach barwnika badanego, obejmujących przypuszczalną rozpuszczalność barwnika (wg katalogu lub określoną wstępnie wg 2.2). Sączy się roztwory, rozpuszcza pozostałość na sączkach i oznacza kolorymetrycz-

nie ekstynkcję otrzymanych roztworów B. Następnie sporządza się wykres dla stężeń roztworów A i ekstynkcji odpowiadających im roztworów B. Z wykresu odczytuje się stężenie, przy którym nastąpiło nasycenie roztworu w warunkach oznaczania.

### **2.3.2. Aparatura i materiały**

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

b) Bibuła filtracyjna typu Schleicher i Schüll nr 1450.

### **2.3.3. Przygotowanie roztworów do badań**

**2.3.3.1. Przygotowanie roztworów A.** Przygotować serię (co najmniej 5) roztworów barwnika w taki sposób, aby roztwór środkowy tej serii, np. trzeci, zawierał taką 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 pierwszego i drugiego stopnia rozpuszczalności różnica między odważkami powinna wynosić 0,75 g/250 cm<sup>3</sup>.

b) od trzeciego do piątego (włącznie) stopnia rozpuszczalności różnica między odważkami — 1,25 g/250 cm<sup>3</sup>.

c) powyżej piątego stopnia rozpuszczalności — między odważkami danej serii różnica powinna wynosić 2,5 g/250 cm<sup>3</sup>.

Odważki barwnika zapastować niewielką ilością wody destylowanej, odlanej z uprzednio odmierzonych 250 ± 2 cm<sup>3</sup> 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 B.** Po 3 min ogrzewania roztwór A natychmiast filtrować na lejku Büchnera przez dwa nałożone na siebie sączki (p. 2.3.2b) o średnicy 90 mm przy użyciu pompki próżniowej (ciśnienie około 500 mm słupa rtęci). Bezpośrednio przed sączeniem roztworu A przepuścić przez lejek z sączkami około 250 cm<sup>3</sup> gorącej wody (aby rozgrzać lejek). 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 niewielką porcją wody (około 50 cm<sup>3</sup>) 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 cm<sup>3</sup>, a sączek ponownie zalać nową porcją wody ogrzanej do temperatury 80°C. Czynności te powtarzać tak długo, aż roztwór nad sączkiem bę-

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

dzie bezbarwny. Wówczas sączonek wycisnąć i ostatni roztwór połączyć z zebranymi poprzednio, oziębić do temperatury pokojowej i przesączyć przez sączonek ilościowy miękki typu VEB bezpośrednio do kolby pomiarowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>. Po przesączeniu całej objętości, sączonek przepłukać wodą destylowaną, roztwór w kolbie uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

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

Należy stosować filtry o barwie dopełniającej w celu uzyskania dokładniejszych pomiarów. Pomiar ekstynkcji przeprowadzić zgodnie z instrukcją obsługi używanego aparatu.

**2.3.5. Odczytywanie wyniku.** Na podstawie pomiarów sporządzić wykres, odkładając na osi rzędnych zmierzone dla roztworów B wartości ekstynkcji, zaś na osi odciętych — stężenia roztworów A.

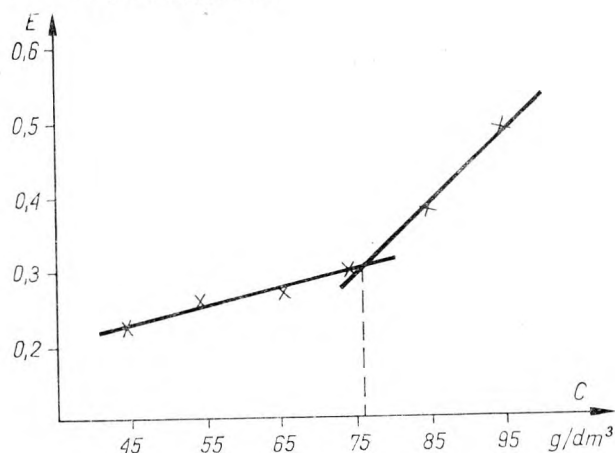
Uwzględnia się wartości ekstynkcji uzyskane z pomiaru roztworów w kuwetach o tej samej grubości. Otrzymały wykres składa się z dwóch prostych, które należy przedłużyć do ich przecięcia się. Z uzyskanego punktu poprowadzić prostą prostopadłą do osi X i odczytać wynik w g/dm<sup>3</sup>. Przykład wykresu

$$E = f(C)$$

w którym:

E — ekstynkcja,

C — stężenie, g/dm<sup>3</sup>.



6044-14

### 2.3.6. Dopuszczalna różnica między wynikami.

Pod uwagę bierze się wyniki nie różniące się między sobą więcej niż o 1%.

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

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

- stosowaną metodę,
- wynik oznaczania (zgodnie z 2.3.7),
- długość fali przy jakiej wykonano pomiar,
- stosowany środek (pomocniczy ewentualnie kwas) przy rozpuszczaniu badanego barwnika w wodzie.

KONIEC

## INFORMACJE DODATKOWE do BN-74/6044-14

### 1. Istotne zmiany w stosunku do PN-59/C-04704

- wprowadzono fotokolorymetryczną metodę oznaczania rozpuszczalności barwników w wodzie,
- porzeczono zakres stosowania metod o oznaczanie rozpuszczalności barwników w wodzie zawierającej kwas octowy lub środki pomocnicze,
- zaostbrzono w metodzie sączonekowej kryteria wizualnej oceny pozostałości po sączeniu, przyjmując ślady barwnika oraz pozostałość w postaci smółki za dowód niecałkowitego rozpuszczania barwnika,
- zrezygnowano w metodzie sączonekowej ze sprawdzania pozostałości na sączoneku metodą wylugowania sączoneka dolnego i górnego i porównanie otrzymanych roztworów.

Dotychczas obowiązująca PN-59/C-04704 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1975 r.

**2. Przykład do 2.2.3.** Po rozpuszczeniu 7,75 g barwnika w 250 cm<sup>3</sup> wody stwierdzono:

a) **nieobecność barwnika na sączoneku;** w tym przypadku należy wykonać dalsze oznaczanie z ilością 10,25 g barwnika; w razie stwierdzenia obecności barwnika na sączoneku należy uznać, że rozpuszczalność jego wynosi czwarty stopień; w przypadku stwierdzenia nieobecności barwnika na sączoneku wykonać oznaczanie z większą ilością barwnika;

albo  
b) **obecność barwnika na sączoneku;** w tym przypadku należy wykonać następne oznaczanie z ilością 5,25 g; w razie stwierdzenia ponownie obecności barwnika na sączoneku, należy wykonać oznaczanie stosując 2,75 g barwnika i w zależności od wyniku uznać, że barwnik ma stopień rozpuszczalności 2 lub 1.