

BARWNIKI I PIGMENTY	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-89
	Pigmenty organiczne do wyrobów z poli(chlorku winylu)	6047-13
	Metody badań	Zamiast BN-75/6047-13
		Grupa katalogowa 1029

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań pigmentów organicznych stosowanych do barwienia wyrobów z poli(chlorku winylu).

1.2. Rodzaje badań

- a) oznaczanie gęstości nasypowej,
- b) oznaczanie pozostałości na sicie,
- c) oznaczanie substancji lotnych w temperaturze 105°C.
- d) oznaczanie substancji rozpuszczalnych w wodzie,
- e) oznaczanie pH zawiesiny wodnej,
- f) oznaczanie względnej mocy barwiącej,
- g) oznaczanie odcienia barwy,
- h) oznaczanie zdolności dyspergowania pigmentu,
- i) oznaczanie migracji,
- j) oznaczanie trwałości na temperaturę,
- k) oznaczanie trwałości na wodę,
- l) oznaczanie na alkalia,
- m) oznaczanie trwałości na kwasy,
- n) oznaczanie trwałości na spirytus,
- o) oznaczanie trwałości na plastyfikatory,
- p) oznaczanie trwałości na tarcie,
- r) oznaczanie trwałości na światło sztuczne.

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie gęstości nasypowej — wg PN-80/C-04401.

2.2. Oznaczanie pozostałości na sicie — wg PN-80/C-04401.

2.3. Oznaczanie substancji lotnych w temperaturze 105°C — wg PN-80/C-04401.

2.4. Oznaczanie substancji rozpuszczalnych w wodzie na gorąco — wg PN-80/C-04401 p. 2.5.3.

2.5. Oznaczanie pH zawiesiny wodnej — wg PN-80/C-04401.

2.6. Oznaczanie względnej mocy barwiącej

2.6.1. Aparatura, materiały i odczynniki

a) Ftalan dwuoktylu techniczny, gatunek I wg PN-77/C-88035.

b) Stabilizator, np. stearynian kadmowy wg BN-74/6065-04 lub Ergoterm OTGO; Ergoterm OTGOS.

c) Poli(chlorek winylu) emulsyjny E68N wg PN-85/C-89291/35.

d) Biel tytanowa — Tytanopol ROO1¹⁾.

e) Walcarka laboratoryjna z regulacją temperatury od 160 ±5°C.

f) Mieszadło elektryczne o prędkości obrotowej około 2000 obr/min.

g) Aplikator umożliwiający naniesienie warstwy o grubości 250 µm.

h) Płyta szklana o wymiarach 100×100×3 mm.

i) Szara skala wg PN-86/P-04906.

2.6.2. Przygotowanie do badań

2.6.2.1. Przygotowanie mieszanek do folii walcowanych

a) Przygotowanie mieszanki podstawowej. Odważyć 100 ±1 g poli(chlorku winylu) wg 2.6.1c) i mieszać mieszadłem wg 2.6.1f) w ciągu 15 min w temperaturze 76 ±2°C. Następnie dodać 50 ±1 g ftalanu wg 2.6.1a) i 1,5 ±0,1 g stabilizatora wg 2.6.1b) i całość wymieszać w temperaturze 76 ±2°C.

Po ochłodzeniu, przygotowaną mieszankę należy wykorzystać do przygotowania barwnych mieszanek kryjącej i transparentowej.

b) Przygotowanie barwnej mieszanki kryjącej. Odważyć 100 ±1 g podstawowej mieszanki poli(chlorku winylu) wg poz. a), 0,5 ± 0,001 g badanego pigmentu i 5 ±0,01 g bieli tytanowej wg 2.6.1d) i wymieszać mieszadłem w ciągu około 5 min.

c) Przygotowanie barwnej mieszanki transparentowej.

Mieszanke przygotować wg poz. b) bez dodatku bieli tytanowej.

2.6.2.2. Przygotowanie mieszanek do folii powlekanych

a) Przygotowanie barwnej mieszanki kryjącej. Odważyć i umieścić w moździerzu porcelanowym 0,1 ±0,0001 g pigmentu badanego, 1 ±0,001 g bieli tytanowej, 1 ±0,001 g stabilizatora wg 2.6.1b) i dodawać 36 ±0,1 g ftalanu dwuoktylowego niewielkimi porcjami, dokładnie mieszając. Następnie dodać 64 ±0,1 g emulsyjnego poli(chlorku winylu) i mieszać w ciągu około 30 min do uzyskania jednorodnej pasty.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 5.

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 24 marca 1989 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1990 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1989, poz. 14)

b) Przygotowanie barwnej mieszanki transparentowej. Mieszkę przygotować wg poz. a) bez dodatku bieli tytanowej, stosując $1 \pm 0,01$ g badanego pigmentu.

2.6.3. Wykonanie oznaczania

2.6.3.1. Przygotowanie folii na walcierce. Przygotowane mieszanki wg 2.6.2.1b) lub c) poddać obróbce na walcierce wg 2.6.1e) w ciągu 10 min do uzyskania folii o grubości $0,35 \pm 0,05$ mm. W taki sam sposób wykonać folię z pigmentem wzorcowym.

2.6.3.2. Przygotowanie folii metodą powlekania. Przygotowane pasty wg 2.6.2.2a) lub b) nanieść kolejno aplikatorem wg 2.6.1g) warstwami na płytkę szklaną wg 2.6.1h) i umieścić w termostacie w temperaturze $160 \pm 2^\circ\text{C}$ na 10 min. Po ochłodzeniu folię zdjąć z płytki szklanej, a następnie aklimatyzować co najmniej 2 h w temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$ i wilgotności względnej $65 \pm 5\%$.

W taki sam sposób wykonać folię z pigmentem wzorcowym.

2.6.4. Ocena wyników. Względną moc barwiącą badanego pigmentu określić przez porównanie głębokości barwy próbek zabarwionej folii z pigmentem badanym i wzorcowym wg 2.6.3. Porównanie obu folii przeprowadzić nie uzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

W przypadku gdy głębokość barwy zabarwionej folii badanym pigmentem różni się od głębokości barwy zabarwionej folii wzorcowym pigmentem, oznaczanie należy powtórzyć na nowych próbkach folii, stosując do ich wykonania odpowiednio mniej lub więcej 5, 10, 15% pigmentu badanego, aż do uzyskania zgodnej głębokości barwy porównywanych próbek folii.

Względną moc barwiącą pigmentu badanego (X) wyrażoną w % mas. obliczyć wg wzoru

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

w którym:

m — masa użytego pigmentu wzorcowego, g,

m_1 — masa użytego pigmentu badanego g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 15% wyniku mniejszego.

2.7. Oznaczanie odcienia barwy. Próbkę folii zabarwioną pigmentem badanym i wzorcowym o zgodnej głębokości barwy wg 2.6.4 porównać nie uzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

Odcień pigmentu badanego w stosunku do wzorcowego określić w stopniach szarej skali do oceny zmiany barwy wg PN-86/P-04906, lub określić słowami w sposób następujący:

- zgodny,
- różni się nieznacznie,
- różni się znacznie,
- niezgodny (nieporównywalny).

2.8. Oznaczanie zdolności dyspergowania pigmentu

2.8.1. Wykonanie oznaczania. Z folii zabarwionej pigmentem badanym i wzorcowym wg 2.6, wyciąć próbki o wymiarach 100×100 mm. Pozostałe folie poddać dodatkowej obróbce na walcierce wg 2.6.1e) w ciągu 10 min. Następnie porównać między sobą folię z pigmentem badanym i wzorcowym w warunkach podanych w 2.6.4 i określić obecność nie rozproszonych cząstek pigmentu.

2.8.2. Ocena wyników. Zdolność dyspergowania pigmentu badanego w stosunku do wzorcowego określić słowami:

- jednakowa,
- lepsza,
- gorsza.

2.9. Oznaczanie migracji

2.9.1. Aparatura, materiały i odczynniki

a) Termostat umożliwiający utrzymanie temperatury do 190°C .

b) Płytki szklane (lub porcelanowe) o wymiarach nie większych niż $100 \times 100 \times 3$ mm.

c) Szare skale wg PN-86/P-04906.

d) Bibuła do sączenia.

2.9.2. Przygotowanie do badań

a) Białą nieprzezroczystą folię przygotować w sposób następujący: odważyć 100 ± 1 g mieszanki podstawowej wg 2.6.2.1a) i $5 \pm 0,1$ g bieli tytanowej wg 2.6.1d) i przygotować białą nieprzezroczystą folię na walcierce wg 2.6.3.1; część próbki folii zostawić do porównania.

b) Barwną folię z poli(chlorku winylu) barwioną pigmentem badanym przygotować w warunkach wg 2.6.3.1 lub 2.6.3.2.

2.9.3. Wykonanie oznaczania. Na próbkę z białej folii wg 2.9.2a) o wymiarach 40×40 nałożyć próbkę zabarwionej folii wg 2.9.2b) o wymiarach 20×20 mm tak, aby zabarwiona próbka znajdowała się w odległości 5 mm od brzegów białej próbki, usuwając ewentualne pęcherzyki powietrza. Następnie na płytce szklanej wg 2.9.1b) umieścić kolejno bibułę do sączenia, białą folię i zabarwioną folię, bibułę do sączenia.

Całość nakryć drugą płytką, obciążyć $6 + 0,3$ kPa i umieścić w termostacie w temperaturze $70 \pm 2^\circ\text{C}$ na 24 h.

Dopuszcza się ogrzewanie przerywane. Po tym czasie zdjąć obciążenie, całość ochłodzić i zdjąć kolejno nałożone warstwy.

2.9.4. Ocena wyników. Porównać zabarwienie próbki białej folii od strony stykającej się z próbką zabarwionej folii z częścią białej folii nie stykającej się z folią zabarwioną.

Porównanie przeprowadzić w warunkach wg 2.6.4.

Intensywność zabarwienia określić w stopniach za pomocą szarej skali do oceny stopnia zabrudzenia bieli wg PN-86/P-04906.

2.10. Oznaczanie trwałości na temperaturę

2.10.1. Wykonanie oznaczania. Dwie próbki folii przygotowanej wg 2.6.3.1 lub 2.6.3.2 o wymiarach 30×30 mm umieścić między szklanymi płytkami o wymiarach $150 \times 100 \times 3$ mm, przenieść do termostatu wg

2.9.1a). Jedną próbkę pozostawić w termostacie w temperaturze 170°C w ciągu 30 min, drugą w temperaturze 180°C w ciągu 10 min. Następnie próbki ochłodzić do temperatury pokojowej i porównać z próbkami tych samych folii nie poddanych badaniu w warunkach podanych w 2.6.4.

2.10.2. Ocena wyników. Trwałość pigmentu na temperaturę należy określić przez porównanie próbek folii poddanych działaniu podwyższonych temperatur z próbkami tych samych folii nie poddanych badaniu.

Różnicę barwy określić w stopniach szarej skali do oceny zmiany barwy wg PN-86/P-04906.

2.11. Oznaczanie trwałości na wodę

2.11.1. Materiały

a) Szalka Petriego lub krystalizator o wymiarach nie mniejszych niż 40×40 mm.

b) Paski bibuły chromatograficznej Whatmann nr 2 lub innej podobnej, o wymiarach 120×120 mm.

2.11.2. Wykonanie oznaczania. Próbkę zabarwionej folii o wymiarach 40×40 mm, przygotowaną wg 2.6.3.1 bez bieli tytanowej, umieścić na szalce Petriego wg 2.11a) zawierającej 50 ml wody destylowanej o temperaturze pokojowej i pozostawić na 24 h. Następnie próbkę folii wyjąć, a w wyciągu i równocześnie w czystej wodzie zanurzyć na 5 s po jednym pasku bibuły (2.11b), po czym zawiesić je w położeniu pionowym w temperaturze pokojowej i wysuszyć.

2.11.3. Ocena wyników. Porównać intensywność zabarwienia paska bibuły zanurzonego w wyciągu, z paskiem bibuły zanurzonej w czystej wodzie. Porównanie

przeprowadzić w warunkach podanych w 2.6.4, a intensywność zabarwienia określić w stopniach szarej skali do oceny stopnia zabrudzenia bieli wg PN-86/P-04906.

2.12. Oznaczanie trwałości na alkalia. Przygotować 2 próbki folii (2.11.2), jedną zostawić do porównań, drugą zanurzyć w 2%(m/m) roztworze węglanu sodowego bezwodnego cz. o temperaturze 50 ±5°C na 1 h.

Następnie próbkę wyjąć z roztworu, opłukać wodą destylowaną i wysuszyć w temperaturze pokojowej, po czym porównać z próbką folii nie poddaną działaniu węglanu sodowego.

Porównanie przeprowadzić w warunkach podanych w 2.6.4.

Różnicę zabarwienia określić w stopniach szarej skali do oceny zmiany barwy wg PN-86/P-04906.

2.13. Oznaczanie trwałości na kwasy wykonać jak w 2.12, stosując zamiast roztworu węglanu sodowego 6%(m/m) roztwór kwasu octowego o temperaturze 20 ±2°C i czas zanurzenia próbki 30 s.

2.14. Oznaczanie trwałości na spirytus wykonać jak w 2.11, stosując zamiast wody 96-procentowy spirytus rektyfikowany i czas zanurzenia próbki folii 30 s.

2.15. Oznaczanie trwałości na plastyfikatory — wg PN-80/C-04401 p. 2.16.

2.16. Oznaczanie trwałości na tarcie — wg PN-63/P-04908 na folii przygotowanej wg 2.6.3.1 bez bieli tytanowej.

2.17. Oznaczanie trwałości na światło sztuczne — wg PN-78/C-04411 na próbkach folii przygotowanej wg 2.6.3.1 z bielą i bez bieli.

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-75/6047-13

a) wdrożono oznaczanie względnej mocy barwiącej i odcienia barwy wg CT CЭB 5704-86,

b) wdrożono oznaczanie zdolności dyspergowania pigmentu wg CT CЭB 5704-86,

c) wdrożono oznaczanie migracji wg CT CЭB 5704-86,

d) wdrożono oznaczanie trwałości na temperaturę wg CT CЭB 5704-86,

e) uaktualniono pozostałe metody badań.

3. Normy związane

PN-80/C-04401 Pigmenty. Ogólne metody badań

PN-79/C-04411 Pigmenty. Oznaczanie trwałości na światło

PN-77/C-88035 Ftalan dwubutyłu techniczny

PN-85/C-89291/35 Poli(chlorek winylu). Poli(chlorek winylu) emulsyjny E 68 N

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

PN-86/P-04906 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień. Szare skale do oceny odporności wybarwień

PN-87/P-04908 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na tarcie

BN-74/6065-04 Środki pomocnicze do tworzyw sztucznych. Stearynian kadmowy

4. Normy międzynarodowe

RWPG CT CЭB 5704-86 Пигменты органические. Методы испытаний пигментов для поливинилхлорида — eqv

5. Biel tytanowa — wg ZN-77/MPCh/N-226

6. Autorzy projektu normy — inż. Jadwiga Pliszkiewicz i mgr Romualda Matysiak.