

BARWNIKI I PIGMENTY	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Komponenty barwników naftoelanowych	6041-39
	Metody barwienia	Grupa katalogowa X 29

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody barwienia komponentami barwników naftoelanowych tzn. naftoelanami, zasadami naftoelanowymi i solami zasad naftoelanowych.

1.2. Rodzaje metod barwienia. W zależności od rodzaju składnika barwiącego przeznaczonego do badania, barwienie wykonuje się jedną z poniższych metod:

- barwienie badanym naftoelanem,
- barwienie badaną zasadą naftoelanową,
- barwienie badaną solą zasady naftoelanowej.

2. WYTYCZNE OGÓLNE

2.1. Intensywność wybarwień. Wybarwienia wykonuje się w 2 intensywnościach: wybarwienia jasne i wybarwienia ciemne.

2.2. Sposoby barwienia. W zależności od wskazań norm przedmiotowych barwienia wykonuje się sposobem.

- klasycznym,
- ciągłym.

2.3. Cel barwienia. Wybarwienie wykonuje się w celu oznaczania koncentracji, odcienia i trwałości naftoelanów oraz do oznaczania odcienia i trwałości zasad naftoelanowych lub soli zasad naftoelanowych.

2.4. Włókno do barwienia. Do barwienia przeznacza się tkaninę bawełnianą — merceryzowaną, bieloną (bez użycia rozjaśniaczy optycznych) nieapretowaną, oraz nie zawierającą włókien martwych ani pozostałości chemikaliów typu satyna lub tkanina o splocie płóciennym.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego
ORGANIKA dnia 20 czerwca 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie
czynności określonych normą od dnia 1 kwietnia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 19/1975 poz. 68)

2.5. Naczynia i aparaty

a) Naczynia z porcelany lub stali nierdzewnej. Zalecana pojemność naczynia 50 cm³, a średnica podstawy 7 cm — stosowane przy barwieniu sposobem klasycznym.

b) Napawarka laboratoryjna — stosowana przy barwieniu sposobem ciągłym.

3. METODY BARWIENIA

3.1. Metoda barwienia naftoelanami

3.1.1. Zasada metody. Tkaninę bawełnianą napawa się roztworami badanego i wzorcowego naftoelanu a następnie wywołuje w roztworze z dwuazowanej wzorcowej zasady czerwieni naftoelanowej KB. Wybarwione próbki tkaniny pierze się, płucze i suszy.

3.1.2. Odczynniki i roztwory

a) Azotyn sodowy cz., roztwór 10-procentowy.

b) Formalina 30-procentowa techniczna (tylko w przypadku badania naftoelanu SW).

c) Kwas octowy cz., roztwór 50-procentowy.

d) Kwas solny cz. (1,19).

e) Octan sodowy cz., roztwór 20-procentowy.

f) Olej turecki włókienniczy.

g) Papierki wskaźnikowe: czerwieni Kongo i jodoskrobiowe.

h) Płatki mydlane wg PN-68/C-77058 lub inny środek piorący.

i) Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 32-procentowy.

j) Węglan sodowy, techniczny.

3.1.3. Barwienie metodą klasyczną

3.1.3.1. Przygotowanie roztworu naftoelanu. Odważyć 5 g naftoelanu badanego (w przypadku naftoelanu L4G — 1,25 g) z dokładnością do 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności 600 cm³ dodać oleju tureckiego, wymieszać i dodać roztworu wodorotlenku sodowego w ilościach zgodnych z tabl. 1. Po ponownym dokładnym wymieszaniu dodać 500 cm³ wrzącej wody, a w przypadku nie uzyskania klarownego roztworu ogrzać całość do wrzenia.

Roztwór uzupełnić do 1 dm³ wodą o temperaturze 70°C (w przypadku naftoelanu SW z dodatkiem 5 cm³ formaliny).

W analogiczny sposób przygotować roztwór z naftoelanu wzorcowego.

3.1.3.2. Przygotowanie kąpeli do napawania. Przygotować 4 kąpiele napawające każda o objętości 400 cm³ w tym po jednej kąpeli z naftoelanu badanego i wzorcowego dla wybarwień jasnych i po jednej kąpeli dla wybarwień ciemnych. Stężenie naftoelanu w kąpielach wg tabl. 1. W tym celu świeżo przygotowany roztwór naftoelanu wg 3.1.3.1 pobrać w ilościach zgodnych z tabl. 1, umieścić każdy w oddzielnym naczyniu wg 2.5a) i uzupełnić do 400 cm³ wodą o temperaturze zgodnej z górną granicą temperatury napawania wg tabl. 1.

Dopuszcza się sporządzanie kąpeli wprost z odważek, biorąc do tego celu odpowiednio przeliczone ilości naftoelanu i odczynników.

Tablica 1

Marka naftoelanu	Krotność w stosunku do 1 g naftoelanu		Metoda klasyczna				Metoda ciągła		Temperatura początkowa napawania °C	Czas napawania min
	olej tu-recki cm ³	roztwór NaOH 32-pro-centowy cm ³	wybarwienie jasne		wybarwienie ciemne		wybarwienie jasne	wybarwienie ciemne		
			stężenie kąpieli napawającej g/dm ³	ilość branego roztworu cm ³	stężenie kąpieli napawającej g/dm ³	ilość branego roztworu cm ³	stężenie kąpieli napawającej g/dm ³	stężenie kąpieli napawającej g/dm ³		
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
A,D,PH,RT OL	2	1,5	0,6	48	4,0	320	2	10	50 ÷ 60	20
BS	2	1,5							45 ÷ 55	
E	2	1,5							55 ÷ 65	
BO	2	2,0							45 ÷ 55	
TP	2	2,2							45 ÷ 55	
RL	2	2,5							40 ÷ 50	
G	2	2,5	0,3	24	2,0	160			40 ÷ 50	
SW	2	3,0							75 ÷ 80	
L4G skoncentrowany	8	2,0	0,15	48	1,0	320	0,5	2,5	45 ÷ 55	

3.1.3.3. Przygotowanie roztworu zdwuazowanej zasady czerwieni naftoelanowej KB. 5 g wzorcowej zasady czerwieni naftoelanowej KB odważyć z dokładnością do 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, dodać 50 cm³ wody o temperaturze 80÷90°C i 5 cm³ kwasu solnego. Po całkowitym rozpuszczeniu się zasady dodać 100 cm³ wody z lodem a potem dodawać porcjami, w ciągu około 15 min ciągle mieszając, 20 cm³ roztworu azotynu sodowego. Podczas dwuazowania utrzymywać temperaturę roztworu 5÷10°C. Następnie sprawdzić pH papierkiem czerwieni Kongo a nadmiar kwasu azotawego papierkiem jednoskrobiowym (papierki powinny zabarwiać się na niebiesko). Do roztworu dodać 19 cm³ roztworu octanu sodowego a następnie 2,6 cm³ roztworu kwasu octowego. Całość przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ i dopełnić do kreski wodą o temperaturze 5÷10°C.

Przechowywać w ciemnym miejscu w temperaturze nie wyższej niż 10°C w ciągu najwyżej 30 min.

3.1.3.4. Przygotowanie kąpielei do wywoływania. Przygotować 4 kąpiele wywołujące każda o objętości 400 cm³, w tym dwie dla wybarwień jasnych i dwie dla wybarwień ciemnych. W tym celu z roztworu wg 3.1.3.3 przenieść do 2 naczyń wg 2.5a) po 40 cm³ roztworu (dla wybarwień jasnych) i do 2 następnych naczyń po 160 cm³ roztworu (dla wybarwień ciemnych), po czym roztwory uzupełnić do 400 cm³ wodą o temperaturze 5÷10°C.

Otrzymane kąpiele zawierają odpowiednio:

- dla wybarwień jasnych 0,5 g/dm³ zasady czerwieni naftoelanowej KB
- dla wybarwień ciemnych 2,0 g/dm³ zasady czerwieni naftoelanowej KB.

3.1.3.5. Wykonanie wybarwienia. Kąpiele przygotowane wg 3.1.3.2 doprowadzić do temperatury początkowej napawania wg tabl. 1. Następnie w każdej kąpieeli zanurzyć po 1 próbce tkaniny wg 2.4 o masie 10 ± 0,1 g i utrzymywać w stygnących kąpielach, często mieszając, w ciągu około 20 min. Następnie próbki wyjąć i wyżąć równomiernie tak, aby przyrost masy tkaniny w stosunku do suchej próbki wynosił około 90÷100%. Próbki zanurzyć niezwłocznie w świeżo przygotowanych wg 3.1.3.4 kąpielach do wywoływania przy czym do kąpielei wywołującej o mniejszym stężeniu zanurzyć próbki włókna napawane w roztworach naftoelanu badanego i wzorcowego o mniejszym stężeniu a do kąpielei wywołujących o większym stężeniu zanurzyć próbki włókna napawane w roztworach naftoelanów o większym stężeniu. Wywoływanie przeprowadzać w ciągu 10 min w temperaturze 5÷10°C, po czym próbki wybarwione wyjąć i poddać niezwłocznie końcowej obróbce.

3.1.4. Barwienie metodą ciągłą

3.1.4.1. Przygotowanie roztworu naftoelanu. Przygotować dwa roztwory naftoelanu badanego, jako kąpiele napawające, jeden dla wybarwień jasnych, drugi dla wybarwień ciemnych, o stężeniu naftoelanu wg tabl. 1. Naftoelan rozpuszczać zgodnie z 3.1.3.1. Ilość sporządzonego roztworu uzależniać od pojemności korytka napawarki.

W taki sam sposób przygotować roztwory naftoelanu wzorcowego.

3.1.4.2. Przygotowanie roztworu z dwuazowanej zasady czerwieni naftoelanowej KB. Przygotować 2 roztwory zasady czerwieni naftoelanowej KB

jako kąpiele wywołujące, jeden dla wybarwień jasnych o stężeniu 3 g/dm³, drugi dla wybarwień ciemnych o stężeniu 15 g/dm³. Roztwory przygotować wg 3.1.3.3, zmieniając proporcjonalnie ilości użytych odczynników w stosunku do ilości zasady czerwieni naftoelanowej KB branej do dwuazowania. Ilość sporządzonego roztworu uzależnić od pojemności korytka napawarki.

Roztwór przechowywać wg 3.1.3.3.

3.1.4.3. Wykonanie wybarwienia. W kąpielach wg 3.1.4.1 doprowadzonych do temperatury napawania wg tabl. 1 napawać na napawarce wg 2.5b po jednej próbce tkaniny wg 2.4 o rozmiarach 10×25 cm (jeśli użyty typ napawarki nie wymaga innego wymiaru próbki). Napawanie przeprowadzać przy takim docisku wałów, aby przyrost masy tkaniny po napawaniu w stosunku do suchej próbki wynosił 90÷100%. Próbki wysuszyć w temperaturze 70°C, następnie wywoływać, każdą próbkę oddzielnie, w roztworach wg 3.1.4.2 w sposób i warunkach analogicznych do napawania, przy czym próbki tkaniny napawane w roztworach naftoelanu badanego i wzorcowego o mniejszym stężeniu wywoływać w roztworze zasady czerwieni naftoelanowej KB o mniejszym stężeniu, a próbki tkaniny napawane w roztworach naftoelanów o większym stężeniu wywoływać w roztworze zasady czerwieni naftoelanowej KB o większym stężeniu.

Otrzymane wybarwienia poddać niezwłocznie końcowej obróbce.

3.1.5. Obróbka końcowa wybarwień. Próbki wybarwione wg 3.1.3.5 lub 3.1.4.3 wypłukać w zimnej wodzie, wyjąć, umieścić każdą w oddzielnym naczyniu zawierającym roztwór o składzie: 2 g środka piorącego wg 3.1.2h) i 3g węglanu sodowego w 1 dm³ wody zachowując stosunek włókna do kąpieli 1:50, ogrzać do wrzenia i utrzymywać w tej temperaturze w ciągu 10 min. Następnie próbki wyjąć i płukać kilkakrotnie najpierw w ciepłej a następnie w zimnej wodzie do momentu, gdy woda po płukaniu będzie bezbarwna. Próbki wyjąć lub odwirować i suszyć w temperaturze 50÷60°C.

3.2. Metoda barwienia zasadami naftoelanowymi

3.2.1. Zasada metody. Tkaninę bawełnianą napawa się roztworem wzorcowym naftoelanu A, a następnie wywołuje w roztworze zdwuazowanej zasady naftoelanowej badanej i wzorcowej. Wybarwione próbki pierze się, płucze i suszy.

3.2.2. Odczynniki i roztwory — wg 3.1.2 a), c), d), e), f), g), h), i), j).

3.2.3. Barwienie metodą klasyczną

3.2.3.1. Przygotowanie kąpieli do napawania. Przygotować dwie kąpiele napawające, każda objętości 800 cm³ jedną dla wybarwień jasnych, drugą dla wybarwień ciemnych. W tym celu z roztworu naftoelanu A wzorcowego przygotowanego wg 3.1.3.1 pobrać 96 cm³, umieścić w zlewce pojemności 1 dm³ i uzupełnić do 800 cm³ wodą o temperaturze około 70°C.

Drugą kąpiel sporządzić w podobny sposób pobierając 640 cm³ roztworu naftoelanu. Stężenie otrzymanych kąpieli zgodne z tabl. 4.

3.2.3.2. Przygotowanie roztworu zdwuazowanej zasady naftoelanowej. W zależności od marki zasady naftoelanowej rozpuszczanie i dwuazowanie wy-

Tablica 2

Lp.	Nazwa zasady	Zasada nafto- elanowa g	Woda o tempera- turze 80°C cm ³	Kwas solny (1,19) cm ³	Azotyn sodowy 10-pro- centowy cm ³	Octan so- dowy 20- procentowy cm ³	Kwas oc- towy 50- procentowy cm ³	Czas dwaazo- wania min	Tempe- ratura dwaazo- wania °C
1	Zasada żółcieni naftoelanowej GC	2,5	15	3	12	12,5	2	15	5 ÷ 10
2	Zasada oranżu naftoelanowego GC	2,5	15	3	12	12,5	2	15	5 ÷ 10
3	Zasada szkarłatu naftoelanowego GG	2,5	20	9,3	12	32,5	—	15	10 ÷ 15
4	Zasada szkarłatu naftoelanowego G	2,5	20	5	13	13,5	2	10	5 ÷ 10
5	Zasada szkarłatu naftoelanowego RC	2,5	25	2,2	9	10	1,3	15	5 ÷ 10
6	Zasada czerwieni naftoelanowej KB	2,5	20	2,5	11	10	1,3	15	5 ÷ 10

konuje się sposobem I lub II. Dla marek zasad naftoelanowych nieuwzględnionych w tabl. 2 i 3 sposób dwuazowania określają właściwe normy przedmiotowe.

Sposób I. 2,5 g badanej zasady naftoelanowej (tabl. 2) odważyć z dokładnością do 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, dodać wodę oraz kwas solny w ilościach zgodnych z tabl. 2, po czym ogrzewać do rozpuszczenia się zasady. (W przypadku zasady szkarłatu naftoelanowego GG roztwór doprowadzić do wrzenia). Do roztworu dodać 100 cm³ wody z lodem, całość doprowadzić do temperatury 5÷10°C i dodawać porcjami, ciągle mieszając roztwór azotynu sodowego w ilościach wg tabl. 2.

Dwuazowanie przeprowadzać w temperaturze i czasie wg tabl. 2. Następnie dodać roztworu octanu sodowego i kwasu octowego w ilościach zgodnych z tabl. 2, roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³ i dopełnić do kreski wodą o temperaturze 5÷10°C.

W taki sam sposób przyrządzić roztwór wzorcowej zasady naftoelanowej. Roztwory przechowywać w miejscu zaciemnionym, w temperaturze 5÷10°C, w ciągu najwyżej 30 min.

Sposób II. 2,5 g badanej zasady naftoelanowej (tabl. 3) odważyć z dokładnością do 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności 50 cm³, dodać azotynu sodowego w ilościach zgodnych z tabl. 3 i wymieszać. Całość oziębć do temperatury około 5°C. Równocześnie przygotować 100 cm³ wody z lodem, dodać kwasu solnego w ilości zgodnej z tabl. 3 i po dokładnym wymieszaniu zawartości zlewki, dodawać do niej porcjami roztwór zasady naftoelanowej z azotynem sodowym, ciągle mieszając i zachowując temperaturę i czas dwuazowania zgodny z tabl. 3 na str. 8. Po zakończeniu dwuazowania roztwór przesączyć, następnie dodać do roztworu octanu sodowego i kwasu octowego w ilości zgodnej w tabl. 3. Całość wymieszać dokładnie, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³ i uzupełnić do kreski wodą o temperaturze 10÷15°C.

W taki sam sposób przygotować roztwór wzorcowej zasady naftoelanowej. Roztwory przechowywać w miejscu zaciemnionym, w temperaturze 5÷10°C, w ciągu najwyżej 30 min.

3.2.3.3. Przygotowanie kąpieli do wywoływania. Przygotować 4 kąpiele wywołujące, każda o objętości 400 cm³, w tym po jednej kąpieli z zasady naftoelanowej badanej i wzorcowej dla wybarwień jasnych i po jednej kąpieli dla wybarwień ciemnych. W tym celu pobrać po 40 cm³ roztworu zasady naftoelanowej badanej i wzorcowej wg 3.2.3.2, umieścić w oddzielnych naczyniach wg 2.5a) i dopełnić do 300 cm³ wodą o temperaturze nie wyższej niż 5°C. W analogiczny sposób przygotować kąpiele z 160 cm³ roztworu zasady naftoelanowej badanej i wzorcowej. Stężenie otrzymanych kąpieli — zgodne z tabl. 4.

3.2.3.4. Wykonanie wybarwienia. Barwienie przeprowadzić wg 3.1.3.5 napawając po 2 próbki tkaniny w kąpielach wg 3.2.3.1 i wywołując w kąpielach wg 3.2.3.3.

Tablica 3

Lp.	Nazwa zasady	Zasada naftoelanowa g	Woda o temperaturze 80÷90°C cm ³	Azotyn sodowy g	Kwas solny (1,19) cm ³	Octan sodowy 20-procentowy cm ³	Kwas octowy 50-procentowy cm ³	Czas dwuazowania	Temperatura dwuazowania
1	Zasada czerwieni naftoelanowej 3 GL	2,5	10	1,1	4,2	11	1,5	20	10
2	Zasada bordo naftoelanowego GP	2,5	4	1,1	4,3	11	1,5	20	10 ÷ 15

3.2.4. Barwienie metodą ciągłą. Wybarwienie wykonać wg 3.1.4 napawając po 2 próbki tkaniny w roztworach sporządzonych z naftoelanu A wzorcowego wg 3.1.4.1, jednym dla wybarwień jasnych, drugim dla wybarwień ciemnych. Wywoływanie przeprowadzić w roztworach zdwuazonowanej zasady naftoelanowej badanej i wzorcowej badanej i wzorcowej o stężeniach zgodnych z tabl. 4 przygotowanych wg 3.2.3.2. (zmieniając proporcjonalnie ilości użytych odczynników w stosunku do ilości dwuazowanej zasady).

3.2.5. Obróbka końcowa wybarwienia. Próbkę wybarwioną wg 3.2.3 lub 3.2.4 poddać końcowej obróbce wg 3.1.5.

3.3. Metoda barwienia solami zasad naftoelanowych

3.3.1. Zasada metody — wg 3.2.1, stosując sól zasady naftoelanowej zamiast zasady naftoelanowej.

3.3.2. Odczynniki i roztwory — wg 3.1.2f), g), h), i), j) oraz kwaśny węgiel sodowy cz.

3.3.3. Barwienie metodą klasyczną

3.3.3.1. Przygotowanie kąpieli do napawania — wg 3.2.3.1 o stężeniu Naftoelanu A zgodnym z tabl. 4.

3.3.3.2. Przygotowanie roztworu soli zasady naftoelanowej. 10 g badanej soli zasady naftoelanowej odważyć z dokładnością do 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, dodać 50 cm³ wody i starannie wymieszać, po czym dodać jeszcze około 300 cm³ wody, wymieszać a następnie całość przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³ i uzupełnić wodą do kreski.

W taki sam sposób przygotować roztwór wzorcowej soli zasady naftoelanowej.

3.3.3.3. Przygotowanie kąpieli do wywoływania. Przygotować 4 kąpiele wywołujące, każda o objętości 400 cm³ w tym po jednej kąpieli z soli zasady naftoelanowej badanej i wzorcowej dla wybarwień jasnych i po jednej kąpieli dla wybarwień ciemnych. W tym celu pobrać po 50 cm³ roztworu soli zasady naftoelanowej badanej i wzorcowej przygotowanej wg 3.3.3.2.

Tablica 4

Komponent badany	Metoda klasyczna				Metoda ciągła			
	Wybarwienie jasne		Wybarwienie ciemne		Wybarwienie jasne		Wybarwienie ciemne	
	stężenie naftoelanu A w kąpiel napawającej g/dm ³	stężenie kąpeli wywołującej g/dm ³	stężenie naftoelanu A w kąpiel napawającej g/dm ³	stężenie kąpeli wywołującej g/dm ³	stężenie naftoelanu A w kąpiel napawającej g/dm ³	stężenie kąpeli wywołującej g/dm ³	stężenie naftoelanu A w kąpiel napawającej g/dm ³	stężenie kąpeli wywołującej g/dm ³
Zasada naftoelanowa	0,6	0,5	4,0	2,0	2,0	2,0	10,0	10,0
Sól błękitu naftoelanowego BT	0,5	1,5	1,5	5,0	1,0	3,0	5,0	15,0
Sól granatu naftoelanowego RT								
Pozostałe sole zasad naftoelanowych	0,6	2,5	4,0	10,0	2,0	6,0	10,0	30,0

umieścić w oddzielnych naczyniach wg 2.5a) i dopełnić wodą do 400 cm³.

W taki sam sposób przygotować kąpiele pobierając po 200 cm³ roztworu soli zasady naftoelanowej badanej i wzorcowej. W przypadku Soli błękitu naftoelanowego BT i Soli grantu naftoelanowego RT kąpiele sporządzić przez pobranie odpowiednio 30 cm³ i 100 cm³ roztworu wg 2.3.3.2, oraz dodanie do każdej kąpieli kwaśnego węgla sodowego w ilości 0,2 g dla wybarwień jasnych i 0,4 g dla wybarwień ciemnych. Stężenie otrzymanych roztworów zgodne z tabl. 4.

Dopuszcza się sporządzanie kąpieli wprost z odważek, biorąc do tego celu odpowiednio przeliczone ilości soli.

3.3.3.4. Wykonanie wybarwienia — wg 3.1.3.5, napawając po 2 próbki tkaniny w kąpielach wg 3.3.3.1 i wywołując w kąpielach wg 3.3.3.3.

3.3.4. Barwienie metodą ciągłą. Wybarwienie wykonać wg 3.1.4, napawając po 2 próbki tkaniny w roztworach sporządzonych z naftoelanu A wzorcowego o stężeniach wg tabl. 4 i wywołując w roztworach soli zasady naftoelanowej przygotowanych wg 3.3.3.2 o stężeniach wg tabl. 4.

3.3.5. Obróbka końcowa wybarwienia. Próbkę wybarwioną wg 3.3.3 lub 3.3.4 poddać końcowej obróbce wg 3.1.5.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-62/C-04710

- a) wprowadzono drugi sposób barwienia — sposób ciągły,
- b) uaktualniono asortyment naftoelanów, zasad naftoelanowych i soli zasad naftoelanowych.

Dotychczas obowiązująca PN-62/C-04710 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1976 r.

3. Normy związane

PN-68/C-77058 Przetwory tłuszczowe. Płatki i nitki mydlane