

BARWNIKI I PIGMENTY	NORMA BRANŻOWA		BN-79
	Nigrozyny		6044-16
	Metody badań		Grupa katalogowa X 29

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań nigrozyn wodnych, spirytusowych i tłuszczowych.

1.2. Rodzaje metod badań. W zależności od rodzaju nigrozyny wykonuje się badania oznaczone znakiem + wg tabl. 1.

Tablica 1

Rodzaje metod badań	Nigrozyny		
	wodne	spiry- tusowe	tłusz- czowe
1	2	3	4
a) Oznaczanie zawartości popiołu		+	+
b) Oznaczanie zawartości wody	+	+	+
c) Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie	+		
d) Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w alkoholu metylowym		+	
e) Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie oleinowym			+
f) Oznaczanie pozostałości na sicie		+	+
g) Oznaczanie pH		+	+
h) Oznaczanie koncentracji	+	+	+
i) Oznaczanie odcienia	+	+	+

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie zawartości popiołu — wg PN-76/C-04702.

2.2. Oznaczanie zawartości wody wykonać wg PN-76/C-04702, przy czym:

— nigrozyny wodne i spirytusowe — metodą suszenia w suszarce w temperaturze $80 \div 85^{\circ}\text{C}$; nigrozyny wodne suszyć w wysokim naczynku wagowym;

— nigrozyny tłuszczowe — metodą suszenia w eksykatorze.

2.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie — wg PN-76/C-04702.

2.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w alkoholu metylowym — wg PN-76/C-04702.

2.5. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie oleinowym

2.5.1. Odczynniki

a) Kwas oleinowy techniczny DF wg BN-74/6133-02.

b) Benzen cz.d.a.

2.5.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 3 g nigrozyny tłuszczowej, uprzednio wysuszonej wg 2.2 z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w zlewce pojemności 800 cm³, dodać 150 cm³ kwasu oleinowego i wymieszać. Ogrzewać w temperaturze 115°C w ciągu 15 min, następnie pozostawić do ostygnięcia do temperatury około 60°C , dodać 300 cm³ benzenu, wymieszać i ogrzać na łaźni wodnej do temperatury około 60°C , po czym przesączyć przez sączone ilościowy miękki typu VEB 388, wysuszony do stałej masy w temperaturze $60 \div 70^{\circ}\text{C}$ i zważony z dokładnością do 0,0002 g.

Pozostałość na sączku przemywać benzenem ogrzanym do temperatury około 50°C tak długo, aż krople przesączu umieszczone na szkiełku zegarkowym po odparowaniu przestaną wykazywać ślady kwasu oleinowego.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 7 marca 1979 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1980 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 11/1979 poz. 60)

Cena zł 3,60

Sączek z pozostałością suszyć w temperaturze $60 \div 70^\circ\text{C}$ do stałej masy i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość części nierozpuszczalnych w kwasie oleinowym (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

m_1 — masa sączka wraz z pozostałością po suszeniu, g,

m_2 — masa sączka, g,

m — odważka nigrozyny, g.

2.5.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 10% wyniku mniejszego.

2.6. Oznaczanie pozostałości na sicie

2.6.1. Oznaczanie pozostałości na sicie nigrozyn spirytusowych — wg PN-76/C-04702.

2.6.2. Oznaczanie pozostałości na sicie nigrozyn tłuszczowych — wg PN-71/C-04401 p. 2.4.3, odważając 10 g nigrozyny z dokładnością do 0,01 g oraz stosując sito wg PN-76/C-04702 p. 2.2a) wysuszone do stałej masy w temperaturze $50 \div 60^\circ\text{C}$ i zważone z dokładnością do 0,01 g.

Jako ciecz zwilżającą stosować 20 cm³ 2-procentowego roztworu Nekaliny S. Temperatura suszenia sita z pozostałością $50 \div 60^\circ\text{C}$.

Wodę przemylającą przepuszczać przez takie samo sito, jak sito do oznaczania.

2.7. Oznaczanie pH wykonać wg PN-76/C-04702, biorąc do sporządzenia zawiesiny 10 ÷ 15 cm³ wody.

2.8. Oznaczanie koncentracji

2.8.1. Wytyczne ogólne. W zależności od rodzaju nigrozyny i od wskazań w normie przedmiotowej, oznaczanie koncentracji wykonać jedną z metod:

a) nigrozyny wodne — metodą fotokolorymetryczną,

b) nigrozyny spirytusowe — metodą fotokolorymetryczną,

c) nigrozyny tłuszczowe — metodą barwienia kostki lub pasków bibuły.

2.8.2. Oznaczanie koncentracji nigrozyn wodnych

2.8.2.1. Zasada oznaczania. Przygotowuje się wykres krzywej wzorcowej, przedstawiający zależność ekstynkcji od stężenia roztworu nigrozyny wzorcowej. Następnie oznacza się ekstynkcję roztworu nigrozyny badanej i po odczytaniu z krzywej wzorcowej odpowiadającego stężenia, oblicza się koncentrację badanej nigrozyny.

2.8.2.2. Aparatura. Fotokolorymetr typu „Spekol” lub inny, o nie mniejszej czułości.

2.8.2.3. Przygotowanie roztworów podstawowych. Odważyć 0,1 g z dokładnością do 0,0001 g rozdrobnionej nigrozyny wzorcowej, umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, dodać 150 cm³ wody i ogrzewać na łaźni wodnej do całkowitego rozpuszczenia się nigrozyny (około 10 min). Roztwór ochłodzić do temperatury pokojowej, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór podstawowy A).

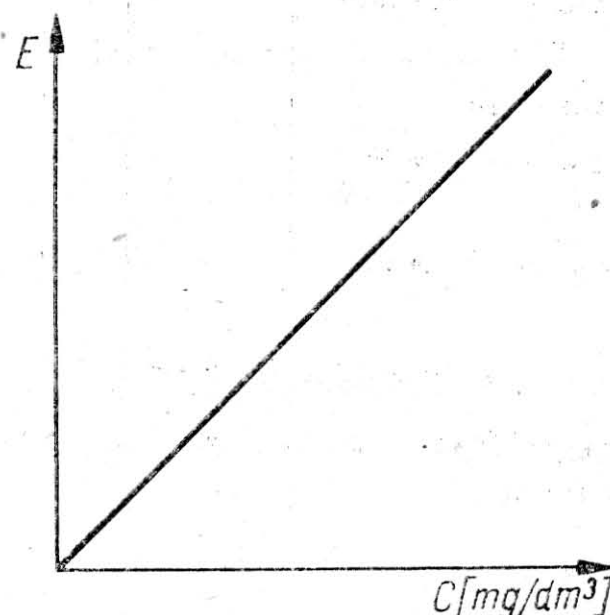
W analogiczny sposób przygotować roztwór podstawowy z nigrozyny badanej.

2.8.2.4. Wykonanie krzywej wzorcowej. Do kolb pomiarowych pojemności 200 cm³ odmierzyć kolejno: 2, 5, 10, 15, 18 i 20 cm³ roztworu podstawowego sporządzonego wg 2.8.2.3 z nigrozyny wzorcowej, zawartość każdej kolby uzupełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwory B).

Zmierzyć ekstynkcję roztworów na fotokolorymetrze wg 2.8.2.2, przy długości fali 570 nm. Pomiar wykonać przy użyciu kufy o tak dobranej grubości, aby ekstynkcja mieściła się w obszarze 0,40 ÷ 0,80 E. Wyniki pomiarów zapisać jak w tabl. 2, a następnie sporządzić wykres krzywej wzorcowej (rysunek) odkładając na osi rzędnych zmierzone wartości ekstynkcji (E), zaś na osi odciętych — stężenia (C) roztworów B.

Tablica 2

Objętość roztworu nigrozyny wzorcowej cm ³	Stężenie roztworu nigrozyny wzorcowej mg/dm ³	Ekstynkcja E
1	2	3
2	5,0	
5	12,0	
10	25,0	
15	37,5	
18	45,0	
20	50,0	



BN-79/6044-16

Wykres krzywej wzorcowej

2.8.2.5. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³ odmierzyć 15 cm³ podstawowego roztworu nigrozyny badanej, przygotowanej wg 2.8.2.3, uzupełnić wodą do kreski

• dokładnie wymieszać. Oznaczyć ekstynkcję tego roztworu przy długości fali o grubości kuwety wg 2.8.2.4. Dla zmierzonej ekstynkcji odczytać z krzywej wzorcowej odpowiadające stężenie roztworu nigrozyny badanej.

Koncentrację nigrozyny badanej (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{C \cdot 100}{37,5} \quad (2)$$

w którym:

C — stężenie roztworu nigrozyny badanej, odczytane z wykresu, mg/dm³,

37,5 — stężenie nigrozyny wzorcowej w roztworze podstawowym, mg/dm³.

2.8.3. Oznaczanie koncentracji nigrozyn spirytusowych wykonać wg 2.8.2, stosując do rozpuszczania nigrozyny alkohol etylowy bezwodny, temperaturę rozpuszczania $40 \pm 50^\circ\text{C}$ i czas rozpuszczania około 10 min.

2.8.4. Oznaczanie koncentracji nigrozyn tłuszczowych. W zależności od wskazań w normie przedmiotowej, oznaczanie wykonuje się jedną z następujących metod:

a) metodą barwienia kostki wg BN-77/6044-15 p. 2.8.2,

b) metodą barwienia pasków bibuły wg BN-77/6044-15 p. 2.8.3.

2.9. Oznaczanie odcienia

2.9.1. Oznaczanie odcienia nigrozyn wodnych.

Ilość badanej nigrozyny odpowiadającą 1 g nigrozyny wzorcowej obliczoną wg 2.8.2 odważyć z dokładnością do 0,0002 g i przenieść do zlewki zawierającej 400 cm³ wody. Zlewkę z zawartością ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez około 10 min, ostudzić, po czym roztwór przenieść ilo-

ściowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

W taki sam sposób przygotować roztwór z 1 g nigrozyny wzorcowej.

Po 100 cm³ każdego z roztworów przenieść do zlewki pojemności 200 cm³, o jednakowej wysokości i do każdej z nich zanurzyć równocześnie na 30 s po jednym pasku bibuły filtracyjnej o wymiarach 20×4 cm.

Zabarwione paski zawiesić w pozycji pionowej i wysuszyć w temperaturze pokojowej w miejscu zaciemnionym.

Odcień zabarwienia obu pasków bibuły porównać gołym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenia do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

W przypadku niezgodności odcienia, podać słowną charakterystykę tej niezgodności, np. bardziej niebieska, bardziej czerwona.

2.9.2. Oznaczanie odcienia nigrozyn spirytusowych. Oznaczanie wykonać wg 2.9.1, biorąc do przygotowania roztworów 0,25 g nigrozyny wzorcowej i odpowiadającą jej pod względem intensywności (wg 2.8.3) ilość nigrozyny badanej, 200 cm³ alkoholu etylowego bezwodnego i stosując temperaturę ogrzewania około 40°C .

Ostudzone roztwory przenieść do kolb pomiarowych pojemności 250 cm³ i dopełnić do kreski alkoholem etylowym bezwodnym.

2.9.3. Oznaczanie odcienia nigrozyn tłuszczowych wykonać przez porównanie kostek stearynowo-parafinowych lub pasków bibuły, zabarwionych wg 2.8.4 nigrozyną badaną i wzorcową o zgodnej intensywności barwy. Porównanie przeprowadzić i wynik podać wg 2.9.1.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-69/C-04720. Poszerzono zestaw badań nigrozyn spirytusowych o oznaczanie zawartości popiołu.

Dotychczas obowiązująca PN-69/C-04720 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1980 r.

3. Normy związane

PN-71/C-04401 Pigmenty. Ogólne metody badań
PN-76/C-04702 Barwniki. Ogólne metody badań
PN-68/N-02310 Iluminaty i źródła sztucznego światła dziennego

BN-77/6044-15 Barwniki tłuszczowe. Metody badań
BN-74/6133-02 Kwas oleinowy techniczny (oleina)

4. Autor projektu normy — inż. Irena Sekuła — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA, Zgierz.