

BARWNIKI I PIGMENTY	NORMA BRANŻOWA	BN-79
	Barwniki poloksalowe Metody badań	6044-01
		Zamiast BN-64/6044-01
		Grupa katalogowa X 29

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań barwników poloksalowych stosowanych do barwienia anodowego aluminium i jego stopów.

1.2. Rodzaje badań

- oznaczanie rozpuszczalności w wodzie,
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie,
- oznaczanie koncentracji,
- oznaczanie odcienia,
- oznaczanie trwałości na zmywanie w temperaturze 80°C,
- oznaczanie trwałości na temperaturę 200°C,
- oznaczanie trwałości na światło.

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie rozpuszczalności w wodzie wykonać wg BN-74/6044-14.

2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie wykonać wg PN-76/C-04702.

2.3. Oznaczanie koncentracji

2.3.1. Aparatura

- Fotokolorymetr typu „Spekol” lub inny o nie mniejszej czułości.
- Pehametr.

2.3.2. Odczynniki i roztwory

- Amoniak cz., roztwór 1N.
- Kwas octowy cz., roztwór 1N.

2.3.3. Przygotowanie roztworów podstawowych. Odważyć ściśle 0,100 g barwnika wzorcowego, umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, dodać 150 cm³ wody, ogrzać do wrzenia i utrzymywać w tej temperaturze w ciągu 3 min. Następnie roztwór pozostawić do ostygnięcia do temperatury pokojowej, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwór podstawowy A). Oznaczyć potencjometrycznie pH tego roztworu. W

analogiczny sposób odważyć i rozpuścić barwnik badany, przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³, dodać wody do około 190 cm³ i potencjometrycznie sprawdzić pH tego roztworu. Jeżeli różni się od pH roztworu podstawowego A, przygotowanego z barwnika wzorcowego, doprowadzić do jednakowej wartości za pomocą roztworu kwasu octowego lub amoniaku. Następnie zawartość kolby dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

2.3.4. Wykonanie krzywej wzorcowej. Do 6 kolb pomiarowych pojemności 200 cm³ odmierzyć kolejno 20, 18, 15, 10, 5 i 2 cm³ roztworu podstawowego A, sporządzonego z barwnika wzorcowego wg 2.3.3, zawartość kolb uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwory B). Zmierzyć ekstynkcję tych roztworów na fotokolorymetrze wg 2.3.1a).

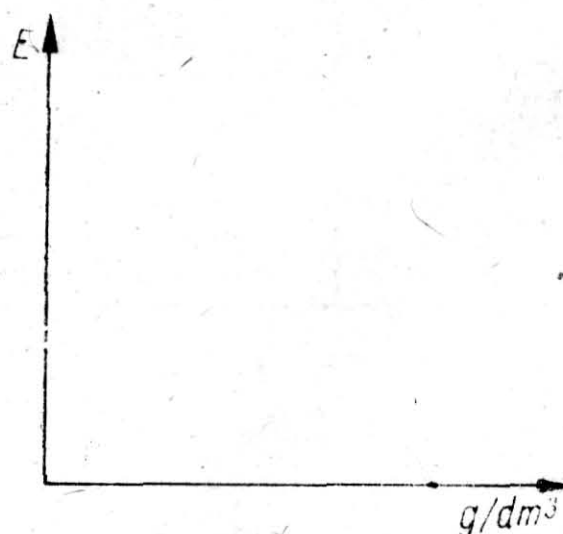
Pomiary wykonać przy użyciu kuwety o takiej grubości warstwy, która umożliwia uzyskanie najwyższej czułości przy pomiarze ekstynkcji roztworu B sporządzonego z 15 cm³ roztworu A.

Wyniki pomiarów zapisać jak w tabl. 1, a następnie sporządzić wykres krzywej wzorcowej (rys. 1), odkładając na osi odciętych stężenia roztworów B, zaś na osi rzędnych — zmierzone wartości ekstynkcji (E).

Tablica 1

Ilość roztworu A barwnika wzorcowego wzięta do sporządzenia roztworu B cm ³	Stężenie roztworu B barwnika wzorcowego g/dm ³	Ekstynkcja E
1	2	3
20	0,05	
18	0,045	
15	0,0375	
10	0,025	
5	0,0125	
2	0,005	

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
dnia 26 lutego 1979 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1979 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 11/1979 poz. 60)



Rys. 1

2.3.5. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³ odmierzyć 15 cm³ roztworu podstawowego A, sporządzonego z barwnika badanego wg 2.3.3, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Zmierzyć ekstynkcję tego roztworu przy długości fali i grubości kuwety jak w 2.3.4. Dla oznaczonej ekstynkcji odczytać z krzywej wzorcowej stężenie roztworu barwnika badanego.

Koncentrację barwnika badanego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{C}{0,0375} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

C — stężenie roztworu B barwnika badanego odczytane z wykresu, g/dm³,

0,0375 — stężenie roztworu B barwnika wzorcowego sporządzonego z 15 cm³ roztworu podstawowego A, g/dm³.

2.4. Oznaczanie odcienia

2.4.1. Zasada oznaczania. Płytki aluminiowe odłuszcza się, poleruje i poddaje anodowaniu. Następnie barwi się je barwnikiem badanym i wzorcowym, uszczelnia zabarwione powłoki i porównuje odcień otrzymanych wybarwień.

2.4.2. Urządzenie do anodowania płytek aluminium (rys. 2) składające się z:

a) naczynia szklanego 1 o wymiarach podstawy 500 × 400 mm i wysokości co najmniej 100 mm;
b) węzownicy szklanej do przepływu wody chłodzącej 2;

c) dwóch prętów miedzianych 3 zamocowanych na stałe do dłuższych ścianek naczynia; pręty połączone są przewodami 4 ze sobą i ze źródłem prądu i mają gniazda do umocowania katod;

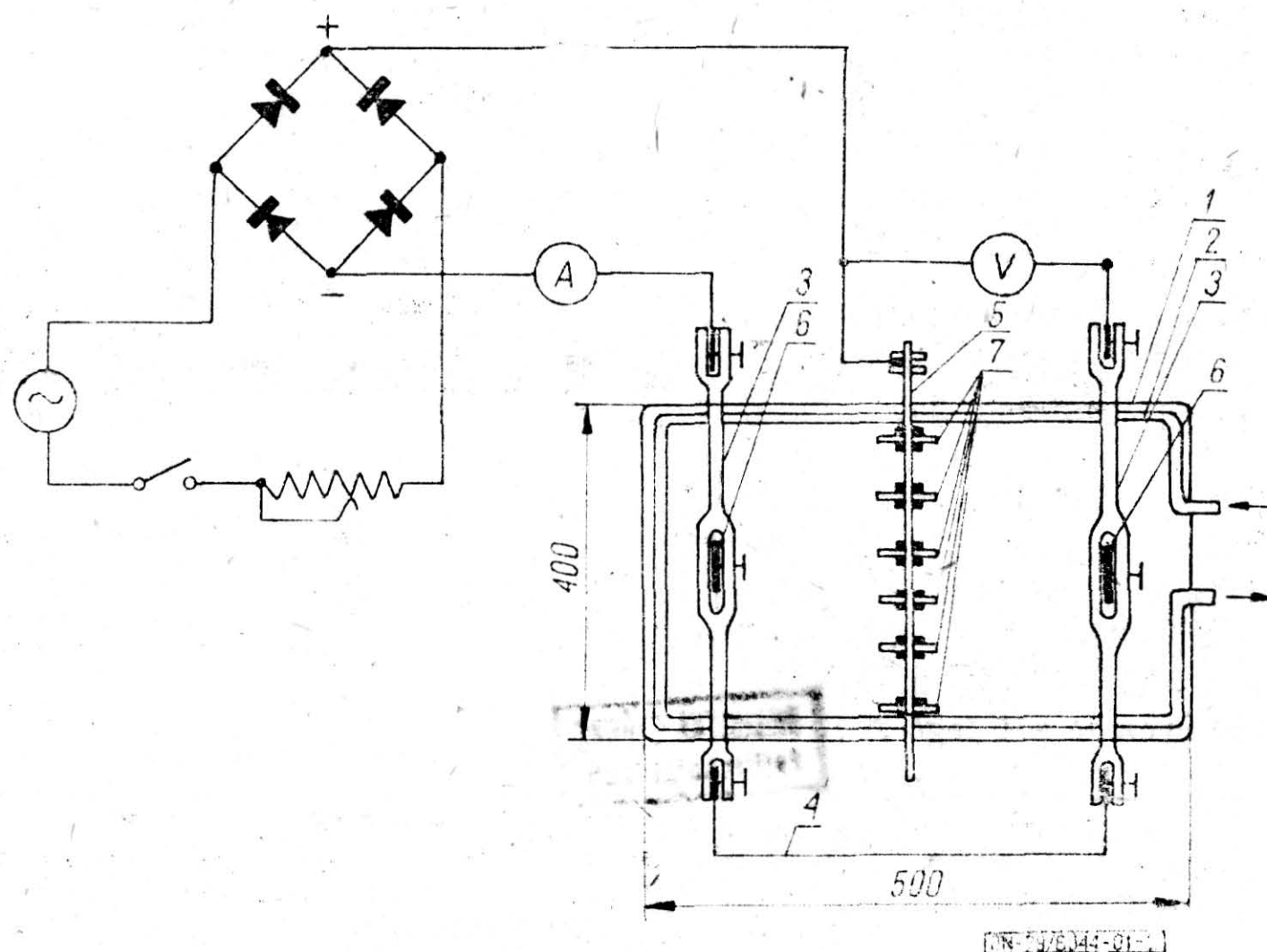
d) katody 6 z blachy ołowianej o grubości 1,5 mm o wymiarach 40 × 100 mm;

e) źródła prądu stałego lub wyprostowanego — prostownik selenowy — prąd ładowania 10 A, napięcia do 18 V;

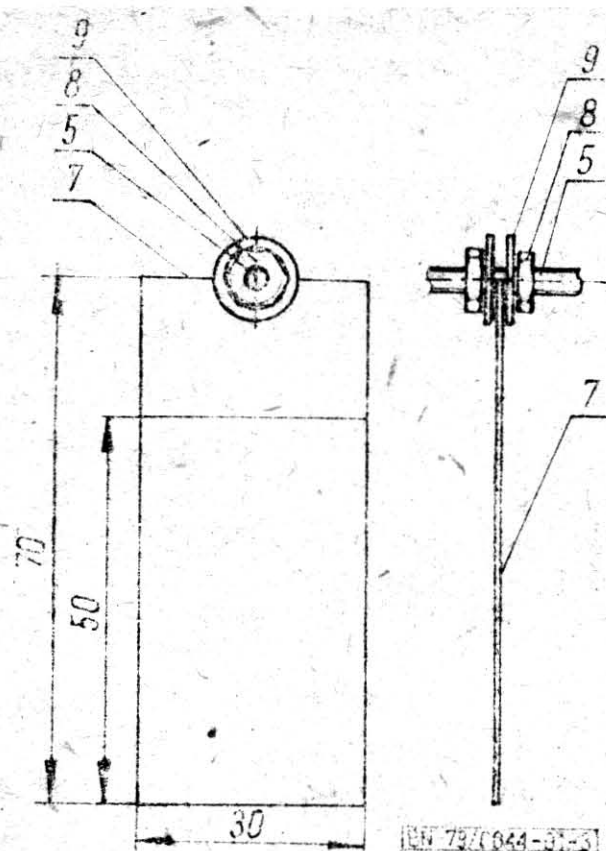
f) miernika natężenia prądu o zakresie pomiaru do 15 A i miernika napięcia prądu o zakresie pomiaru do 30 V;

g) opornika suwakowego około 10 Ω i 10 A;

h) anody składającej się z nagwintowanego pręta miedzianego 5, do którego umocowane są za pomocą nakrętek płytki aluminiowe 7 przeznaczone do anodowania i doprowadzony przewód



Rys. 2



Rys. 3

łączący ze źródłem prądu; sposób umocowania płytek — wg rys. 3;

należy mocno skrócić nakrętki 8, aby zapewnić dobre przewodnictwo elektryczne; umocowanie płytek ułatwiają podkładki mosiężne lub miedziane 9.

2.4.3. Odczynniki, roztwory i materiały

- Amoniak cz., roztwór 1N.
- Czterochlorek węgla.
- Kwas azotowy (1,16) cz.
- Kwas borowy cz.
- Kwas octowy cz., roztwór 1N.
- Kwas ortofosforowy (1,7) cz.
- Kwas siarkowy (1,84) cz., oraz roztwór 20-procentowy (1,14).
- Octan kobaltawy $(\text{CH}_3\text{COO})_2 \text{Co} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, cz.
- Octan niklawy $(\text{CH}_3\text{COO})_2 \text{Ni} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, cz.
- Ortofosforan trójsodowy, cz.
- Siarczan żelazowy bezwodny, cz.
- Szkło wodne.
- Węglan sodowy bezwodny, cz.

m) Płytki z aluminium Al 99,7 o wymiarach 70×30 mm i grubości 1 mm (cecha AL₁). Każdą płytkę należy zarysować w sposób widoczny, na wysokości 5 cm od krawędzi (wg rys. 3). Przez cały czas oznaczania nie należy dotykać palcami zaznaczonej (większej) części płytki.

2.4.4. Odtłuszczenie płytek. Część zaznaczoną płytek aluminiowych (wg 2.4.3m) zanurzyć w czterochloroku węgla o temperaturze około 40°C , na 5 min, dobrze mieszając i uważając, aby płytki nie dotykały się nawzajem ani też do ścianek i dna zlewki.

Następnie płytki wyjąć i umieścić na bibule do sączenia w celu ich wysuszenia.

Sporządzić kąpiel do odtłuszczania o składzie w % wag.:

- 4,5 węglanu sodowego,
- 4,5 ortofosforanu trójsodowego,
- 2,5 szkła wodnego,
- 88,5 wody.

Kąpiel podgrzać do temperatury $55 \div 65^\circ\text{C}$, po czym zanurzyć w niej zaznaczone części płytek na około 6 min. Następnie płytki płukać najpierw w wodzie o temperaturze $55 \div 65^\circ\text{C}$, a następnie pod strumieniem wody bieżącej.

2.4.5. Polerowanie płytek. Sporządzić kąpiel o składzie w % wag.:

- 79,0 kwasu ortofosforowego,
- 12,5 kwasu siarkowego (1,84),
- 6,5 kwasu azotowego,
- 0,5 siarczanu żelazowego,
- 1,5 wody.

Mieszaninę pozostawić na około 24 h, po czym ogrzać do temperatury $85 \div 95^\circ\text{C}$ i zanurzyć w niej na 2 ÷ 4 min odtłuszczone płytki. Po tym czasie płytki płukać najpierw w wodzie o temperaturze $85 \div 95^\circ\text{C}$, a następnie pod strumieniem bieżącej wody.

2.4.6. Anodowanie. 2 płytki aluminiowe, przygotowane wg 2.4.4 i 2.4.5, umieścić w urządzeniu do anodowania, mocno zaciskając nakrętki (rys. 3) przy użyciu klucza. Naczynie szklane urządzenia napęlnić 20-procentowym roztworem kwasu siarkowego o temperaturze $18 \div 20^\circ\text{C}$, tak aby poziom roztworu sięgał do zarysowanego uprzednio miejsca w płytkach. W gniazdach połączonych z biegunem ujemnym umieścić katody ołowiane 6. Włączyć prąd i przez odpowiednie ustawienie opornika suwakowego doprowadzić jego natężenie (I) do wielkości obliczonej wg wzoru

$$I = 1,5 \cdot S \quad (2)$$

w którym:

- 1,5 — wymagana gęstość prądu, A/dm²,
- S — powierzchnia obu stron zanurzonych w elektrolicie części płytek aluminiowych.

Anodowanie prowadzić w czasie zgodnym z tabl. 2, utrzymując temperaturę elektrolitu w granicach $18 \div 20^\circ\text{C}$ za pomocą regulacji szybkości przepływu wody w węzownicy chłodzącej.

Po zakończeniu anodowania wyłączyć prąd, wyjąć płytki, płukać je starannie w bieżącej wodzie, potem zanurzyć na około 30 s w 1-procentowym roztworze amoniaku i ponownie płukać w bieżącej wodzie.

2.4.7. Barwienie. Ilość badanego barwnika zgodną z tabl. 2, kol. 4 odważyć z dokładnością do 0,001 g, umieścić w zlewce pojemności 600 cm³, dodać 500 cm³ wrzącej wody, po czym utrzymać w stanie wrzenia około 3 min, od czasu do czasu mieszając. Następnie roztwór pozostawić do

Tablica 2

Lp.	Nazwa barwnika	Czas anodowania min	Stężenie barwnika w kąpielii barwiącej g/dm ³	pH kąpielii barwiącej	Temperatura barwienia
1	2	3	4	5	6
1	Żółcień poloksalowa 2GL	35	3,0	4,0 ÷ 4,5	65 ÷ 70
2	Żółcień poloksalowa GL	35	2,0	4,8 ÷ 5,3	65 ÷ 70
3	Oranż poloksalowy RL	35	2,0	5,0 ÷ 6,0	60 ÷ 65
4	Oranż poloksalowy RO	35	2,0	4,0 ÷ 4,5	60 ÷ 65
5	Brunat poloksalowy 3GL	35	4,0	5,2 ÷ 5,8	62 ÷ 67
6	Brunat poloksalowy 2R	35	3,0	4,5 ÷ 5,0	65 ÷ 70
7	Czerwień poloksalowa 2G	35	2,0	5,0 ÷ 5,5	60 ÷ 65
8	Czerwień poloksalowa 4B	35	2,0	4,5 ÷ 5,5	60 ÷ 65
9	Róż poloksalowy 2BL	35	2,0	5,2 ÷ 5,8	60 ÷ 65
10	Fiolet poloksalowy 6B	35	2,0	5,8 ÷ 6,3	65 ÷ 70
11	Błękit turkusowy po- lokosalowy GLL	35	3,0	7,0 ÷ 7,5	55 ÷ 60
12	Zieleń poloksalowa GL	35	3,0	4,5 ÷ 5,5	65 ÷ 70
13	Zieleń poloksalowa 2BL	35	3,0	4,5 ÷ 5,5	65 ÷ 70
14	Czerń poloksalowa RLL	25	3,6	7,0 ÷ 7,5	70 ÷ 75
15	Czerń poloksalowa BL	25	7,0	4,5 ÷ 5,0	62 ÷ 67

ostygnięcia do temperatury pokojowej, przesa-
czyć, przelać do kolby pomiarowej pojemności
1 dm³ i dopełnić wodą do kreski.

W taki sam sposób przygotować roztwór barw-
nika wzorcowego. Do zlewki pojemności 250 cm³
wprowadzić 150 cm³ roztworu barwnika badane-
go, do drugiej takiej samej zlewki 250 cm³ roz-
tworu barwnika wzorcowego, doprowadzić pH obu
kąpielii do wartości zgodnej z tabl. 2, kol. 5 za po-
mocą kwasu octowego lub amoniaku. Wartość
pH sprawdzić potencjometrycznie. Następnie roz-
twory ogrzewać na łaźni wodnej do temperatury
zgodnej z tabl. 2 kol. 6, po czym zanurzyć w każ-
dej kąpielii po 1 płytce anodowanego aluminium.
Barwienie prowadzić 35 min, w temperaturze
zgodnej z tabl. 2 kol. 6, po czym płytki wyjąć,
płukać w strumieniu bieżącej wody i suszyć w
suszarce w temperaturze 80 ÷ 95°C w ciągu 10
min. Barwione płytki poddać uszczelnieniu.

2.4.8. Uszczelnianie powłok barwionych płytek.
5,5 g octanu niklawego, 1,0 g octanu kobaltowego
i 8 g kwasu borowego odważyć z dokładnością do
0,01 g, umieścić w kolbie pomiarowej pojemności
1 dm³ i rozpuścić w około 800 cm³ wody. pH roz-
tworu doprowadzić roztworem kwasu octowego
do 5,5, sprawdzając jego wartość potencjome-

trycznie. Następnie roztwór dopełnić wodą do
1000 cm³.

500 cm³ tego roztworu przenieść do zlewki po-
jemności 1 dm³, ogrzać do wrzenia i zanurzyć w
niej płytki aluminiowe wybarwione barwnikiem
badanym i wzorcowym wg 2.4.7. Płytki pozosta-
wić w kąpielii przez 20 ÷ 25 min, utrzymując
przez pierwsze 10 ÷ 15 min temperaturę bliską
wrzenia, a potem temperaturę wrzenia. Przez ca-
ły czas należy utrzymywać pH kąpielii w grani-
cach 5,0 ÷ 6,5. W przypadku konieczności kory-
gować pH kąpielii za pomocą roztworu kwasu oc-
towego lub amoniaku. Następnie płytki wyjąć,
płukać w strumieniu bieżącej wody i suszyć na
powietrzu.

Płytki oczyścić z nadmiaru osadzonego na nich
barwnika przez lekkie polerowanie powierzchni
za pomocą wolnobieżnej tarczy z miękkiego filcu.

2.4.9. Ocena wyniku. Odcień badanego barw-
nika ocenić przez porównanie płytek wybarwio-
nych barwnikiem badanym i wzorcowym.

Porównanie wykonać gołym okiem w rozpro-
szonym świetle dziennym lub stosując urządzenie
do otrzymywania sztucznego światła dziennego
wg PN-68/N-02310. W przypadku niezgodności
odcienia podać charakterystykę słowną tej nie-

zgodności, np. bardziej żółty, bardziej czerwony, przytłumiony.

2.5. Oznaczanie trwałości na zmywanie w temperaturze 80°C

2.5.1. Roztwory. Płatki mydlane wg PN-68/C-77058, roztwór 5 g/dm³.

2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2 płytki aluminiowe wg 2.4.3m) wybarwić barwnikiem badanym (w stężeniu zgodnym z tabl. 2) oraz uszczelnić wg 2.4.8.

W zlewce pojemności 250 cm³ umieścić 200 cm³ roztworu płatków mydlanych i ogrzać do temperatury 80 ± 2°C. W roztworze tym umieścić jedną z płytek obciętą wzdłuż linii zaznaczonej (zgodnie z rys. 3) i pozostawić na 30 min, utrzymując przez cały czas tę samą temperaturę kąpieli.

Następnie płytkę wyjąć, wypłukać w zimnej bieżącej wodzie i wysuszyć na powietrzu. Porównać zabarwienie płytek aluminiowych traktowa-

nej i nietraktowanej roztworem płatków mydlanych. Porównanie przeprowadzić gołym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310. Różnicę zabarwienia określić pomoc szarej skali wg PN-63/P-04906. Wynik podać w stopniach.

2.6. Oznaczanie trwałości na temperaturę 200°C. Przygotować 2 płytki aluminiowe wg 2.5. Jedną z nich umieścić w suszarce w temperaturze 200 ± 5°C na 6 h, po czym wyjąć i pozostawić do ostygnięcia. Porównać zabarwienie próbek aluminiowych — poddanej i niepoddanej działaniu temperatury. Porównanie wykonać i wynik określić jak w 2.5.

2.7. Oznaczanie trwałości na światło sztuczne wykonać wg PN-68/P-04943 lub na światło dzienne — wg PN-63/P-04909 na płytkach aluminiowych wybarwionych jak w 2.5.

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-64/6044-01

- a) uaktualniono asortyment barwników poloksalowych,
- b) zmieniono sposób anodowania płytek aluminiowych przy oznaczaniu odcienia barwników.

3. Normy związane

PN-76/C-04702 Barwniki. Ogólne metody badań

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

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

PN-63/P-04906 Metody badań wyrobów włókienniczych. Szara skala do oceny zmiany barwy

PN-63/P-04909 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na światło dzienne

PN-68/P-04943 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na światło sztuczne

BN-74/6044-14 Barwniki. Oznaczanie rozpuszczalności w wodzie

4. Autorzy projektu normy — mgr Hanna Bernard i mgr Tomasz Stańczyk — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA.