

BARWNIKI I PIGMENTY	N O R M A B R A N Ż O W A	
	Pigmenty organiczne do wyrobów lakierowych	
	Metody badań	
	BN-79 6047-15	
		29
	Grupa katalogowa X-19	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań pigmentów organicznych w postaci proszków stosowanych jako składniki barwiące do wyrobów lakierowych.

1.2. Rodzaje badań

- a) oznaczanie intensywności barwy (zdolności barwienia),
- b) oznaczanie odcienia i czystości barwy,
- c) oznaczanie ucieralności,
- d) oznaczanie gęstości,
- e) oznaczanie powierzchni właściwej,
- f) oznaczanie objętości nasypowej pigmentu,
- g) oznaczanie pozostałości na sicie przy użyciu wody,
- h) oznaczanie wilgotności,
- i) oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w wodzie na gorąco,
- j) oznaczanie liczby olejowej,
- k) oznaczanie pH zawiesiny wodnej,
- l) oznaczanie krycia ilościowego,
- l) oznaczanie trwałości na wodę,
- m) oznaczanie trwałości na rozpuszczalniki organiczne,
- n) oznaczanie trwałości na olej lniany,
- o) oznaczanie trwałości na plastyfikatory,
- p) oznaczanie trwałości na kwas solny,
- r) oznaczanie trwałości na wodorotlenek sodowy i węglan sodowy,
- s) oznaczanie trwałości na wapno,
- t) oznaczanie trwałości na migrację,
- u) oznaczanie trwałości na temperaturę,
- w) oznaczanie trwałości na światło.

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie intensywności barwy

2.1.1. Przyrządy i materiały

- a) Automatyczny młynek tarczowy, np. Engelsmana lub inny o podobnym działaniu.
- b) Bezbarwne płytki szklane o wymiarach 50×140×2 mm lub szkiełka przedmiotowe.
- c) Szpachelka stalowa lub z tworzywa sztucznego o elastycznym ostrzu.
- d) Urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

e) Biureta pojemności 25 lub 50 cm³.

f) Szara skala do oceny zmiany barwy wg PN-63/P-04906.

g) Biel tytanowa (dwutlenek tytanu) o zawartości TiO₂ minimum 96%, typu Rutil o współczynniku remisji minimum 85% lub biel cynkowa wg PN-72/C-81015.

h) Olej lniany bielony wg BN-74/6132-07.

2.1.2. Przygotowanie pasty do wymalowań. Pastę do wymalowań przygotować w następujący sposób: 0,05 g badanego pigmentu odważonego z dokładnością do 0,0002 g, 2 g bieli odważonej z dokładnością do 0,01 g i ilości (cm³) oleju lnianego określona dla każdej marki w normie przedmiotowej, wymieszać szpachelką na dolnej płycie aparatu, a następnie całość ucierać bez obciążenia trzykrotnie, po 50 obrotów. Po każdym ucieraniu pastę zebrać szpachelką, a następnie rozprzawdzić na powierzchni płyty ucierającej.

W identyczny sposób sporządzić pastę z pigmentu wzorcowego.

2.1.3. Wykonanie wymalowań. Przygotowane pasty pigmentu badanego i wzorcowego wg 2.1.2 nanieść za pomocą szpachelki na płytkę szklaną wg 2.1.1b), w postaci warstwy o grubości około 3 mm w taki sposób, aby powstała między nimi ostra linia graniczna. Odwrócić płytkę z naniesionymi pastami z pigmentem badanym i wzorcowym i porównać intensywność barwy obu wymalowań nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

W przypadku gdy intensywność wymalowań badanym pigmentem różni się od intensywności wymalowań wzorcowym pigmentem, oznaczanie należy powtórzyć biorąc o 5, 10, 15% itd. mniej lub więcej bieli, aż do uzyskania zgodnej intensywności barwy wymalowań.

Intensywność barwy (X) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m — masa bieli użytej do przygotowania pasty z pigmentem badanym, g,

*m*₁ — masa bieli użytej do przygotowania pasty z pigmentem wzorcowym, g.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 20 listopada 1979 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1980 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1980 poz. 3)

2.1.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 5% wyniku mniejszego.

2.2. Oznaczanie odcienia i czystości barwy. Płytkę z nałożonymi warstwami past z pigmentem badanym i wzorcowym o zgodnej intensywności barwy przygotowyną wg 2.1.3, stosując dla pasty wzorcowej 0,2 g pigmentu wzorcowego i 2 g bieli, odwrócić i porównać odcień obu wymalowań nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

Stopień niezgodności określić za pomocą szarej skali do oceny zmiany barwy wg PN-63/P-04906.

W przypadku stwierdzenia niezgodności odcienia określić słownie tę niezgodność, np. bardziej żółty, bardziej czerwony, a niezgodność czystości barwy określić, np. bardziej nasyczona, czysta, brudna.

2.3. Oznaczanie ucieralności — wg BN-79/6046-17.

2.4. Oznaczanie gęstości — wg PN-71/C-04401.

2.5. Oznaczanie powierzchni właściwej — wg PN-68/C-04422, stosując gaz nośny — wodór i gaz pochłaniany — argon.

2.6. Oznaczanie objętości nasypowej — wg PN-71/C-04401, biorąc do oznaczania 2 g pigmentu.

2.7. Oznaczanie pozostałości na sicie przy użyciu wody wg PN-71/C-04401, biorąc do oznaczania 5 g pigmentu.

2.8. Oznaczanie wilgotności — wg PN-71/C-04401.

2.9. Oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w wodzie na gorąco — wg PN-71/C-04401, biorąc do oznaczania 2,5 g pigmentu.

2.10. Oznaczanie liczby olejowej — wg PN-71/C-04401.

2.11. Oznaczanie pH zawiesiny wodnej — wg PN-71/C-04401, biorąc do oznaczania 1 g pigmentu.

2.12. Oznaczanie krycia ilościowego — wg BN-78/7469-36.

2.13. Oznaczanie trwałości na wodę — wg PN-71/C-04401.

2.14. Oznaczanie trwałości na rozpuszczalniki organiczne wykonać wg 2.13, stosując zamiast wody rozpuszczalnik organiczny, określony w normie przedmiotowej.

2.15. Oznaczanie trwałości na olej lniany — wg PN-71/C-04401.

2.16. Oznaczanie trwałości na plastyfikatory — wg 2.15, stosując zamiast oleju lnianego plastifikator określony w normie przedmiotowej.

2.17. Oznaczanie trwałości na kwas solny — wg PN-71/C-04401 p. 2.11, stosując zamiast wody 5-procentowy roztwór kwasu solnego (1,19).

2.18. Oznaczanie trwałości na wodorotlenek sodowy i węglan sodowy — wg PN-71/C-04401 p. 2.11, stosując zamiast wody 1-procentowy roztwór wodorotlenku sodowego cz. i 10-procentowy roztwór węglanu sodowego.

2.19. Oznaczanie trwałości na wapno — wg PN-66/C-04402.

2.20. Oznaczanie trwałości na migrację

2.20.1. Zasada oznaczania. Trwałość na migrację określić przez badanie trwałości na krwawienie i wykwitanie pigmentów z modelowych powłok lakierowych.

2.20.2. Oznaczanie trwałości na krwawienie

2.20.2.1. Zasada oznaczania. polega na określeniu zmiany zabarwienia warstwy białej emalii naniesionej na powłokę lakierową, zawierającą badany pigment i oceny wg szarej skali do oceny zabrudzenia bieli.

2.20.2.2. Przyrządy

a) Urządzenie do dyspergowania pigmentów w spoiwie np. młynek tarczowy, kulowy lub inny.

b) Płytki szklane lub metalowe o wymiarach 35×90 mm przygotowane wg PN-74/C-81513.

c) Pędzelek z miękkiego włosa o szerokości u nasady 20 mm i długości włosa 30÷40 mm.

d) Szara skala do oceny stopnia zabrudzenia bieli wg PN-63/P-04907.

2.20.2.3. Materiały

a) Spoiwo ftalowo-melaminowe do emalii piecowych o składzie: 67 cz.wag. żywicy ftalowej — Ftalak R 45, X=50 wg BN-74/6111-09, 23 cz.wag. żywicy melaminowej — Melolak R typ II wg BN-78/6111-03, 10 cz.wag. ksyłenu technicznego.

b) Emalia syntetyczna piecowa biała o symbolu 3461-364-010 wg BN-79/6115-24.

c) Emalia nitrocelulozowa biała o symbolu 4161-000-010 wg BN-74/6115-66.

d) Rozpuszczalnik do wyrobów piecowych o składzie: 85 cz.wag. ksyłenu technicznego, 15 cz.wag. *n*-butanolu technicznego.

e) Spoiwo do emalii nitrocelulozowych o składzie: 16,2 cz.wag. żywicy Ftalak R-39, X=50 wg BN-74/6111-09, 5,9 cz.wag. żywicy Polomal MA-56 wg BN-66/6111-08, 1,7 cz.wag. oleju rycynowego dmuchanego o lepkości 250 wg kubka Forda 4, 15,2 cz.wag. ftalanu dwubutyłowego technicznego, 11,0 cz.wag. ksyłenu technicznego.

f) Roztwór nitrocelulozy do emalii nitrocelulozowych o składzie: 16,3 cz.wag. nitrocelulozy BK₂Z, 9,8 cz.wag. octanu etylowego technicznego, 9,8 cz.wag. octanu butylowego technicznego, 1,5 cz.wag. *n*-butanolu technicznego, 12,5 cz.wag. toluenu technicznego.

g) Rozpuszczalnik do wyrobów nitrocelulozowych o składzie: 50 cz.wag. ksyłenu technicznego, 25 cz.wag. octanu etylowego technicznego, 25 cz. wag. octanu butylowego technicznego.

h) Biel tytanowa lub cynkowa wg 2.1.1g).

i) Pigmenty wykazujące trwałość minimum 3 na: — rozpuszczalniki aromatyczne do wyrobów piecowych,

— aceton, octany i alkohole do wyrobów nitrocelulozowych.

2.20.2.4. Przygotowanie emalii piecowych. Składniki w proporcjach podanych w tabl. 1 utrzyć w urządzeniu

dyspergującym do stopnia utarcia co najmniej 20 μm wg BN-78/6110-09.

Tablica 1

Skład emalii	Ilość poszczególnych składników, %		
	emalia A	emalia B	emalia C
	w pełnym tonie	rozbielona 1:10	rozbielona 1:100
Spoiwo ftalowo-melaminowe	100	100	100
Pigment	6	3,2	0,4
Biel tytanowa lub cynkowa	–	32	40

2.20.2.5. Przygotowanie powłok z emali piecowych. Z każdej emalii przygotowanej zgodnie z 2.20.2.4. wykonać na płytkach wg PN-70/C-81514, 9 wymalowań o grubości 40÷80 μm za pomocą aplikatora szczelinowego, z tym że 3 płytki przeznaczone do badania na wykwaszenie należy pokryć całkowicie, a 6 do badania na krwawienie — do połowy. Wymalowania suszyć w ciągu 30 min w temperaturze pokojowej, a następnie utwardzać w ciągu 1 h w temperaturze 120°C. Powłoki po utwardzeniu klimatyzować w ciągu 24 h w temperaturze pokojowej.

2.20.2.6. Przygotowanie emalii nitrocelulozowych. Badany pigment w przypadku emalii A oraz biel tytanową lub cynkową w przypadku emalii B i C, utrzyć na urządzeniu dyspergującym w spoiwie do emalii nitrocelulozowych do stopnia utarcia co najmniej 20 μm wg BN-78/6110-09, a następnie dokładnie wymieszać z roztworem nitrocelulozy do emalii nitrocelulozowych wg ilości podanych w tabl. 2.

Tablica 2

Skład emalii	Ilość poszczególnych składników		
	emalia A	emalia B	emalia C
	w pełnym tonie	rozbielona 1:10	rozbielona 1:100
Spoiwo do emalii nitrocelulozowych	25	25	25
Roztwór nitrocelulozowy do emalii nitrocelulozowych	75	75	75
Pigment badany	6	3,2	0,4
Biel tytanowa lub cynkowa	–	32	40

2.20.2.7. Przygotowanie powłok z emalii nitrocelulozowych. Z każdej emalii przygotowanej zgodnie z 2.20.2.6, wykonać na płytkach wg PN-70/C-81514, 6 wymalowań o grubości 40÷80 μm za pomocą aplikatora szczelinowego, z tym że 3 płytki należy pokryć całkowicie, a pozostałe 3 jedynie do połowy. Wymalowania suszyć w temperaturze pokojowej do osiągnięcia praktycznie całkowitego wyschnięcia, a następnie klimatyzować. Czas i temperaturę schnięcia oraz warunki klimatyzacji powłok określają odpowiednie normy przedmiotowe.

2.20.2.8. Wykonanie oznaczania trwałości na krwawienie w wyrobach piecowych pod emalią piecową. Na płytki szklane wg 2.20.2.5 pokryte do połowy emalią piecową nałożyć warstwę emalii syntetycznej piecowej

wg 2.20.2.3b), pokrywając całą powierzchnię płytek. Wymalowania suszyć w ciągu 30 min w temperaturze pokojowej, a następnie utwardzać w ciągu 1 h w temperaturze 120°C.

Na podstawie obserwacji tej części powłoki, która została utworzona bezpośrednio na szkłe (druga połowa płytki), należy stwierdzić, czy biała powłoka wykazuje całkowite krycie. Jeżeli nie wykazuje, należy nanieść drugą warstwę emalii białej, wysuszyć i utwardzić powtórnie. Wysuszoną i utwardzoną powłokę poddać oględzinom nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym, porównując barwę obu powłok płytki. Określić wielkość kontrastu zabarwionej i niezabarwionej części powłoki w stopniach szarej skali do oceny stopnia zabrudzenia bieli.

2.20.2.9. Wykonanie oznaczania trwałości na krwawienie w wyrobach piecowych pod emalią nitrocelulozową. Oznaczanie wykonać jak w 2.20.2.8, z tym że na płytkę szklaną, pokrytą uprzednio emalią piecową, nałożyć emalię nitrocelulozową białą wg 2.20.2.3c) i wysuszyć w temperaturze pokojowej. Ocenę wykonać jak w 2.20.2.8.

2.20.2.10. Wykonanie oznaczania trwałości na krwawienie w wyrobach nitrocelulozowych. Oznaczanie wykonać jak w 2.20.2.8, stosując powłokę przygotowaną wg 2.20.2.7, na którą należy nałożyć emalię nitrocelulozową białą wg 2.20.2.3c) i wysuszyć w temperaturze pokojowej. Ocenę wykonać jak w 2.20.2.8.

2.20.3. Oznaczanie trwałości na wykwaszenie

2.20.3.1. Zasada oznaczania polega na ocenie stopnia zabrudzenia kawałka białej flaneli użytej do ścierania z powierzchni powłoki wydzielonego pigmentu, po okresowym poddaniu powłoki lakierowej zawierającej badany pigment działaniu podwyższonej temperatury i sztucznego potu. Oznaczanie trwałości na wykwaszenie wykonać dla pigmentów, które nie wykazały trwałości na krwawienie w wyrobach piecowych.

2.20.3.2. Wykonanie oznaczania trwałości na wykwaszenie w wyrobach piecowych. Połowę powłoki przygotowanej wg 2.20.2.5, pokrytej całkowicie emalią piecową, potrzebę watką zwilżoną sztucznym potem o składzie wg BN-67/6110-21 p.2.23 i umieścić w suszarce w temperaturze 40°C na 120 h. Po wyjęciu powłokę pocierać kawałkiem białej flaneli o wymiarach 18×20 mm, złożonej na połowę wzdłuż krótszego boku, po czym tkaninę rozłożyć i porównać barwę obu połówek tkaniny.

Porównanie przeprowadzić nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

Określić wielkość kontrastu zabarwionej i niezabarwionej powierzchni flaneli, w stopniach, za pomocą szarej skali do oceny stopnia zabrudzenia bieli wg PN-63/P-04907.

Badanie wykonać na 3 powłokach, z których co najmniej 2 powinny dawać wynik powtarzający się.

2.20.3.3. Wykonanie oznaczania trwałości na wykwaszenie w wyrobach nitrocelulozowych. Oznaczanie wykonać jak w 2.20.3.2, stosując powłokę przygotowaną wg

2.20.2.7 oraz czas klimatyzacji 120 h, w temperaturze 40°C. Ocenę wykonać jak w 2.20.3.2.

2.21. Oznaczanie trwałości na temperaturę — wg PN-66/C-04402, stosując powłoki emalii otrzymanych wg 2.20.2.5 na 6 szkiełkach przedmiotowych.

Pigmenty polecane do stosowania w wyższych temperaturach niż 120°C poddać dodatkowo badaniu na

migrację wg 2.20.2.8, zmieniając odpowiednio temperatury utwardzania powłok.

2.22. Oznaczanie trwałości na światło — wg PN-66/C-04402, stosując powłoki z emalii przygotowanych zgodnie z 2.20.2.5 lub 2.20.2.7.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-68/C-04423

- a) wprowadzono oznaczanie pH-zawiesiny wodnej, zamiast wyciągu wodnego,
- b) ograniczono oznaczanie pozostałości po przesiewie tylko przy użyciu wody,
- c) ograniczono oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w wodzie tylko na gorąco,
- d) zmieniono oznaczanie trwałości na kwas solny,
- e) zmieniono oznaczanie trwałości na wodorotlenek sodowy i węglan sodowy,
- f) określono ilość pigmentu (6%) w emalii A,
- g) zmieniono skład emalii nitrocelulozowych,
- h) zmieniono metodę oznaczania ucieralności i krycia ilościowego.

Dotychczas obowiązująca PN-68/C-04423 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1980 r.

3. Normy związane

- PN-71/C-04401 Pigmenty. Ogólne metody badań
- PN-66/C-04402 Pigmenty nieorganiczne do wyrobów lakierowych. Metody badań
- PN-68/C-04422 Pigmenty nieorganiczne do wyrobów lakierowych. Oznaczanie powierzchni właściwej
- PN-72/C-81015 Biel cynkowa
- PN-74/C-81513 Wyroby lakierowe. Płytki do badań
- PN-70/C-81514 Wyroby lakierowe. Sposoby otrzymywania powłok do badań
- PN-68/N-02310 Iluminanty i źródła sztucznego światła dziennego

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

PN-63/P-04907 Metody badań wyrobów włókienniczych. Metody wyznaczania odporności wybarwień. Szara skala do oceny stopnia zabrudzenia bieli

BN-79/6046-17 Pigmenty do wyrobów lakierowych. Oznaczanie ucieralności

BN-78/6110-09 Wyroby lakierowe. Oznaczanie stopnia roztarcia pigmentów

BN-67/6110-21 Badanie odporności powłok lakierowych na krwawienie i wykwitanie

BN-78/6111-03 Żywice lakiernicze. Żywice aminowe butoksylowane

BN-66/6111-08 Żywice lakiernicze. Polomal MA-56

BN-74/6111-09 Żywice ftalowe. Wymagania i badania

BN-79/6115-24 Emalie ftalowe karbamidowe schnące w piecu w temperaturze 110÷130°C

BN-74/6115-66 Emalie nitrocelulozowe ogólnego stosowania

BN-74/6132-07 Tłuszcze roślinne techniczne. Oleje lniane, lniankowe i konopny bielone

BN-78/7469-36 Farby graficzne. Oznaczanie odcienia, czystości barwy i krycia na arkuszu porównawczym

4. Zalecenia międzynarodowe

ISO R-787 General methods of test for pigments

RWPG PC-1108 Красители. Пигменты и красочное лаки. Методы испытаний пигментов для полиграфии и лакокрасочной промышленности

5. Autor projektu normy — inż. J. Pliszkiewicz, inż. Z. Kołodziej.