

BARWNIKI I PIGMENTY	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-80
	Barwniki siarkowe nierozpuszczalne w wodzie	6041-53
	Metody badań	Grupa katalogowa 1023

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań barwników siarkowych nierozpuszczalnych w wodzie, stosowanych głównie do barwienia włókien celulozowych.

1.2. Rodzaje badań

- a) oznaczanie koncentracji,
- b) oznaczanie odcienia,
- c) oznaczanie rozpuszczalności w roztworze siarczku sodowego,
- d) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w roztworze siarczku sodowego,
- e) oznaczanie trwałości na wodę,
- f) oznaczanie trwałości na pranie w temperaturze 95°C,
- g) oznaczanie trwałości na pot,
- h) oznaczanie trwałości na tarcie,
- i) oznaczanie trwałości na prasowanie,
- j) oznaczanie trwałości na folowanie w środowisku alkalicznym,
- k) oznaczanie trwałości na rozpuszczalniki organiczne,
- l) oznaczanie trwałości na światło sztuczne.

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie koncentracji

2.1.1. Przygotowanie włókna do barwienia. Do barwienia należy przygotować próbkę o masie 10 ±0,1 g przędzy bawełnianej (tex 41,6×2 lub tex 31,2×2) lub tkaniny bawełnianej o splocie płóciennym.

Dopuszcza się stosowanie przędzy z włókna wiskożowego ciętego, np. Artex tex 25. Próbki włókna powinny być bielone (bez użycia rozjaśniaczy optycznych), nieapreturowane i niepodbarwione oraz nie zawierające włókien martwych ani pozostałości chemikaliów. Próbki bezpośrednio przed barwieniem dokładnie zwilżyć gorącą wodą, nadmiar wody wycisnąć i pozostawić do ostygnięcia do temperatury pokojowej.

2.1.2. Odczynniki i roztwory

- a) Siarczek sodowy techniczny wg BN-76/6016-58, roztwór 10-procentowy w przeliczeniu na 100-procentowy produkt.
- b) Soda bezwodna techniczna, roztwór 10-procentowy.
- c) Sól kuchenna lub siarczan sodowy techniczny lub krystaliczny w przeliczeniu na bezwodny, 10-procentowy roztwór.
- d) Roztwory barwnika badanego i wzorcowego: 5 g barwnika badanego odważyć z dokładnością do 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności 200 cm³, dodać w zależności od marki barwnika wskazaną w tabl. 1 ilość roztworu siarczku sodowego i ogrzewać na łaźni wodnej aż do rozpuszczenia. Roztwór pozostawić do ostygnięcia do temperatury pokojowej, przelać do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dopełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać.

Tablica 1

Lp.	Marka barwnika	Ilość siarczku sodowego w przeliczeniu na 100-procentowy produkt	
		w stosunku do masy barwnika	10-procentowy roztwór, cm³
1	2	3	4
1	Żółcień siarkowa G	0,82-krotna	41,0
2	Oranż siarkowy G	0,99-krotna	49,5
3	Oranż siarkowy GR	0,99-krotna	49,5
4	Brunat siarkowy G	0,82-krotna	41,0
5	Brunat siarkowy BR	0,66-krotna	33,0
6	Brunat siarkowy B	0,66-krotna	33,0
7	Brunat siarkowy 4R	0,66-krotna	33,0
8	Oliw siarkowy BT	0,99-krotna	49,5
9	Khaki siarkowe G	1,15-krotna	57,5
10	Zieleń siarkowa trwała BL	0,75-krotna	37,5
11	Granat siarkowy RL	0,66-krotna	33,0
12	Czerń siarkowa B	0,82-krotna	41,0
13	Czerń siarkowa BT	0,82-krotna	41,0
14	Czerń siarkowa BT w łuskach	0,82-krotna	41,0
15	Czerń siarkowa T	0,82-krotna	41,0
16	Czerń siarkowa TR	0,82-krotna	41,0

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 24 października 1980 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1981 poz. 3)

Przy Zieleni siarkowej trwałej BL, po dodaniu roztworu siarczku sodowego do barwnika zgodnie z tabl. 1, całość ogrzać do temperatury 95°C i pozostawić na 15 min. Następnie roztwór przelać do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

W taki sam sposób przygotować roztwór barwnika wzorcowego.

2.1.3. Aparatura. Aparat do barwienia umożliwiający otrzymanie temperatury od 40 do 100 ± 2°C, zawierający naczynia do barwienia, pojemności 300 cm³, np. firmy AHIBA, Linitest-Quarzlampen Gesellschaft mbH. Hanau. Dopuszcza się stosowanie zwykłych łaźni farbiarskich.

2.1.4. Przygotowanie kąpeli barwiących. W dwóch jednakowych naczyniach do barwienia przygotować kąpiele barwiące, zawierające:

a) roztwór barwnika wg 2.1.2d), w ilości podanej w tabl. 2, jeśli normy przedmiotowe nie przewidują inaczej.

Tablica 2

Barwa barwnika	Masa barwnika ¹⁾ w stosunku do masy włókna
Żółcień, oranż, oliw, brunat, khaki, zieleń	2% oraz 5%
Granat	3% oraz 6%
Czerń	2% oraz 8%
¹⁾ Masę barwnika podano w stosunku do koncentracji barwnika-typu, w którym zawartość substancji barwiących uważa się za 100%. W przypadku użycia barwnika o koncentracji wyższej lub niższej od 100%, masę barwnika należy przeliczyć na koncentrację barwnika-typu.	

b) roztwór soli kuchennej wg 2.1.2c): 10 cm³ przy wybarwieniach jasnych do 4%, 20 cm³ przy wybarwieniach ciemnych powyżej 4%,

c) roztwór sody wg 2.1.2b): 3 cm³ przy wybarwieniach jasnych, 5 cm³ przy wybarwieniach ciemnych,

d) woda uzupełniająca objętość kąpeli barwiącej do 300 cm³.

2.1.5. Wykonanie oznaczania. Naczynia z kąpielami barwiącymi wg 2.1.4 (krotność kąpeli 1:30), umieścić w aparacie do barwienia, po czym kąpiele podgrzać do temperatury 50°C i wprowadzić po jednej próbce włókna przygotowanego wg 2.1.1. Kąpiele podgrzewać dalej, w ciągu 15 min doprowadzić do temperatury 90 ÷ 95°C i utrzymując tę temperaturę barwić przez 1 h. Po tym czasie próbki wyjąć, dobrze wycisnąć i nie płucząc rozwiesić na około 15 min w celu utlenienia się barwnika. W przypadku barwienia na łaźni farbiarskiej, próbki należy przeciągnąć za pomocą pręcików szklanych.

Następnie próbki płukać kilkakrotnie w ciepłej wodzie (aż woda przestanie się barwić), odwirować lub wyżąć i suszyć w temperaturze około 70°C, a po wyschnięciu pozostawić do ostygnięcia.

Wybarwienia wykonane z Zielenią siarkową trwałą BL należy po wypłukaniu utlenić w roztworze zawierającym: 4 g/dm³ dwuchromianu potasowego, 3 cm³/dm³ 30-procentowego roztworu kwasu octowego w temperatu-

rze 70°C w ciągu 20 min, po czym próbki wycisnąć i płukać w zimnej bieżącej wodzie, wyżąć i suszyć w temperaturze 70°C.

2.1.6. Ocena wyników. Koncentrację określić przez porównanie wybarwień wykonanych przy użyciu barwnika badanego i wzorcowego. Porównanie przeprowadzić gołym okiem, w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

W przypadku stwierdzenia niezgodnej intensywności barwy porównywanych wybarwień, należy powtórzyć wybarwienia ze zmniejszoną bądź zwiększoną o 5, 10, 15% itd. ilością barwnika wzorcowego.

Koncentrację badanego barwnika (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

m_1 — masa barwnika wzorcowego, g,

m — masa barwnika badanego, g.

2.2. Oznaczanie odcienia. Odcień oznaczać na wybarwieniach wykonanych wg 2.1, barwnikiem badanym i wzorcowym o zgodnej intensywności barwy. Porównanie przeprowadzić nieuzbrojonym okiem, w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

W przypadku stwierdzenia niezgodności odcienia, należy podać charakterystykę słowną tej niezgodności, np. bardziej żółty, bardziej czerwony.

2.3. Oznaczanie rozpuszczalności w roztworze siarczku sodowego

2.3.1. Zasada oznaczania polega na rozpuszczaniu określonej w tablicy wg BN-74/6044-14 ilości barwnika w roztworze siarczku sodowego, przesączeniu roztworu i wzrokowej ocenie pozostałości.

W zależności od ilości barwnika (w gramach) całkowicie rozpuszczalnej w 1 dm³ roztworu siarczku sodowego, ustala się 10 stopni rozpuszczalności odpowiadających stopniom 1 ÷ 10 wg BN-74/6044-14 (tablica).

W przypadku gdy barwnik określonej marki jest wytwarzany w dwóch lub więcej koncentracjach, należy oznaczanie przeprowadzić dla każdej koncentracji oddzielnie.

Nie można przeliczać stopnia rozpuszczalności barwnika z jednej koncentracji na inną.

2.3.2. Wykonanie oznaczania przeprowadzić wg BN-74/6044-14 p. 2.2.3, stosując do rozpuszczania zamiast wody 250 cm³ 10-procentowego roztworu siarczku sodowego w przeliczeniu na 100-procentowy produkt.

2.4. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w roztworze siarczku sodowego

2.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Siarczek sodowy techniczny wg BN-76/6016-58, roztwory: 0,5 i 1,0-procentowy, w przeliczeniu na 100-procentowy produkt. Roztwór powinien być odstały i przesączony.

b) Octan ołowiu, roztwór 1-procentowy.

2.4.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g barwnika siarkowego z dokładnością do 0,001 g, umieścić w zlewce pojemności 500 cm³, dodać 250 cm³ 1-procentowego roztworu siarczku sodowego i mieszając ogrzać do wrzenia, po czym utrzymać w stanie wrzenia przez 10 min (do rozpuszczenia się barwnika). Następnie dodać 250 cm³ wrzącej wody, wymieszać i sączyć przez lejek sitowy z 2 sączkami ilościowymi typu VEB (miękkie) Niderschlag 388, uprzednio wysuszonymi w temperaturze 70 ÷ 80°C do stałej masy i zważonymi z dokładnością do 0,0005 g.

Osad na sączku przemywać, najpierw wrzącym 0,5-procentowym roztworem siarczku sodowego, do momentu aż przesącz przestanie wykazywać zabarwienie, a następnie wrzącą wodą dotąd, aż przesącz przestanie tworzyć czarne plamy na bibule nasyconej 1-procentowym roztworem octanu ołowiawego. Następnie sączki z osadem suszyć do stałej masy w temperaturze 70 ÷ 80°C i zważyć z dokładnością do 0,0005 g.

Za stałą masę należy przyjąć masę różniącą się przy dwóch kolejnych ważeniach nie więcej niż o 0,001 g.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m_2 — masa sączków z pozostałością po suszeniu, g,

m_1 — masa sączków, g,

m — odważka barwnika, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,2% wyniku mniejszego.

2.5. Oznaczanie trwałości

2.5.1. Przygotowanie wybarwień do badania trwałości.

Wybarwienia przygotować wg 2.1 o intensywności 1/1 kolekcji pomocniczej. W zależności od wskazań normy

przedmiotowej dla niektórych marek barwników, badanie trwałości wykonać na wybarwieniach nieutrwalonych lub utrwalonych jednym z dwóch sposobów.

a) Utrwalanie wybarwień solami chromu i miedzi. Tkaninę wybarwioną (nie suszoną) dokładnie wypłukać i zanurzyć w kąpeli utleniającej o składzie:

2% — dwuchromianu potasowego,

2% — siarczynu miedziowego,

5% — 30-procentowego roztworu kwasu octowego, zachowując stosunek kąpeli 1:30, temperaturę 70°C i czas zanurzenia 20 min. Po utrwaleniu tkaninę należy dokładnie wypłukać i wysuszyć.

b) Utrwalanie wybarwień Utrwalaczem IS. Tkaninę wybarwioną (nie suszoną) dokładnie wypłukać i zanurzyć w kąpeli zawierającej 2 ÷ 3% Utrwalacza IS w proszku, zachowując stosunek kąpeli 1:30. Temperatura kąpeli 70°C, pH 6 ÷ 6,5 i czas zanurzenia 30 min. Po utrwaleniu tkaninę należy odjąć lub odwirować i bez płukania suszyć.

2.5.2. Oznaczanie trwałości na wodę — wg PN-63/P-04910 na wybarwieniach wykonanych jak w 2.5.1.

2.5.3. Oznaczanie trwałości na pranie w temperaturze 95°C — wg PN-71/P-04912 metodą 4, na wybarwieniach wykonanych jak w 2.5.1.

2.5.4. Oznaczanie trwałości na pot — wg PN-71/P-04913, na wybarwieniach wykonanych jak w 2.5.1.

2.5.5. Oznaczanie trwałości na tarcie — wg PN-63/P-04908, na wybarwieniach jak w 2.5.1.

2.5.6. Oznaczanie trwałości na prasowanie — wg PN-73/P-04914, na wybarwieniach jak w 2.5.1.

2.5.7. Oznaczanie trwałości na folowanie w środowisku alkalicznym — wg PN-68/P-04932, na wybarwieniach jak w 2.5.1.

2.5.8. Oznaczanie trwałości na rozpuszczalniki organiczne — wg PN-73/P-04923, na wybarwieniach jak w 2.5.1.

2.5.9. Oznaczanie trwałości na światło sztuczne — wg PN-68/P-04943, na wybarwieniach jak w 2.5.1.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-73/C-04706

a) wprowadzono oznaczanie trwałości na rozpuszczalniki organiczne,

b) zmodyfikowano metodę oznaczania rozpuszczalności w roztworze siarczku sodowego,

c) wprowadzono aparaty do barwienia, umożliwiające otrzymanie temperatury od 40 do 100 $\pm 2^{\circ}\text{C}$, np. firmy AHIBA, Linitest, dopuszczając stosowanie zwykłych łaźni farbiarskich,

d) zmodyfikowano i dostosowano metodę do barwienia w aparatach,

e) wyeliminowano oznaczanie trwałości na światło dzienne.

Dotychczas obowiązująca PN-73/C-04706 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1981 r.

3. Normy związane

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

PN-63/P-04908 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na tarcie

PN-63/P-04910 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na wodę

PN-71/P-04912 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na pranie

PN-71/P-04913 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na pot

PN-73/P-04914 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na prasowanie

PN-73/P-04923 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na rozpuszczalniki organiczne

PN-68/P-04932 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na folowanie w środowisku alkalicznym

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

BN-76/6016-58 Siarczek sodowy techniczny

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

4. Autor projektu normy — inż. Jadwiga Pliszkiewicz — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA, Łódź.