

BARWNIKI I PIGMENTY	NORMA BRANŻOWA	BN-77 6044-15
	Barwniki tłuszczowe Metody badań	
		Grupa katalogowa X 29

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań barwników tłuszczowych.

1.2. Rodzaje badań

- a/ oznaczanie zawartości popiołu,
- b/ oznaczanie zawartości wody,
- c/ oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie oleinowym,
- d/ oznaczanie zdolności rozpuszczania w benzynie,
- e/ oznaczanie pozostałości na sicie,
- f/ oznaczanie stopnia sublimacji,
- 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 - wg PN-76/C-04702, z tą różnicą, że należy suszyć w suszarce w temperaturze $80 \pm 85^{\circ}\text{C}$.

2.3. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w kwasie oleinowym

2.3.1. Odczynniki i roztwory

- a/ Alkohol metylowy cz. d. a.
- b/ Benzen cz. d. a.
- c/ Kwas oleinowy techniczny DF - wg BN-74/6133-02.

2.3.2. Wykonanie oznaczania. Około 3 g barwnika, uprzednio wysuszonego do stałej masy w temperaturze $80 \pm 85^{\circ}\text{C}$ i odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w zlewce pojemności 800 cm^3 , dodać 150 cm^3 kwasu oleinowego, wymieszać, ogrzać do temperatury 115°C i utrzymać

w tej temperaturze przez 15 min. Roztwór pozostawić do ostygnięcia do temperatury około 60°C , dodać 300 cm^3 benzenu, wymieszać, doprowadzić ponownie do temperatury 60°C , po czym przesączyć przez sączek ilościowy miękki typu VEB 388, uprzednio wysuszonej do stałej masy w temperaturze $100 \pm 105^{\circ}\text{C}$ i zważony z dokładnością do 0,0002 g.

Pozostałość na sączku przemywać benzenem, ogrzanym do temperatury 50°C tak długo, dopóki kilka kropel przesączu umieszczonych na szkiełku zegarkowym nie wykaże po odparowaniu śladów oleiny. Następnie przemywać co najmniej 150 cm^3 alkoholu metylowego, aż sączek będzie biały. Sączek wraz z pozostałością suszyć najpierw w temperaturze otoczenia, a następnie w temperaturze $100 \pm 105^{\circ}\text{C}$ do stałej masy, po czym zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość substancji 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 z pozostałością po suszeniu, g,
- m_2 - masa sączka, g,
- m - odważka barwnika, g.

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

2.4. Oznaczanie zdolności rozpuszczania w benzynie.

Odważyć na szkiełku zegarkowym 0,015 g badanego barwnika z dokładnością do 0,0005 g, przenieść do zlewki pojemności 2 dm^3 i dodać 1 dm^3 benzyny, spłukując barwnik ze szkiełka. Zawartość zlewki utrzymywać w temperaturze $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ przez 25 ± 30 min ciągle mieszając. Następnie roztwór przelać do kolby pojemności 1 dm^3 , przykryć szkiełkiem i pozostawić na 3 dni. Równolegle przygotować roz-

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 20 stycznia 1977 r.
jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 października 1977 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1977 poz. 14)

twór barwnika wzorcowego. Porównać klarowność i intensywność roztworu barwnika badanego z roztworem barwnika wzorcowego. Porównanie przeprowadzić nieuzbrojonym okiem, w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310. Zdolność rozpuszczania się barwnika badanego określić słowami: mniejsza niż wzorca, zgodna z wzorcem, większa niż wzorca.

2.5. Oznaczanie pozostałości na sicie wykonać wg PN-71/C-04401 p. 2.4.3 z tą różnicą, że do oznaczania odważyć 10 g badanego barwnika z dokładnością do 0,01 g oraz jako roztwór zwilżający użyć 20 cm³ 2-procentowego roztworu Nekaliny S lub innego podobnego roztworu zwilżającego.

2.6. Oznaczanie sublimacji. 5 g badanego barwnika, odważonego z dokładnością do 0,001 g w naczynku wagowym o średnicy 50 mm i pojemności 30 cm³, przykryć kwadratem białego kartonu i obciążyć płytką /np. ołowianą/. Równolegle przygotować naczynko z 5-gramową odważką barwnika wzorcowego. Naczynka z barwnikiem badanym i wzorcowym umieścić na płycie stalowej przykrywającej łaźnię wodną, doprowadzoną do wrzenia i pozostawić w tej temperaturze 2 godz. Następnie naczynka zdjąć z łaźni, ostrożnie usunąć płytki i porównać ze sobą intensywność zabarwienia obydwu kartonów.

Porównanie wykonać nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310. Wynik oznaczania sublimacji określić słowami: mniejsza niż wzorca, zgodna z wzorcem, większa niż wzorca.

2.7. Oznaczanie pH. Około 1 g badanego barwnika odważyć z dokładnością do 0,005 g, umieścić w kolbie stożkowej pojemności 25 cm³, dodać 10 ÷ 15 cm³ wody dwukrotnie przegotowanej i doprowadzonej do temperatury 20 ÷ 25°C. Zawartość kolby wstrząsać przez 3 min, po tym czasie ogrzać do temperatury 40°C i następnie doprowadzić do temperatury 20 ÷ 25°C. Ochłodzony roztwór przesączyć bezpośrednio do naczynka pehametru i oznaczyć pH z dokładnością do 0,5 pH.

2.8. Oznaczanie koncentracji

2.8.1. Wytyczne ogólne. W zależności od wskazań normy przedmiotowej oznaczanie koncentracji wykonać jedną z następujących metod:

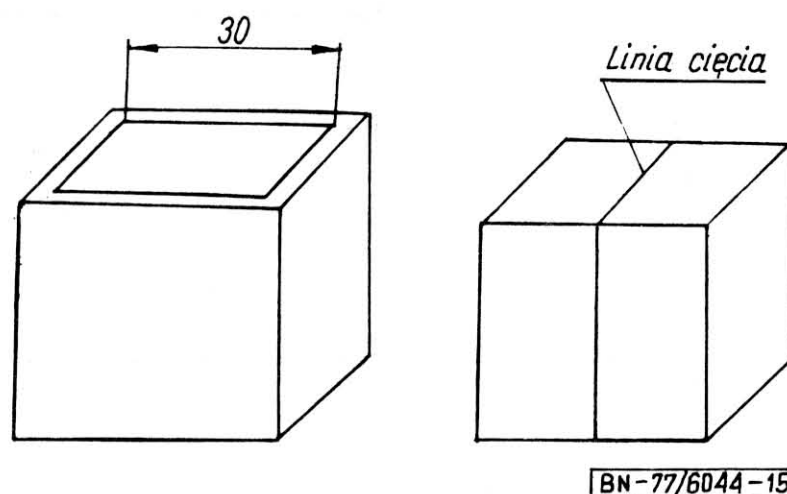
- a/ metodą barwienia kostki,
- b/ metodą barwienia pasków bibuły.

2.8.2. Oznaczanie koncentracji metodą barwienia kostki

2.8.2.1. Odczynniki i roztwory

- a/ Parafina RI 50 wg PN-74/C-96115.
- b/ Stearyna techniczna gatunek I wg BN-74/6433-03.

2.8.2.2. Przyrządy. Formy z blachy stalowej polerowanej w kształcie sześcianu o boku 30 mm – wg rysunku.



2.8.2.3. Wykonanie oznaczania. W parownicze porcelanowej pojemności 50 cm³ umieścić 10 g stearyny, odważonej z dokładnością do 0,1 g i 0,05 g badanego barwnika, odważonego z dokładnością do 0,0005 g. Całość umieścić na wrzącej łaźni wodnej i utrzymywać w tej temperaturze przez 15 min, ciągle mieszając. Do otrzymanej mieszaniny dodać 10 g parafiny odważonej z dokładnością do 0,1 g i mieszając całość stopić, po czym pozostawić do zakrzepnięcia /mieszanina A/.

W taki sam sposób rozpuścić barwnik wzorcowy.

Odważyć z dokładnością do 0,01 g, 1 g zakrzepłej mieszaniny A, zawierającej badany barwnik, umieścić w parownicze zawierającej stopioną i starannie wymieszaną masę składającą się z 10 g parafiny i 10 g stearyny, odważonych z dokładnością do 0,1 g. Parowniczkę ogrzewać we wrzącej łaźni wodnej i przez cały czas mieszając doprowadzić do całkowitego stopienia się i wymieszania wszystkich składników /mieszanina B/. Stopioną gorącą mieszaninę B wlać do formy wg 2.8.2.2 i pozostawić do ostygnięcia w temperaturze 20 ± 2°C co najmniej na 1 godz. Następnie formę rozłożyć, zabarwioną kostkę wyjąć i przechowywać w miejscu zaciemnionym.

Równolegle przygotować kostkę zabarwioną barwnikiem wzorcowym.

2.8.2.4. Ocena wyników. Koncentrację badanego barwnika określić w tym samym dniu przez porównanie intensywności barwy przekroju kostki w miejscu oznaczonym na rysunku, wykonanych przy użyciu barwnika badanego i wzorcowego. Porównanie wykonać nieuzbrojonym 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 przekrojów kostek należy powtórzyć oznaczanie ze zmniejszoną lub zwiększoną o 5, 10, 15% itd. ilością barwnika wzorcowego.

Koncentrację badanego barwnika X_2 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m}{m_1} \cdot 100 \quad /2/$$

w którym:

m – masa barwnika wzorcowego, g,

m_1 – masa barwnika badanego, g.

2.8.3. Oznaczanie koncentracji metodą barwienia pasków bibuły

2.8.3.1. Odczynniki i roztwory - wg 2.8.2.1.

2.8.3.2. Wykonanie oznaczania. Przygotować wg 2.8.2.3 mieszaninę A nie pozostawiając jej do zakrzepnięcia, lecz po doprowadzeniu do temperatury $60 \pm 2^{\circ}\text{C}$ przeciągnąć przez nią paski białej bibuły o wymiarach $20 \times 4 \text{ cm}$. Zabarwione paski zawiesić do ostygnięcia. W taki sam sposób przygotować paski bibuły zabarwione mieszaniną z barwnikiem wzorcowym.

2.8.3.3. Ocena wyników. Koncentrację badanego barwnika określić w warunkach wg 2.8.2.4, porównując paski

bibuły zabarwione barwnikiem badanym i wzorcowym po 15 ± 30 min od ich zabarwienia.

2.9. Oznaczanie odcienia. Odcień badanego barwnika określić przez porównanie kostek lub pasków bibuły, zabarwionych wg 2.8 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 niezgodności odcienia, podać charakterystykę słowną tej niezgodności, np. bardziej żółty, bardziej zielony, przytłumiony itp.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany do PN-63/C-04719. Wprowadzono oznaczanie zawartości wody i oznaczanie zdolności rozpuszczania w benzynie.

Dotychczas obowiązująca PN-63/C-04719 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1977 r.

3. Normy związane

PN-71/C-04401 Pigmenty. Ogólne metody badań

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

PN-74/C-96115 Przetwory naftowe. Parafiny

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

BN-74/6133-02 Kwas oleinowy techniczny /oleina/

BN-74/6133-03 Stearyna techniczna

4. Autor projektu normy - inż. Irena Sekuła - Ośrodek

Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA.