

BARWNIKI I PIGMENTY	NORMA BRANŻOWA		BN-77
	Barwniki utleniane do skór futerkowych Metody badań		6042-09
			Grupa katalogowa X 29

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań barwników utlenianych do skór futerkowych, produkowanych w kraju, o nazwie Futraminy.

1.2. Rodzaje badań

- a) oznaczanie wody,
- b) oznaczanie temperatury topnienia,
- c) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie,
- d) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w roztworze kwasu solnego,
- e) oznaczanie pH,
- f) oznaczanie koncentracji,
- g) oznaczanie odcienia,
- h) oznaczanie trwałości na światło sztuczne.

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie zawartości wody — wg PN-66/C-04523.

2.2. Oznaczanie temperatury topnienia — wg PN-70/C-04956.

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

2.4. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w roztworze kwasu solnego

2.4.1. Wykonanie oznaczania. Ilość badanej futraminy odpowiadającą 5 g produktu typowego odważyć z dokładnością 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, dodać 200 cm³ gorącej wody oraz 25 cm³ kwasu solnego (1,19). Całość podgrzać do wrzenia i utrzymywać w tym stanie przez 15 min, po czym przesączyć na lejku sitowym przez uprzednio wysuszony sączek średni typu VEB 388 lub 389, zważony z dokładnością do 0,001 g. Następnie pozostałość przemyć roztworem kwasu solnego (50 g kwasu solnego w 1 dm³ wody) o temperaturze około 80°C do bezbarwnego prze-

sączu. Osad wraz z sączkiem wysuszyć w suszarce w temperaturze 100 ÷ 105°C do stałej masy, a następnie zważyć z dokładnością do 0,001 g.

Zawartość części nierozpuszczalnych (X) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- m_1 — masa sączka z pozostałością, g,
- m_2 — masa sączka, g,
- m — odważka badanego produktu, g.

2.4.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,1%.

2.5. Oznaczanie pH — wg PN-76/C-04702, stosując 1-gramową odważkę i 50 cm³ wody o temperaturze 80°C. Roztwór barwnika ogrzać i utrzymywać w stanie wrzenia przez 3 min, po czym ostudzić do temperatury 20 ± 2°C i oznaczyć pH.

2.6. Oznaczanie koncentracji

2.6.1. Zasada metody polega na porównaniu wybarwień wykonanych parami na próbkach skór futerkowych niezaprawionych oraz zaprawionych solami, chromu, miedzi i żelaza.

2.6.2. Urządzenie do barwienia. Obrótowy aparat laboratoryjny z samoczynną regulacją temperatury do 5°C zawierający naczynia do barwienia pojemności 300 cm³, np. aparat typu Launder-Ometer lub typu Wacker.

Dopuszcza się stosowanie zwykłych łaźni farbiarskich.

2.6.3. Przygotowanie próbek. Do barwienia przeznacza się 4 pary jednakowych 5-gramowych próbek wykończonej białej skóry owczej garbowania chromowego lub króliczej garbowania formaldehydowo-glinowego o temperaturze skurczu co najmniej 70°C.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
dnia 15 marca 1977 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 stycznia 1978 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 10/1977 poz. 33)

Z próbki pierwotnej pobranej wg PN-74/P-22300 wyciąć 4 próbki o masie $10 \pm 0,1$ g, przeciąć na dwie równe części w kierunku prostopadłym do linii grzbietowej. Suche próbki należy zwilżyć w kąpeli zawierającej 1 g/dm^3 Preteponu G.

Uzyskane 5-gramowe próbki tworzą parę przeznaczoną do barwienia porównawczego barwnikiem badanym i wzorcowym.

2.6.4. Odtłuszczanie próbek. Do 4 naczyń aparatu do barwienia odmierzyć po 200 cm^3 kąpeli odtłuszczającej, zawierającej w 1 dm^3 wody 2 g 25-procentowego roztworu amoniaku, 3 g węglanu sodowego bezwodnego cz., 1 g Preteponu G, wymieszać do rozpuszczenia, po czym dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. W kąpeli odtłuszczającej o temperaturze $35 \pm 2^\circ\text{C}$ umieścić po 1 parze próbek skóry futerkowej przygotowanej wg 2.6.3, uruchomić aparat i utrzymując tę temperaturę poddać obróbce w ciągu 2 godz. Probki wyjąć i płukać w wodzie o temperaturze $35 \pm 2^\circ\text{C}$ do momentu, aż woda wykaże odczyn obojętny wobec fenoloftaleiny.

2.6.5. Neutralizacja próbek. Probki odtłuszczone wg 2.6.4. umieścić na 30 min w kąpeli zawierającej 1 g/dm^3 85-procentowego kwasu mrówkowego o temperaturze $32 \pm 2^\circ\text{C}$, po czym próbki odwirować.

Następnie 1 parę próbek przenieść do zlewki zawierającej 200 cm^3 wody o temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$ na $16 \div 18$ godz, a pozostałe 3 pary próbek przenieść niezwłocznie do kąpeli zaprawiających.

2.6.6. Zaprawianie próbek

2.6.6.1. Przygotowanie kąpeli zaprawiających

a) Kąpiel zaprawiająca chromowa. Do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3 zawierającej 400 cm^3 wody o temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$ dodać kolejno: 2,5 g chlorku sodowego cz., 1 cm^3 30-procentowego roztworu kwasu octowego cz., 1,0 g dwuchromianu potasowego (lub sodowego) cz., wymieszać do rozpuszczenia, po czym dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

b) Kąpiel zaprawiająca miedziowa. Przygotować wg a) jak kąpiel chromową, stosując zamiast dwuchromianu potasowego — 2,0 g siarczanu miedziowego uwodnionego, cz.

c) Kąpiel zaprawiająca żelazawa. Przygotować wg a) jak kąpiel chromową, stosując zamiast dwuchromianu potasowego — 2,0 g siarczanu żelazawego cz.

2.6.6.2. Wykonanie zaprawiania. W oddzielnych naczyniach aparatu do barwienia, zawierających po 200 cm^3 kąpeli zaprawiającej: chromowej, miedziowej i żelazawej o temperaturze $32 \pm 2^\circ\text{C}$ umieścić po 1 parze próbek. Uruchomić aparat i utrzymując tę temperaturę poddać obróbce w ciągu 2 godz i pozostawić w temperaturze poko-

jowej na $16 \div 18$ godz, po czym uruchomić aparat jeszcze na 30 min.

Następnie próbki wyjąć, odwirować i wprowadzić niezwłocznie do kąpeli barwiących.

Równocześnie, w taki sam sposób, odwirować parę próbek niezaprawionych przygotowanych wg 2.6.4.

2.6.7. Barwienie próbek

2.6.7.1. Przygotowanie roztworu barwnika. 1 g barwnika badanego lub wzorcowego odważyć z dokładnością do $0,001 \text{ g}$ i umieścić w zlewce pojemności 500 cm^3 (barwnik w postaci proszku należy uprzednio zwilżyć alkoholem metylovym), dodać 400 cm^3 wrzącej wody, wymieszać i utrzymywać w stanie wrzenia jeszcze przez 3 min. Roztwór barwnika pozostawić do ostygnięcia do temperatury pokojowej, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 , dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

2.6.7.2. Wykonanie oznaczania. W 8 naczyniach aparatu do barwienia przygotować po 4 kąpiele zawierające: po 100 cm^3 roztworu barwnika badanego i wzorcowego tej samej marki i po 100 cm^3 wody. Kąpiele podgrzać do temperatury $35 \pm 2^\circ\text{C}$, po czym do każdej kąpeli barwiącej zawierającej barwnik badany lub wzorcowy wprowadzić parami po 1 próbce skóry futerkowej niezaprawionej oraz zaprawionej w 3 różnych kąpielach wg 2.6.6.1. Uruchomić aparat i utrzymując temperaturę $35 \pm 2^\circ\text{C}$ barwić w ciągu 30 min, po czym do każdej kąpeli dodać po 5 cm^3 3-procentowego roztworu wody utlenionej i dalej barwić w tej temperaturze przez 3 godz. Następnie próbki wyjąć, płukać w wodzie bieżącej (do momentu, aż woda przestanie się barwić), odżąć, przybić do deseczki i suszyć w temperaturze pokojowej, chroniąc przed bezpośrednim działaniem promieni słonecznych.

W zależności od wskazań normy przedmiotowej wykonane wybarwienia poddać ocenie lub trocinowaniu i ocenie.

Trocinowanie wykonać w następujący sposób. W porcelanowym młynku kulkowym pojemności około $3 \div 5 \text{ dm}^3$ umieścić trociny bukowe o granulacji 0, w ilości 200 g trocin i 15 cm^3 wody na każde 100 g skór suchych, wymieszać, po czym wprowadzić wybarwione próbki skór. Następnie uruchomić młynek kulkowy na 3 godz, po czym próbki badane wyjąć wraz z trocinami. W wysuszonym młynku umieścić trociny suche (w takiej samej ilości jak przy trocinowaniu wilgotnym) oraz próbki skóry po trocinowaniu wilgotnym i uruchomić młynek jeszcze na 1 godz. Po zakończonej operacji próbki wyjąć, wytrząść ręcznie, wycesać i poddać ocenie.

2.6.8. Ocena wyników. Koncentrację określić przez porównanie parami wybarwień wykonanych przy użyciu barwnika badanego i wzorcowego na

próbkach skór niezaprawionych oraz zaprawionych w tych samych kąpielach zaprawiających. 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 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 w stosunku do barwnika typowego wg wzoru

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

w którym:

m_1 — masa barwnika wzorcowego, g,

m — masa barwnika badanego, g.

2.7. Oznaczanie odcienia. Odcień barwnika badanego określić przez porównanie wybarwień wykonanych wg 2.6 barwnikiem badanym i wzorcowym o zgodnej intensywności barwy.

Porównania 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 czerwony itp.

2.8. Oznaczanie trwałości na światło sztuczne — wg PN-68/P-04943 na wybarwieniach wykonanych wg 2.6.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-63/C-04723

- a) wprowadzono oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w roztworze kwasu solnego,
- b) wprowadzono skóry królicze garbowania formaldehydowo-glinowego,
- c) zmodyfikowano sposób odtłuszczania próbek,
- d) wprowadzono operację neutralizacji próbek po ich odtłuszczeniu,
- e) wprowadzono operację trocinowania na wilgotno i na sucho,
- f) zmodyfikowano sposób oceny koncentracji i odcienia,
- g) wprowadzono oznaczanie trwałości na światło sztuczne zamiast dziennego.

Dotychczas obowiązująca PN-63/C-04723 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1978 r.

3. Normy związane

- PN-66/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną
- PN-76/C-04702 Barwniki. Ogólne metody badań
- PN-70/C-04956 Odczynniki. Oznaczanie temperatury topnienia
- PN-68/N-02310 Iluminanty i źródła sztucznego światła dziennego
- PN-68/P-04943 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na światło sztuczne (lampa ksenonowa)
- PN-74/P-22300 Skóry futerkowe wyprawione. Pobieranie i przygotowanie próbek do badań

4. Autor normy — inż. Jadwiga Pliszkiewicz.