

BARWNIKI I PIGMENTY	N O R M A B R A N Ż O W A	
	Sole zasad naftoelanowych Metody badań	
	BN-84 6041-34	
	Zamiast BN-74/6041-34	
	Grupa katalogowa 1029	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań stabilizowanych soli zasad naftoelanowych, stosowanych jako składniki czynne barwników naftoelanowych.

1.2. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości substancji sprzęgającej,
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie,
- oznaczanie pH,
- oznaczanie odcienia wybarwień,
- oznaczanie trwałości na tarcie na sucho i mokro,
- oznaczanie trwałości na pranie w 60°C,
- oznaczanie trwałości na pot,
- oznaczanie trwałości na wodę,
- oznaczanie trwałości na prasowanie,
- oznaczanie trwałości na gotowanie w sodzie,
- oznaczanie trwałości na bielenie nadtlenkami,
- oznaczanie trwałości na światło sztuczne.

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie zawartości substancji sprzęgającej

2.1.1. Wytyczne ogólne. W zależności od marki soli zasady naftoelanowej, oznaczanie wykonuje się jednym z następujących sposobów:

I — polegającym na sprzęganiu soli zasady naftoelanowej z β -naftolem; sposobem tym oznacza się sól granatu naftoelanowego RT i sól błękitu naftoelanowego BT;

II — polegającym na sprzęganiu soli zasady naftoelanowej z 1-fenilo-3-metylo-pirazolonem-5 i odmiareczkowaniu nadmiaru pirazolonu 0,1 N roztworem azotynu sodowego; sposobem tym oznacza się sole zasad naftoelanowych, których nie oznacza się sposobem I.

2.1.2. Wykonanie oznaczania sposobem I

2.1.2.1. Przygotowanie roztworu β -naftolanu sodowego 0,05 N. 3,6 β -naftolu cz. odważyć z dokładnością do 0,001 g, umieścić w zlewce pojemności 400 cm³,

dodać 25 cm³ 1N roztworu wodorotlenku sodowego oraz 100 cm³ wody i ogrzewać w temperaturze 70°C do całkowitego rozpuszczenia się. Następnie dodać 200 cm³ wody, wymieszać, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dopełnić wodą do kreski i starannie wymieszać. Używać roztwór świeżo przygotowany. Roztwór wykorzystać również przy oznaczaniu zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie wg 2.2.

2.1.2.2. Przygotowanie roztworu badanej soli. 5 g badanej soli zasady naftoelanowej odważyć z dokładnością do 0,001 g i rozpuścić w 150 cm³ wody. Jeżeli roztwór wykazuje zmętnienie, przesączyć go, a sączone przemyć wodą. Następnie roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, dopełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać.

Roztwór przechowywać w zimnym i ciemnym miejscu.

2.1.2.3. Wykonanie oznaczania. 25 cm³ roztworu β -naftolanu sodowego przygotowanego wg 2.1.2.1 umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, dodać 150 cm³ wody i miareczkować roztworem badanej soli świeżo przygotowanym wg 2.1.2.2, umieszczonym w biurecie ze szkła oranżowego.

Miareczkowanie zakończyć z chwilą, gdy na styku dwóch kropli roztworu miareczkowanego i roztworu β -naftolanu naniesionych na bibułę nie pojawia się czerwono-fioletowe zabarwienie, natomiast kropla roztworu naniesiona na bibułę daje żółtozieloną otoczkę nie znikającą w ciągu 5 min.

2.1.2.4. Obliczanie wyników. Zawartość substancji sprzęgającej (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{M \cdot 0,05 \cdot 25 \cdot 250 \cdot 100}{1000 \cdot m \cdot V} \quad (1)$$

w którym:

M — masa cząsteczkowa badanej soli zasady naftoelanowej, g — wg tabl. 1,

m — odważka badanej soli zasady naftoelanowej, g,

V — objętość roztworu soli zasady naftoelanowej, zużytego do miareczkowania, cm³.

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 5 stycznia 1984 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1984 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1984 poz. 11)

Tablica 1

Lp.	Sól naftoelanowa	Masa cząsteczkowa
1	Sól błękitu naftoelanowego BT	261,71
2	Sól granatu naftoelanowego RT	231,61

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

2.1.3. Wykonanie oznaczania sposobem II

2.1.3.1. Odczynniki, roztwory i materiały

a) Azotyn sodowy, roztwór 0,1N.

b) Kwas octowy, roztwór 20-procentowy.

c) Kwas solny cz. (1,19).

d) Octan sodowy cz., krystaliczny.

e) 1-Fenylo-3-metylo-pirazolon-5 cz., roztwór 0,1N przygotowany w następujący sposób: 8,7 g 1-fenylo-3-metylopirazolonu-5 odważyć z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 20 cm³ 10-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego i 350 cm³ wody, po czym starannie wymieszać, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Miano roztworu pirazolonu sprawdzić w następujący sposób: ściśle 50 cm³ roztworu pirazolonu umieścić w zlewce pojemności 600 cm³, dodać 225 cm³ wody, a następnie 15 cm³ kwasu solnego (1,19). Zlewkę wraz z zawartością oziębić do temperatury nie wyższej niż 5°C, po czym miareczkować 0,1N roztworem azotynu sodowego tak długo, aż roztwór miareczkowany w ciągu 5 min po dodaniu azotynu będzie wyraźnie zabarwiał papierek jodaskrobiowy. Przez cały czas miareczkowania roztwór powinien mieć odczyn kwaśny (papierek czerwieni Kongo powinien zabarwiać się na niebiesko).

Po zakończeniu miareczkowania zapisać ilość zużytego roztworu azotynu sodowego.

f) Kwas H cz., roztwór 1-procentowy w 3-procentowym roztworze sody kalcynowanej.

g) Papierki wskaźnikowe: Czerwieni Kongo i jodaskrobiowe.

2.1.3.2. Przygotowanie roztworu badanej soli — wg 2.1.2.2.

2.1.3.3. Wykonanie oznaczania. 50 cm³ 0,1N roztworu 1-fenylo-3-metylo-pirazolonu-5 umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, dodać około 70 g lodu i 30 cm³ wody oraz około 5 g octanu sodowego. Całość starannie wymieszać, po czym dodawać porcjami roztwór kwasu octowego do uzyskania roztworu o pH 6. Następnie do roztworu dodać 50 cm³ roztworu badanej soli zasady naftoelanowej, energicznie wymieszać i odstawić na 15 min.

Po tym czasie nanieść na bibułę do sączenia kroplę roztworu badanego i obok kroplę roztworu kwasu H. Brak zabarwienia w miejscu zetknięcia się dwóch kropli jest dowodem, że reakcja sprzęgania została zakończona. Jeżeli zabarwienie na styku kropli jeszcze występuje, roztwór odstawić na dalsze 10 min i powtórzyć próbę z kwasem H. Gdy stwierdzi się zakończenie reakcji sprzęgania, do badanego roztworu dodać 10 cm³

kwasu solnego (papierek czerwieni Kongo powinien zabarwić się na niebiesko), zawartość zlewki oziębić do temperatury najwyżej 5°C i miareczkować 0,1N roztworem azotynu sodowego w celu odmiareczkowania nadmiaru pirazolonu.

Miareczkowanie zakończyć gdy roztwór miareczkowany w ciągu 5 min po dodaniu azotynu zabarwia papierek jodaskrobiowy. Przez cały czas miareczkowania roztwór powinien mieć odczyn kwaśny (sprawdzać papierkami czerwieni Kongo).

2.1.3.4. Obliczanie wyników. Zawartość substancji sprzęgającej się (X) obliczyć w procentach (w przeliczeniu na zasadę) wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot M \cdot 5 \cdot 100}{1000 \cdot m} \quad (2)$$

w którym:

V_1 — objętość ściśle 0,1N roztworu azotynu sodowego zużytego na zmiareczkowanie 50 cm³ roztworu 1-fenylo-3-metylopirazolonu-5 w p. 2.1.3.1e), cm³,

V_2 — objętość ściśle 0,1N roztworu azotynu sodowego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru pirazolonu w p. 2.1.3.3,

M — masa cząstkowa odpowiedniej zasady naftoelanowej, g — wg tabl. 2,

m — odważka badanej soli, g.

Tablica 2

Lp.	Zasada naftoelanowa	Masa cząsteczkowa
1	Zasada żółcieni naftoelanowej GC	164,03
2	Zasada oranżu naftoelanowego GC	164,03
3	Zasada szkarłatu naftoelanowego GG	162,02
4	Zasada szkarłatu naftoelanowego RC	204,61
5	Zasada czerwieni naftoelanowej 3 GL	172,57
6	Zasada borda naftoelanowego GP	168,15

2.1.3.5. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,5%.

2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

2.2.1. Wykonanie oznaczania. 5 g badanej soli zasady naftoelanowej odważyć z dokładnością 0,001 g, umieścić w zlewce pojemności 600 cm³, wymieszać dokładnie z 50 cm³ wody i uzupełnić wodą do objętości około 500 cm³. Roztwór wymieszać i przesączyć przez sączek ilościowy miękki np. VEB 388, uprzednio wysuszony w temperaturze około 70°C do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g.

Pozostałość na sączku przemywać wodą tak długo, aż na styku dwóch kropli: przesączu i roztworu β -naftolanu sodowego wg 2.1.2.1, umieszczonych obok siebie na bibule do sączenia, nie powstaje już zabarwienie. Zdjąć sączek z osadem, suszyć do stałej masy w temperaturze około 70°C i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

2.2.2. Obliczanie wyników. Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

- m_2 — masa sączka z pozostałością po suszeniu, g,
- m_1 — masa sączka, g,
- m — odważka badanej soli zasady naftoelanowej, g.

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

2.3. Oznaczanie pH. 5 g badanej soli zasady naftoelanowej odważyć z dokładnością do 0,1 g i rozpuścić w 250 cm³ wody. Oznaczać pH potencjometrycznie z dokładnością do 0,2 jednostki pH, w temperaturze 20 ± 2°C.

2.4. Oznaczanie odcienia wybarwień. Odcień badanej soli zasady naftoelanowej określić przez porównanie wybarwień wykonanych wg BN-75/6041-39 solą badaną i wzorcową o zgodnej intensywności barwy. Porównanie przeprowadzić nie uzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do

otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

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

2.5. Oznaczanie trwałości na tarcie na sucho i na mokro wykonać zgodnie z PN-63/P-04908 na wybarwieniach wykonanych wg BN-75/6041-39, o intensywności 1/1 kolekcji pomocniczej.

2.6. Oznaczanie trwałości na pranie w 60°C wykonać zgodnie z PN-71/P-04912, na wybarwieniach wg 2.5.

2.7. Oznaczanie trwałości na pot wykonać zgodnie z PN-71/P-04913, na wybarwieniach wg 2.5.

2.8. Oznaczanie trwałości na wodę wykonać zgodnie z PN-63/P-04910, na wybarwieniach wg 2.5.

2.9. Oznaczanie trwałości na prasowanie wykonać zgodnie z PN-73/P-04914, na wybarwieniach wg 2.5.

2.10. Oznaczanie trwałości na gotowanie w sodzie wykonać zgodnie z PN-57/P-04920, na wybarwieniach wg 2.5.

2.11. Oznaczanie trwałości na bielenie nadtlenkami wykonać zgodnie z PN-57/P-04921, na wybarwieniach wg 2.5.

2.12. Oznaczanie trwałości na światło sztuczne wykonać zgodnie z PN-68/P-04943, na wybarwieniach wg 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-74/6041-34. Uściślono metodę oznaczania zawartości substancji sprzęgającej sposobem II.

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-57/P-04920 Kontrola jakości wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na gotowanie w sodzie

PN-57/P-04921 Kontrola jakości wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na bielenie nadtlenkami

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

BN-75/6041-39 Komponenty barwników naftoelanowych. Metody barwienia

4. Autor projektu normy — mgr Hanna Bernard — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA.