

BARWNIKI I PIGMENTY	N O R M A B R A N Ź O W A	
	Barwniki anilanowe	
	Metody badań	
	BN-82 6041-20	
		Zamiast BN-70/6041-20
		Grupa katalogowa 1029

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań barwników kationowych w postaci proszku i płynu, przeznaczonych do barwienia włókien poliakrylonitrylowych.

1.2. Rodzaje badań

- a) oznaczanie rozpuszczalności w wodzie,
- b) oznaczanie części nierozpuszczalnych w wodzie,
- c) oznaczanie temperatury zamarzania (płynów),
- d) oznaczanie czystości barwnika metodą chromatograficzną,
- e) oznaczanie pH,
- f) oznaczanie koncentracji,
- g) oznaczanie odcienia,
- h) oznaczanie zdolności zabarwienia innych włókien poza poliakrylonitrylowym,
- i) oznaczanie trwałości na wodę,
- j) oznaczanie trwałości na wodę morską,
- k) oznaczanie trwałości na pranie w temperaturze 60 °C,
- l) oznaczanie trwałości na pot,
- h) oznaczanie trwałości na folowanie w środowisku alkalicznym,
- m) oznaczanie trwałości na dekatyzowanie,
- n) oznaczanie trwałości na prasowanie wilgotne,
- o) oznaczanie trwałości na tarcie,
- p) oznaczanie trwałości na rozpuszczalniki organiczne,
- r) oznaczanie trwałości na parę wodną nasyconą,
- s) oznaczanie trwałości na światło,
- t) oznaczanie zjawiska fotochromii,
- u) oznaczanie trwałości na rodanek sodowy.

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie rozpuszczalności w wodzie

2.1.1. Wytyczne ogólne. Oznaczanie należy wykonać w temperaturach: 30 i 90 °C.

2.1.2. Oznaczanie rozpuszczalności w temperaturze 30 °C. Barwnik badany w postaci proszku, odważyć w ilości zgodnej z BN-74/6044-14 z dokładnością do

0,01 g, umieścić w zlewce o pojemności 400 cm³, dodać kwasu octowego 30-procentowego w ilości zgodnej z odważką barwnika i dokładnie rozpastować. Zlewkę umieścić na łaźni wodnej i dodać 250 cm³ wody o temperaturze 30 °C. Zawartość zlewki utrzymywać w temperaturze 30 °C przez 10 min, mieszając i w razie potrzeby uzupełniając wodą do objętości początkowej. Następnie roztwór przesączyć wg BN-74/6044-14, metodą sączkową i sprawdzić pozostałość na sączku. Nieobecność barwnika na sączku świadczy o rozpuszczeniu się barwnika. W przypadku barwnika w postaci płynu odważony barwnik przenieść do zlewki, spłukując wodą o temperaturze 30 °C i rozpuszczać bez dodawania kwasu octowego.

Wynik podawać w stopniach lub g/dm³.

2.1.3. Oznaczanie rozpuszczalności w temperaturze 90 °C wykonać wg 2.1.2, stosując temperaturę dodawanej wody i temperaturę rozpuszczenia 90 °C zamiast 30 °C.

2.2. Oznaczanie części nierozpuszczalnych w wodzie wykonać wg PN-76/C-04702 z następującymi zmianami:

- w przypadku Oranżu anilanowego GRL w postaci proszku, odważyć 1 g barwnika,
- w przypadku płynów, odważyć 20 g barwnika,
- w przypadku proszków odważony barwnik rozpastować z 30-procentowym kwasem octowym w ilości zgodnej ze wskazaniem normy przedmiotowej.

2.3. Oznaczanie temperatury zamarzania (płynów) wykonać wg BN-78/6041-47.

2.4. Oznaczanie czystości barwnika metodą chromatograficzną

2.4.1. Aparatura. Komora chromatograficzna.

2.4.2. Odczynniki i roztwory

- a) Pirydyna cz.
- b) Octan *n*-butylu, cz.
- c) Paski 110 × 280 mm bibuły Whatman nr 3.

2.4.3. Przygotowanie cieczy rozwijającej (eluentu). Zmieszać 50 cm³ pirydyny z 30 cm³ octanu *n*-butylu i 30 cm³ wody.

2.4.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,25 g barwnika badanego z dokładnością do 0,0002 g i rozpuścić

Zgłoszona przez Ministerstwo Przemysłu Chemicznego i Lekkiego
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 10 września 1982 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1983 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 20/1982 poz. 41)

w 50 cm³ wody. W taki sam sposób przygotować roztwór z barwnika wzorcowego. Z roztworów tych pobrać mikropipetą po 0,01 cm³ i nanieść na pasek bibuły w odległości 4 cm od dołu paska i około 4 cm od siebie. Bibułę wysuszyć w temperaturze pokojowej, po czym umieścić w komorze chromatograficznej, w której znajduje się kuweta z około 60 cm³ cieczy rozwijającej, zanurzając w cieczy pasek bibuły na około 0,5 cm. Chromatografię wykonać metodą wstępującą, w szczelnie zamkniętej komorze, w temperaturze pokojowej, w ciągu około 4 h. Następnie bibułę wyjąć i wysuszyć. Porównać położenie i kolor powstałych plam z barwników badanego i wzorcowego.

2.5. Oznaczanie pH wykonać wg PN-76/C-04702:

— w przypadku barwników anilanowych w proszku dla 1-procentowego roztworu,

— w przypadku barwników anilanowych w płynie dla 1-procentowego roztworu oraz dla płynu bez rozcieńczania.

2.6. Oznaczanie koncentracji

2.6.1. Aparatura. Aparat do barwienia umożliwiający otrzymanie temperatury od 50 do 100 ±2 °C, zawierający naczynia do barwienia pojemności nie mniejszej niż 250 cm³.

Dopuszcza się stosowanie zwykłych łaźni farbiarskich.

2.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas octowy, roztwór 30-procentowy.

b) Octan sodowy bezwodny, cz. roztwór 10-procentowy.

c) Roztwór piorący zawierający 1 g niejonowego środka piorącego typu etoksyłowanego alkilofenolu i 1 g fosforanu trójsodowego dwunastowodnego (Na₃PO₄ · 12H₂O) cz. w 1 dm³ wody.

2.6.3. Przygotowanie włókna do barwienia. Do barwienia przeznaczają się 5 ±0,1 g próbki włókna poliakrylonitrylowego 100-procentowego, np. Anilany, w postaci przędzy lub tkaniny o splocie płóciennym. Włókno powinno być nie apreturowane, nie bielone rozjaśnierzami optycznymi i nie podbarwiane. Próbki przed barwieniem umieścić na 20 min w kąpieli wg 2.6.2c) o temperaturze 60 ±2 °C przy krotności kąpieli 1:60. Następnie próbki wyjąć i płukać starannie najpierw w ciepłej, potem w zimnej wodzie bieżącej, aż do stwierdzenia odczynu obojętnego wody płuczącej.

2.6.4. Przygotowanie kąpiei barwiących. Odważyć 0,5 g barwnika badanego w postaci proszku z dokładnością do 0,001 g i odważyć przenieść do zlewki pojemności 400 cm³. W przypadku barwnika w postaci płynu odważyć w naczynku wagowym ilość barwnika odpowiednio przeliczoną, po czym przenieść ilościowo do zlewki, spłukując naczynko wrzącą wodą. Barwnik zapastować kwasem octowym w stosunku 1:1 do masy barwnika w proszku, zalać około 100 cm³ wrzącej wody, wymieszać, po czym dodać 300 cm³ wody o temperaturze pokojowej. Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³ i uzupełnić zimną wodą do kreski. W analogiczny sposób przygotować roztwór z barwnika wzorcowego. Z tak przygotowanych roztworów barwnika badanego i wzorcowego pobrać ilości

zgodne z tabl. 1 kol. 4 i 8 (granaty i czernie barwią się w dwu mocach), umieścić w naczyniach do barwienia, dodać po 0,2 cm³ roztworu kwasu octowego (jeśli w normie przedmiotowej nie przewidziano inaczej) i po 0,5 cm³ roztworu octanu sodowego, po czym każdą kąpiel uzupełnić wodą do 200 cm³.

Tablica 1

Kolor barwnika	Ilość barwnika wzorcowego w kąpieli			Koncentracja barwnika badanego w stosunku do wzorcowego %	Ilość barwnika badanego w kąpieli		
	w stosunku do masy włókna %	g	roztworu barwnika cm ³		w stosunku do masy włókna %	g	roztworu barwnika cm ³
1	2	3	4	5	6	7	8
wszystkie kolory	1,1	0,055	55	110	1,0	0,05	50
	1,0	0,050	50	100			
	0,9	0,045	45	90			
granaty	2,2	0,110	110	110	2,0	0,10	100
	2,0	0,100	100	100			
	1,8	0,090	90	90			
czernie	2,75	0,138	138	110	2,5	0,125	125
	2,50	0,125	125	100			
	2,25	0,112	112	90			

W tablicy uwzględniono wybarwienia ze zwiększoną i zmniejszoną o 10 % ilością barwnika wzorcowego. W przypadku trudności w dokonaniu oceny koncentracji, wykonać wybarwienia ze zwiększoną i zmniejszoną o 10 % ilością barwnika badanego.

Dopuszcza się sporządzanie kąpiei barwiących wprost z odważek barwnika. W tym celu odważyć barwnik w postaci proszku w ilości wg tabl. 1 kolumna 3 i 7 z dokładnością do 0,0005 g lub odpowiednio przeliczoną ilość barwnika w postaci płynu. Następnie dodać po 0,2 cm³ kwasu octowego, jeśli w normie przedmiotowej nie przewidziano inaczej i po 0,5 cm³ roztworu octanu sodowego. Całość uzupełnić wodą do 150 cm³, podgrzać do temperatury 50 °C, wymieszać i uzupełnić wodą o temperaturze 50 °C do 200 cm³.

2.6.5. Wykonanie oznaczania. Kąpiele barwiące przygotowane wg 2.6.4 z barwnika badanego i wzorcowego doprowadzić do temperatury 60 ±2 °C (w przypadku czerni — do 80 °C), po czym wprowadzić do nich po 1 próbce włókna przygotowanego wg 2.6.3. Naczynia umieścić w aparacie i uruchomić go. W ciągu 10 min doprowadzić temperaturę do 80 ±2 °C, a następnie ogrzewać w taki sposób, aby temperatura wzrastała o 1 °C w ciągu 3 min. Po osiągnięciu wrzenia utrzymać tę temperaturę przez 60 min. W przypadku błękitu, granatu i czerni temperaturę wrzenia utrzymywać w ciągu 90 min. Następnie barwienie zakończyć, wyjąć próbki włókna i płukać je starannie, najpierw w ciepłej, potem w zimnej wodzie bieżącej, aż do stwierdzenia odczynu obojętnego wody płuczącej. Próbki wyjąć i suszyć w stanie luźnym w temperaturze nie przekraczającej 70 °C. Porównać intensywność

ność barwy obu próbek. Porównanie wykonać gołym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

Po ustaleniu zgodnej intensywności barwy wybarwienia badanego z jednym z wybarwień wzorcowych odczytać koncentrację barwnika badanego w tabl. 1 kol. 5.

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

2.8. Oznaczanie zdolności zabarwiania innych włókien poza poliakrylonitrylowym

2.8.1. Aparatura — wg 2.6.1.

2.8.2. Materiały, odczynniki i roztwory

a) Anionowy środek piorący, którego podstawowym składnikiem jest siarczanowany lub sulfonowany związek alkilowy.

b) Niejonowy środek piorący, którego podstawowym składnikiem jest etoksylogowany alkilofenol.

c) Fosforan trójsodowy 12-wodny.

d) Kwas octowy, roztwór 30-procentowy.

e) Octan sodowy.

f) Amoniak, roztwór 25-procentowy.

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

h) Włókno poliakrylonitrylowe 100-procentowe w postaci przędzy lub tkaniny o splocie płóciennym lub zgrzeblone w postaci luźnej, nie apreturowane, nie bielone rozjaśnierzami optycznymi i nie podbarwiane.

i) Włókno wełniane 100-procentowe, przędza lub tkanina o splocie płóciennym.

j) Włókno wiskozowe 100-procentowe, przędza lub tkanina o splocie płóciennym.

k) Tkanina specjalna (z efektami) składająca się z:
bawełny bielonej,
jedwabiu poliestrowego,
jedwabiu wiskozowego,
jedwabiu naturalnego,
jedwabiu octanowego błyszczącego,
wełny,
włókna poliakrylonitrylowego,
bawełny merceryzowanej.

2.8.3. Przygotowanie włókna do badania. Do badania przeznaczają się próbki włókna wg zestawu 1 i 2, odważając włókno z dokładnością do 0,1 g:

zestaw 1

— 2,5 g włókna poliakrylonitrylowego,

— 2,5 g włókna wełnianego;

zestaw 2

— 2,5 g włókna poliakrylonitrylowego,

— 2,5 g włókna wiskozowego.

Dopuszcza się zestaw 3 — 5,0 g włókna poliakrylonitrylowego oraz tkaniny specjalnej pasek o szerokości 15 ÷ 20 mm.

Przed odważeniem próbek, odpowiednie włókna poddać praniu w pralnicach, aparatach do barwienia lub ręcznie w roztworze piorącym przygotowanym wg tabl. 2.

Tablica 2

Włókno	Dodatki do kąpieli piorącej g/dm ³	Temperatura kąpieli piorącej °C	Czas prania min	Krotność kąpieli g:cm ³
poliakrylonitrylowe	Niejonowy środek piorący 1 Fosforan trójsodowy 1	60	20	1:60
wełniane	Anionowy środek piorący 2 Amoniak 4	45	20	1:60
wiskozowe	Anionowy środek piorący 0,5	90	30	1:60

Po praniu włókno płukać najpierw w ciepłej, potem w zimnej wodzie bieżącej, aż do stwierdzenia odczynu obojętnego wody płuczącej. Po zakończeniu płukania wysuszyć włókno w stanie luźnym w temperaturze nie przekraczającej 70 °C.

2.8.4. Wykonanie oznaczania. Kąpiele barwiące z barwnika badanego i wzorcowego przygotować wg 2.6.4. Kąpiele zawierać powinny ilość barwnika potrzebną do uzyskania 1-procentowego wybarwienia, przy uwzględnieniu koncentracji oznaczonej wg 2.6. Barwienie, płukanie i suszenie wykonać wg 2.6.5.

2.8.5. Ocena wyników. Porównać zabarwienie włókien barwionych równocześnie z włóknem poliakrylonitrylowym z takimi samymi włóknami nie poddanymi barwieniu. Porównanie przeprowadzić w warunkach zgodnych z 2.6.5. Różnicę ocenić za pomocą szarej skali do oceny stopnia zabrudzenia bieli wg PN-63/P-04907. Wynik podać w stopniach.

2.9. Oznaczanie trwałości na wodę. Wykonać wg PN-63/P-04910 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.6 o intensywności 1/1 kolekcji pomocniczej.

2.10. Oznaczanie trwałości na wodę morską wykonać wg PN-63/P-04911 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.11. Oznaczanie trwałości na pranie w temperaturze 60 °C wykonać wg PN-71/P-04912 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.12. Oznaczanie trwałości na pot wykonać wg PN-71/P-04913 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.13. Oznaczanie trwałości na folowanie w środowisku alkalicznym wykonać wg PN-68/P-04932 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.14. Oznaczanie trwałości na dekatyzowanie wykonać wg PN-57/P-04936 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.15. Oznaczanie trwałości na prasowanie wilgotne wykonać wg PN-73/P-04914 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.16. Oznaczanie trwałości na tarcie wykonać wg PN-63/P-04908 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.17. Oznaczanie trwałości na rozpuszczalniki organiczne wykonać wg PN-73/P-04923 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.18. Oznaczanie trwałości na parę wodną nasyconą wykonać wg BN-77/6040-04 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.19 Oznaczanie trwałości na światło dzienne wykonać wg PN-63/P-04909 lub na światło sztuczne wg PN-68/P-04943 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.20. Wykrywanie i oznaczanie zjawiska fotochromii wykonać wg BN-81/6041-33 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.21. Oznaczanie trwałości na rodanek sodowy

2.21.1. Roztwory. Rodanek sodowy cz. roztwór 10-procentowy.

2.21.2. Przygotowanie roztworów barwnika. Odważyć 1 g barwnika badanego (lub odpowiednio przeliczoną ilość barwnika w postaci płynu) z dokładnością do 0,01 g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, dodać około 700 cm³ wody i po rozpuszczeniu barwnika uzupełnić wodą do kreski.

W taki sam sposób sporządzić roztwór z barwnika wzorcowego.

2.21.3. Wykonanie oznaczania. Do 2 jednakowych cylindrów pomiarowych pojemności 500 cm³ odmierzyć 250 cm³ roztworu barwnika badanego i wzorcowego przygotowanych wg 2.21.2. Następnie do każdego cylindra dodać po 2,5 cm³ roztworu rodanku sodowego wg 2.21.1. Roztwory wymieszać i pozostawić w temperaturze otoczenia na 24 h. Następnie porównać roztwory i określić słownie ewentualne zmętnienie roztworu lub wytrącenie osadu.

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-70/6041-20

- a) poszerzono zakres stosowania metod badań o barwniki w postaci płynu,
- b) wprowadzono oznaczanie rozpuszczalności w 30 i 90 °C zamiast 80 °C,
- c) wprowadzono oznaczanie pH 1-procentowego roztworu barwnika zamiast 2-procentowego,
- d) uaktualniono metodę barwienia,
- e) wyeliminowano oznaczanie jednorodności i tożsamości barwnika,
- f) wprowadzono oznaczanie temperatury zamrażania (dla płynów), zjawiska fotochromii, trwałości na parę wodną nasyconą oraz trwałości na rodanek sodowy.

3. Normy związane

- PN-76/C-04702 Barwniki. Ogólne metody badań
- PN-68/N-02310 Iluminanty i źródła sztucznego światła dziennego
- PN-63/P-04907 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień. Szara skala do oceny stopnia zabrudzenia bieli
- PN-63/P-04908 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na tarcie
- PN-63/P-04909 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na światło dzienne
- PN-63/P-04910 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na wodę
- PN-63/P-04911 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na wodę morską
- 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-57/P-04936 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na dekatyzowanie

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

BN-77/6040-04 Barwniki i pigmenty. Oznaczanie trwałości na działanie pary wodnej nasyconej

BN-81/6041-33 Środki barwiące. Metoda wykrywania i oznaczania zjawiska fotochromii

BN-78/6041-47 Pigmenty poloprintowe. Metody badań

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

4. Normy zagraniczne

RWPG СТ СЭВ 2717-80 Красители катионные. Метод определения способности к окрашиванию балокнистых материалов — zgodna z metodą oznaczania zdolności zabarwiania innych włókien poza poliakrylonitrylowym, z wyjątkiem intensywności wykonywanych wybarwień.

СТ СЭВ 2442-80 Класители катионные. Метод определения концентрации и оттенка — zgodna z metodą oznaczania koncentracji i odcienia, z wyjątkiem intensywności wykonywanych wybarwień.

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