

BARWNIKI I PIGMENTY	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86
	Barwniki reaktywne helaktynowe i polaktynowe do włókien celulozowych	6041-19
	Metody badań	Zamiast BN-76/6041-19
		Grupa katalogowa 1029

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań barwników reaktywnych helaktynowych typu dichlorotriazynowych, monochlorotriazynowych, barwników reaktywnych polaktynowych typu chlorowinylosulfonowych oraz barwników reaktywnych typu winylosulfonowych, stosowanych do barwienia i drukowania włókien celulozowych.

1.2. Rodzaje badań

- oznaczanie rozpuszczalności,
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie,
- oznaczanie pylistości,
- oznaczanie pH,
- oznaczanie koncentracji,
- oznaczanie odcienia,
- oznaczanie stopnia związania,
- oznaczanie stabilności kąpieli napawających i farb drukarskich,
- oznaczanie trwałości na tarcie,
- oznaczanie trwałości na wodę,
- oznaczanie trwałości na pranie,
- oznaczanie trwałości na wodę morską,
- oznaczanie trwałości na pot,
- oznaczanie trwałości na światło sztuczne,
- oznaczanie trwałości na chlor,
- oznaczanie trwałości na bielenie nadtlenkami,
- oznaczanie trwałości na gotowanie w sodzie,
- oznaczanie trwałości na merceryzację,
- oznaczanie trwałości na rozpuszczalniki organiczne,
- oznaczanie trwałości na kwasy,
- oznaczanie trwałości na alkalia,
- oznaczanie trwałości na prasowanie.

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie rozpuszczalności wykonać wg BN-74/6044-14 metodą sączkową, przy czym:

- dla barwników helaktynowych F (dichlorotriazynowych)

— w wodzie destylowanej
oraz

— w 6% roztworze chlorku sodowego, rozpuszczając barwnik w temperaturze 50 lub 70°C, w zależności od postanowień normy przedmiotowej i sącząc po ochłodzeniu do temperatury $20 \pm 2^\circ\text{C}$;

b) dla barwników helaktynowych D i D-E (monochlorotriazynowych) i polaktynowych (chlorowinylosulfonowych)

— w wodzie destylowanej
oraz

— w 6% roztworze chlorku sodowego, rozpuszczając barwnik w temperaturze 70°C i sącząc po ochłodzeniu do temperatury $50 \pm 2^\circ\text{C}$ oraz

— w wodzie destylowanej,

— w 10% roztworze mocznika,

— w 1% roztworze siarczanu sodowego bezwodnego,

rozpuszczając barwnik w temperaturze 70°C i sącząc po ochłodzeniu roztworu do temperatury $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

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

2.3. Oznaczanie pylistości — wg PN-76/C-04702 metodą wizualną.

2.4. Oznaczanie pH — wg PN-76/C-04702 p. 2.5.

2.5. Oznaczanie koncentracji

2.5.1. Wytyczne ogólne. W zależności od normy przedmiotowej, koncentrację barwnika badanego oznaczać przez porównanie próbek włókna wybarwionego barwnikiem badanym i barwnikiem wzorcowym, w takich samych warunkach, jedną z następujących metod:

- metodą wyciągową,
- metodą termicznego utrwalania „Thermofix”,
- metodą „Napawanie-suszenie-parowanie”,
- metodą druku.

2.5.2. Oznaczanie koncentracji przy barwieniu metodą wyciągową

2.5.2.1. Aparatura. Barwiarka mechaniczna z naczyniami do barwienia porcelanowymi lub ze stali nierdzewnej, pojemności 500 ml. Dopuszcza się stosowanie zwykłych łaźni farbiarskich.

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 30 kwietnia 1986 r.
jako norma obowiązująca od dnia 30 listopada 1987 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1987, poz. 13)

2.5.2.2. Odczynniki i roztwory

- a) Chlorek sodowy cz.,
- b) Fosforan trójsodowy cz. ($\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$), roztwór 25%(m/m) lub węglan sodowy cz., roztwór 25%(m/m),
- c) Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 32,5%(m/m),
- d) Środek piorący niejonowy,
- e) Środek piorący anionowy.

2.5.2.3. Przygotowanie włókna do barwienia. Do barwienia stosować próbki o masie $10 \pm 0,1$ g włókna bawełnianego w postaci przędzy bawełnianej tex 40×2 lub 30×2, dzianiny lub tkaniny bawełnianej typu satyna albo o splocie płóciennym.

Próbki włókna bawełnianego powinny być bielone (bez użycia rozjaśniaczy optycznych), merceryzowane, nieapretowane i niepodbarwione.

Próbki bezpośrednio przed barwieniem prać w kąpieli piorącej zawierającej 1 g/l środka piorącego wg 2.5.2.2d), w temperaturze $80 \pm 5^\circ\text{C}$ w ciągu 20 min. Po tym czasie, próbki dokładnie wypłukać, odżąć i pozostawić do ostygnięcia w temperaturze pokojowej.

2.5.2.4. Skład kąpieli barwiącej. W zależności od typu barwnika, kąpiel barwiąca ma następujący skład:

- a) dla barwników helaktynowych F (dichlorotriazynowych)

2% barwnika (w stosunku do masy włókna),

60 g/l chlorku sodowego,

3 g/l fosforanu trójsodowego lub 4 g/l węglanu sodowego;

- b) dla barwników winylosulfonowych

2% barwnika (w stosunku do masy włókna),

50 g/l chlorku sodowego,

1 ml/l wodorotlenku sodowego, roztworu 32,5%(m/m),

4 g/l węglanu sodowego;

- c) dla barwników helaktynowych D-E (monochlorotriazynowych)

2% barwnika (w stosunku do masy włókna),

80 g/l chlorku sodowego,

15 g/l fosforanu trójsodowego lub 20 g/l węglanu sodowego i 3 ml/l wodorotlenku sodowego, roztworu 32,5%(m/m).

Masę barwnika podano dla barwnika o koncentracji typowej, 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.

2.5.2.5. Wykonanie oznaczania. W zależności od typu barwnika, wykonanie oznaczania przeprowadzić jednym z poniższych sposobów:

- a) Barwienie barwnikami helaktynowymi F

Do dwóch naczyń do barwienia wg 2.5.2.1 wprowadzić po $0,2 \pm 0,005$ g barwnika badanego i wzorcowego, dodać po 300 ml wody w temperaturze około 30°C i po rozpuszczeniu barwnika dodać około 18 g chlorku sodowego, rozpuścić, doprowadzić kąpiele do temperatury $30 \pm 2^\circ\text{C}$. Do kąpieli wprowadzić po 1 próbce włókna przygotowanego wg 2.5.2.3 (krotność kąpieli 1:30).

Barwienie prowadzić przy ciągłym mieszaniu w temperaturze $30 \pm 2^\circ\text{C}$ w ciągu 30 min. Następnie włókno wyjąć, do każdej kąpieli dodać po 1,8 ml roztworu fosforanu sodowego wg 2.5.2.2b) lub 2,4 ml roztworu węglanu sodowego, włożyć ponownie włókno, barwić 10 min, po czym ponownie dodać takie same ilości roztworu fosforanu sodowego lub węglanu sodowego. Barwienie kontynuować przez 40 min.

Wybarwione próbki wyjąć, wyżąć i płukać w wodzie bieżącej najpierw 8 min, potem w wodzie wrzącej również 8 min (krotność kąpieli 1:30). Następnie próbki prać w roztworze zawierającym 1 g/l środka piorącego wg 2.5.2.2d) i 1 g/l środka piorącego wg 2.5.2.2e) (krotność kąpieli 1:30) w temperaturze wrzenia w ciągu 15 min. Po tym czasie, wybarwienia wyjąć, płukać w bieżącej wodzie w ciągu 2 min, wyżąć i suszyć w temperaturze nie wyższej niż 70°C .

- b) Barwienie barwnikami winylosulfonowymi

Do kąpieli barwiących wg 2.5.2.4b) o krotności 1:30, jedna z barwnikiem badanym, druga z wzorcowym, o temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$, wprowadzić po 1 próbce włókna przygotowanego wg 2.5.2.3 i barwić 30 min przy ciągłym mieszaniu, utrzymując tę temperaturę. Następnie temperaturę kąpieli podwyższyć do $60 \pm 2^\circ\text{C}$ i barwić w niej jeszcze 60 min. Dopuszcza się dodawanie soli i alkaliów w 2-3 porcjach. Po zakończeniu barwienia próbki, wyjąć, wyżąć oraz płukać i prać wg a).

- c) Barwienie barwnikami helaktynowymi D-E

Barwienie wykonać wg a), z tym że temperatura kąpieli, do której wprowadza się próbkę włókna oraz temperatura barwienia wynosi $80 \pm 2^\circ\text{C}$. Poza tym, po 30 min barwienia do kąpieli dodaje się połowę alkaliów, barwi się 10 min, dodaje pozostałą porcję alkaliów i barwi się przez dalsze 60 min. Wybarwione próbki płukać, prać i suszyć wg a).

2.5.2.6. Ocena wyników. Koncentrację określić przez porównanie głębokości (intensywności) wybarwień wykonanych przy użyciu barwnika badanego i wzorcowego. Porównanie wykonać nie uzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

W przypadku stwierdzenia niejednakowej głębokości barwy porównywanych wybarwień, należy powtórzyć barwienie ze zmniejszoną lub zwiększoną o 5, 10, 15% itd. ilością barwnika wzorcowego, aż do uzyskania wybarwienia o zgodnej głębokości.

Koncentrację barwnika badanego (X) obliczyć w procentach w stosunku do barwnika-typu wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

m_1 — masa barwnika wzorcowego dająca wybarwienie zgodne pod względem głębokości z wybarwieniem badanym, g,

m — masa barwnika badanego, g.

Dla oceny różnicy barwy porównywanych barwników, dopuszcza się pomiar wybarwień w świetle odbi-

tym na urządzeniach przeznaczonych do oznaczania składowych trójkromatycznych XYZ.

2.5.3. Oznaczanie koncentracji przy barwieniu metodą termicznego utrwalania Thermofix (metoda A)

2.5.3.1. Aparatura

- Napawarka laboratoryjna.
- Dogrzewacz laboratoryjny z regulacją temperatury do 200°C.

2.5.3.2. Odczynniki

- Mocznik cz.
- Węglan sodowy cz.
- Wodorowęglan sodowy cz.
- Nitrol S (*m*-nitrobenzenosulfonian sodowy).

2.5.3.3. Przygotowanie tkaniny do barwienia. Do barwienia przeznacza się próbki o wymiarach 10×25 cm (jeżeli użyty typ napawarki nie wymaga innych wymiarów próbki) tkaniny bawełnianej, merceryzowanej, białej bez użycia rozjaśniaczy optycznych, nie apretowanej typu satyna lub o splocie płóciennym.

2.5.3.4. Przygotowanie kąpieli napawającej. W zależności od barwy, do barwienia należy użyć barwnika badanego i wzorcowego w ilości podanej w tabl. 1, jeżeli w normie przedmiotowej nie przewidziano inaczej.

Tablica 1

Barwa barwnika	Masa barwnika g
Czerń	80
Granat i brunat	50
Inne barwy	30

Badany barwnik zmieszany z mocznikiem i Nitrolem S rozpuścić w niewielkiej ilości wody o temperaturze 40 ± 2°C, bezpośrednio przed napawaniem dodać węglanu lub wodorowęglanu sodowego i uzupełnić wodą o temperaturze pokojowej do wymaganej objętości. Wszystkie odczynniki odważone z dokładnością do 0,2 g dodawać w ilościach:

a) dla barwników helaktynowych D (monochlorotriazynowych)

- x g barwnika (wg tabl. 1),
- 200 g mocznika,
- 10 g Nitrolu S,
- 15 g węglanu sodowego,
- wody w ilości uzupełniającej do 1 l,

b) dla barwników polaktynowych (chlorowinylosulfonowych) — analogicznie jak w poz. a), stosując zamiast węglanu sodowego — 10 g wodorowęglanu sodowego.

W taki sam sposób przygotować kąpiel barwnika wzorcowego.

2.5.3.5. Wykonanie oznaczania. W napawarce laboratoryjnej, zawierającej kąpiel napawającą o temperaturze 20 ÷ 30°C, przygotowaną wg 2.5.3.4 napawać próbkę tkaniny wg 2.5.3.3. Napawanie serii próbek przeprowadzić przy takim docisku, aby masa próbki tkaniny wzrosła o 80 ÷ 100% w stosunku do suchej próbki.

Wybarwione próbki tkaniny wysuszyć w temperaturze pokojowej lub w suszarce w stanie napiętym w temperaturze nie wyższej niż 70°C. Należy unikać przesuszenia próbki. Wybarwione próbki poddać utrwalaniu w dogrzewaczu w następujących warunkach:

a) barwniki helaktynowe D
w temperaturze 140°C w ciągu 5 min
lub

w temperaturze 200°C w ciągu 30 s,

b) barwniki polaktynowe

w temperaturze 140°C w ciągu 3 min

lub

w temperaturze 200°C w ciągu 15 s.

Utrwalone wybarwienia płukać, prać i suszyć wg 2.5.2.5a).

2.5.3.6. Ocena wyników — wg 2.5.2.6.

2.5.4. Oznaczanie koncentracji przy barwieniu metodą termicznego utrwalania „Thermofix” (metoda B)

2.5.4.1. Aparatura

- Napawarka laboratoryjna.
- Dogrzewacz z regulacją temperatury do 160°C.

2.5.4.2. Odczynniki i roztwory

- Mocznik cz.
- Węglan sodowy cz., roztwór 20%.
- Środek zwilżający niejonowy.

2.5.4.3. Przygotowanie tkaniny do barwienia — wg 2.5.3.3.

2.5.4.4. Przygotowanie roztworu barwnika. Odważyć 5 ± 0,005 g badanego barwnika, przenieść do zlewki pojemności 250 ml, zalać 150 ml wody o temperaturze 70 ± 5°C, dodać 0,5 g środka zwilżającego i 22 g mocznika. Zawartość zlewki mieszać aż do rozpuszczenia, następnie ochłodzić do temperatury 20 ÷ 25°C, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 ml i uzupełnić wodą do kreski.

W analogiczny sposób przygotować roztwór barwnika wzorcowego.

2.5.4.5. Przygotowanie kąpieli napawającej. Do zlewki pojemności 200 ml wprowadzić pipetą kalibrowaną 40 ml roztworu badanego barwnika przygotowanego wg 2.5.4.4, 5 ml wody o temperaturze 20 ÷ 25°C i dokładnie wymieszać.

Bezpośrednio przed napawaniem do roztworu dodać 5 ml roztworu węglanu sodowego wg 2.5.4.2b). W analogiczny sposób przygotować kąpiel napawającą zawierającą barwnik wzorcowy.

2.5.4.6. Wykonanie oznaczania. W napawarce laboratoryjnej zawierającej kąpiel napawającą wg 2.5.4.5 o temperaturze 20 ÷ 25°C, napawać suchą próbkę tkaniny wg 2.5.4.3, przepuścić ją dwukrotnie między wałkami napawarki z prędkością 5 m/min, przy docisku wałków, aby masa próbki tkaniny wzrosła o 80 ÷ 100% w stosunku do suchej próbki. Po napawaniu próbki, tkaniny wysuszyć w temperaturze pokojowej lub w suszarce w stanie napiętym w temperaturze nie wyższej niż 70°C. Wybarwione próbki poddać utrwalaniu w dogrzewaczu w następujących warunkach:

a) barwniki monochlorotriazynowe w temperaturze 160°C w ciągu 2 min,

b) barwniki winylosulfonowe w temperaturze 140°C w ciągu 1 min

utrwalone wybarwienia płukać, prać i suszyć wg 2.5.2.5a).

2.5.4.7. Ocena wyników — wg 2.5.2.6.

2.5.5. Oznaczanie koncentracji przy barwieniu metodą „napawanie — suszenie — parowanie“

2.5.5.1. Aparatura

- a) Napawarka laboratoryjna.
- b) Parownik laboratoryjny.

2.5.5.2. Odczynniki — wg 2.5.3.2.

2.5.5.3. Przygotowanie tkaniny do barwienia — wg 2.5.3.3.

2.5.5.4. Przygotowanie kąpieli napawającej wg 2.5.3.4 biorąc następujące odczynniki w ilościach:

- a) dla barwników helaktynowych D (monochlorotriazynowych)

x g barwnika (wg tabl. 1),

50 g mocznika,

10 g Nitrolu S,

15 g węglanu sodowego,

wody w ilości uzupełniającej do objętości 1 l,

- b) dla barwników polaktynowych (chlorowinylosulfonowych) analogicznie jak w poz. a), stosując zamiast węglanu sodowego 10 g wodorowęglanu sodowego.

2.5.5.5. Wykonanie oznaczania. Napawać i suszyć jak w 2.5.3.5. Utrwalać w parowniku w następujących warunkach:

- a) barwniki helaktynowe D w temperaturze $102 \div 105^{\circ}\text{C}$ w ciągu $6 \div 8$ min,

- b) barwniki polaktynowe w temperaturze $102 \div 105^{\circ}\text{C}$ w ciągu 2 min.

Wybarwienia po utrwaleniu płukać, prać i suszyć wg 2.5.2.5a).

2.5.5.6. Ocena wyników — wg 2.5.2.6.

2.5.6. Oznaczanie koncentracji metodą druku (metoda A)

2.5.6.1. Aparatura

- a) Drukarka laboratoryjna wałowa lub do druku filmowego.

- b) Parownik laboratoryjny lub dogrzewacz laboratoryjny z regulacją temperatury do 200°C .

- c) Mieszadło szybkoobrotowe.

2.5.6.2. Odczynniki i roztwory

- a) Mocznik cz.

- b) Wodorowęglan sodowy cz.

- c) Nitrol S.

- d) Środek piorący niejonowy.

- e) Środek piorący anionowy.

- f) Zagęszczenie alginianowe sporządzone z $25 \div 40$ g alginianu sodowego i wody w ilości uzupełniającej do 1000 g w sposób następujący:

Do wody o temperaturze pokojowej wsypywać mały mi porcjami alginian sodowy przy ciągłym mieszaniu mieszadłem szybkoobrotowym, aż do równomiernego rozprowadzenia alginianu. Następnie przerwać mieszanie i roztwór pozostawić na 4 h w temperaturze pokojowej do całkowitego spęcznienia alginianu.

2.5.6.3. Przygotowanie tkaniny do drukowania — wg 2.5.3.3.

2.5.6.4. Skład farby drukarskiej

- a) dla barwników helaktynowych D (monochlorotriazynowych)

x g barwnika (wg tabl. 1),

100 g mocznika,

200 g wody o temperaturze 80°C ,

500 g zagęszczenia alginianowego,

20 g wodorowęglanu sodowego,

10 g Nitrolu S,

wodę w ilości uzupełniającej do 1000 g,

- b) dla barwników polaktynowych (chlorowinylosulfonowych) taki sam skład jak w poz. a), z tym że wodorowęglanu sodowego 10 g.

Równolegle przygotować farbę drukarską rozjaśnioną 1:2, zawierającą $\frac{1}{3}$ część barwnika badanego w stosunku do ilości wg a) oraz pozostałe odczynniki w ilościach wg a) lub b). Analogicznie przygotować farbę drukarską podstawową i rozjaśnioną z barwnikiem wzorcowym.

2.5.6.5. Przygotowanie farby drukarskiej podstawowej i rozjaśnionej. Farby drukarskie przygotować jedną z dwóch metod, odważając składniki z dokładnością do 0,2 g.

Metoda 1 (konwencjonalna) — przez zmieszanie składników z zachowaniem proporcji i kolejności podanej w 2.5.6.4.

Metoda 2 (przez wsiewanie) — zmieszać składniki jak w metodzie 1 bez barwnika, a następnie do otrzymanego zagęszczenia dodać odpowiednią ilość suchego barwnika i dokładnie wymieszać przy użyciu mieszadła szybkoobrotowego.

2.5.6.6. Wykonanie oznaczania. Próbkę tkaniny przygotowane wg 2.5.3.3. drukować parami na jednym przegrodzonym wałku drukarskim lub szablonie drukarskim farbami drukarskimi podstawowymi z barwnikiem badanym i wzorcowym, przygotowanymi wg 2.5.6.5. Wydruki suszyć w temperaturze $40 \div 80^{\circ}\text{C}$, a następnie utrwać w parowniku lub dogrzewaczu w następujących warunkach:

- a) barwniki helaktynowe D (monochlorotriazynowe) parować w temperaturze $102 \div 105^{\circ}\text{C}$ w ciągu $6 \div 8$ min lub dogrzewać w temperaturze 140°C w ciągu 5 min lub w temperaturze 200°C w ciągu 30 s,

- b) barwniki polaktynowe (chlorowinylosulfonowe) parować w temperaturze $102 \div 105^{\circ}\text{C}$ w ciągu $2 \div 3$ min lub dogrzewać w temperaturze 140°C w ciągu 3 min, lub w temperaturze 200°C w ciągu 15 s. W analogiczny sposób wykonać wydruki farbami rozjaśnionymi (rozjaśnienie 1:2).

Utrwalone wydruki płukać, prać i suszyć wg 2.5.2.5a).

2.5.6.7. Ocena wyników — wg 2.5.2.6, z tym że porównuje się głębokość barwy wydruków wykonanych farbami podstawowymi zawierającymi barwnik badany i wzorcowy oraz wydruki wykonane farbami rozjaśnionymi.

2.5.7. Oznaczanie koncentracji metodą druku (metoda B)

2.5.7.1. Aparatura

- a) Drukarka laboratoryjna.

- b) Parownik laboratoryjny.

- c) Mieszadło szybkoobrotowe.

2.5.7.2. Odczynniki i roztwory

- a) Mocznik cz.

- b) Węglan sodowy cz.

- c) Alginian sodowy.

- d) Benzyna lakowa.
- e) Środek emulgujący niejonowy np. Emulgator BL.
- f) Nitrol S.
- g) Środek piorący niejonowy.

2.5.7.3. Przygotowanie tkaniny do drukowania — wg 2.5.3.3.

2.5.7.4. Skład zagęszczenia. W zależności od typu barwnika oraz wskazań w normie przedmiotowej, stosuje się zagęszczenie półemulsyjne lub zagęszczenie alginianowe o składzie wg tabl. 2 lub tabl. 3. Wszystkie komponenty obydwu zagęszczeń odważyć z dokładnością do 0,1 g.

W analogiczny sposób przygotować farbę rozjaśnioną z farby podstawowej z barwnikiem wzorcowym, przygotowanej wg a).

2.5.7.6. Wykonanie oznaczania. Próbki tkaniny wg 2.5.3.3 drukować parami na jednym przegrodzonym wałku drukarskim farbami podstawowymi przygotowanymi wg 2.5.7.5a) z barwnikiem badanym i barwnikiem wzorcowym. W analogiczny sposób wykonać wydruki farbami rozjaśnionymi przygotowanymi wg 2.5.7.5b). Po naniesieniu farby wydruki suszyć w temperaturze $90 \div 100^{\circ}\text{C}$, parować przez 9 min parą nasyconą w parowniku w temperaturze $102 \div 103^{\circ}\text{C}$.

Tablica 2. Skład zagęszczenia półemulsyjnego

Nazwa komponentów	Ilości komponentów w zależności od koloru i typu barwnika, g		
	dla czerni monochlorotriazynowych	dla pozostałych monochlorotriazynowych i czerni winylosulfonowych	dla winylosulfonowych
1	2	3	4
Środek emulgujący niejonowy	12	12	12
Zagęszczenie alginianowe	14	14	14
Benzyna lakowa	300	300	300
Mocznik	50	150	100
Węglan sodowy	40	20	15
Nitrol S	12	12	12
Woda	572	492	547
	1000	1000	1000

Tablica 3. Skład zagęszczenia alginianowego

Nazwa komponentów	Ilości komponentów w zależności od koloru i typu barwnika, g		
	dla czerni monochlorotriazynowych	dla pozostałych monochlorotriazynowych i czerni winylosulfonowych	dla winylosulfonowych
1	2	3	4
Alginian sodowy	20	20	20
Mocznik	50	150	100
Węglan sodowy	40	20	15
Nitrol S	12	12	12
Woda	878	798	853
	1000	1000	1000

2.5.7.5. Przygotowanie farby drukarskiej

a) Przygotowanie farby podstawowej. Odważyć z dokładnością do 0,001 g i umieścić w zlewce pojemności 150 ml 5 g barwnika badanego (w przypadku czerni — 8 g), dodać 100 g zagęszczenia półemulsyjnego wg tabl. 2 lub zagęszczenia alginianowego wg tabl. 3. Zawartość zlewki mieszać przy użyciu mieszadła do uzyskania jednorodnej postaci. W analogiczny sposób przygotować farbę podstawową z barwnikiem wzorcowym.

b) Przygotowanie farby rozjaśnionej (rozjaśnienie 1:1). W zlewce pojemności 100 ml umieścić 10 g farby podstawowej z barwnikiem badanym przygotowanej wg a), odważonej z dokładnością do 0,001 g. Do farby dodać 10 g zagęszczenia wg tabl. 2 lub tabl. 3. Zawartość zlewki dokładnie wymieszać przy użyciu mieszadła do uzyskania jednorodnej postaci.

Utrwalone wydruki płukać, prać i suszyć wg 2.5.2.5a).

2.5.7.7. Ocena wyników — wg 2.5.6.7 i 2.5.2.6.

2.6. Oznaczanie odcienia. Odcień badanego barwnika określić przez porównanie wybarwień lub wydruków o zgodnej głębokości barwy, wykonanych wg 2.5 barwnikiem badanym i wzorcowym.

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, należy podać charakterystykę słowną tej niezgodności, np. bardziej żółty, bardziej przytłumiony.

Dla oceny różnicy odcienia porównywanych barwników, dopuszcza się pomiar wybarwień w świetle od-

bitym na urządzeniach przeznaczonych do oznaczania składowych trójkromatycznych XYZ.

2.7. Oznaczanie stopnia związania

2.7.1. Oznaczanie stopnia związania barwników helaktynowych F (dichlorotriazynowych) i helaktynowych D-E (monochlorotriazynowych)

2.7.1.1. Zasada metody. Barwnikiem badanym i wzorcowym wykonuje się wybarwienia o głębokości (intensywności) 1/1 wzorca pomocniczego, a następnie poddaje obróbce płukania i prania. W otrzymanych roztworach, po barwieniu, płukaniu i praniu, określa się procentowe zawartości barwnika, stosując jako wzorzec serię rozcieńczeń kąpeli barwiącej lub oznaczając ekstynkcję roztworów za pomocą fotokolorymetru.

Z odpowiednich przeliczeń otrzymuje się stopień związania barwnika z włóknem w procentach.

2.7.1.2. Przyrządy. Przygotować 30 jednakowych probówek szklanych pojemności co najmniej po 150 cm³.

2.7.1.3. Odczynniki i roztwory — wg 2.5.2.2.

2.7.1.4. Włókno do barwienia. Przygotować 8 próbek włókna wg 2.5.2.3, każda o masie 5 g.

2.7.1.5. Przygotowanie roztworów wyjściowych. Sporządzić po 500 ml roztworu barwnika badanego i wzorcowego, dających wybarwienia o głębokości 1/1 wzorca pomocniczego. Roztwory doprowadzić do temperatury 20°C i rozpuścić w nich chlorek sodowy i fosforan trójsodowy w ilości:

- a) dla barwników helaktynowych F — wg 2.5.2.4a),
- b) dla barwników helaktynowych D-E — wg 2.5.2.4c).

Z otrzymanych roztworów pobrać po 400 ml w celu przeprowadzenia barwienia. Resztę roztworów traktować jako próbki roztworów wyjściowych barwnika badanego i barwnika wzorcowego i utrzymywać w takich samych warunkach, jak i roztwór kąpeli barwiącej w trakcie barwienia.

2.7.1.6. Wykonanie barwienia. Do 400 ml kąpeli barwiącej barwnika badanego, przygotowanej wg 2.7.1.5, zanurzyć 4 próbki włókna wg 2.7.1.4 i barwić w warunkach:

- a) dla barwników helaktynowych F — wg 2.5.2.5a),
- b) dla barwników helaktynowych D-E — wg 2.5.2.5c).

W analogiczny sposób wykonać barwienie w roztworze barwnika wzorcowego.

2.7.1.7. Przygotowanie roztworów porównawczych. Próbkę roztworu wyjściowego kąpeli barwiącej wg 2.7.1.5, utrzymaną w warunkach barwienia wg 2.7.1.6, doprowadzić do temperatury pokojowej. Z ochłodzonego roztworu pobrać pipetą pomiarową do kolejnych probówek szklanych wg 2.7.1.2: 20,00; 10,00; 7,50; 5,00; 2,50; 2,00; 1,75; 1,25; 1,00; 0,75; 0,50; 0,25 ml roztworu, uzupełnić wodą do objętości 100 ml i dokładnie wymieszać. W ten sposób powstaje seria rozcieńczeń o zawartości barwnika kolejno: 20; 15; 10; 7,5; 5; 2,5; 2; 1,75; 1,25; 1; 0,75; 0,5 i 0,25% w stosunku do zawartości barwnika we wzorcowym roztworze kąpeli barwiącej, przyjętej za 100%.

Analogicznie przygotować serię rozcieńczeń roztworu barwnika wzorcowego.

2.7.1.8. Wykonanie oznaczania. Po zakończeniu barwienia wg 2.7.1.6, próbki wyjąć, wyżąć do około 100-procentowego przyrostu masy w stosunku do masy suchych próbek; odżęty z próbki płyn wlać do pozostałej po barwieniu kąpeli i uzupełnić wodą do objętości 400 ml.

Jedną z próbek, bezpośrednio po odżęciu, wysuszyć w temperaturze 70 ± 5°C. Z kąpeli barwiącej odlać 100 ml i roztwór przechować.

Wybarwione trzy próbki włókna poddać obróbce płukania w warunkach wg tabl. 4.

Po każdym etapie wyjąć z kąpeli jedną próbkę włókna i wyżąć. Odżęty płyn połączyć z odpowiednią kąpielą i uzupełnić wodą do pierwotnej objętości danej kąpeli.

W ten sposób otrzymuje się 5 roztworów:

- a) roztwór początkowy barwnika (roztwór wyjściowy wg 2.7.1.5),
- b) roztwór nr I — pozostała po barwieniu kąpiel farbiarska (wg 2.7.1.8),
- c) roztwór nr II — kąpiel płuczająca w temperaturze pokojowej (po etapie I),
- d) roztwór nr III — kąpiel płuczająca w temperaturze 70°C (po etapie 2),
- e) roztwór nr IV — kąpiel piorąca w temperaturze 95°C (po etapie 3).

Z roztworów nr I do IV przelewa się po 100 cm³ roztworu do szklanych probówek, identycznych z tymi, w których sporządzono serię roztworów porównawczych i porównuje się wizualnie intensywność zabarwienia tych roztworów z intensywnościami kolejnych roztworów porównawczych przygotowanych wg 2.7.1.7, ustalając w ten sposób procent barwnika w kąpielach. Ponieważ po barwieniu kąpiel farbiarska (roztwór nr I) zawiera więcej niż 20% barwnika, co przewyższa górną granicę sporządzonej do porównania serii rozcieńczeń, należy pobraną z tej kąpeli próbę rozcieńczyć np. w stosunku 1:20 i dopiero wtedy porównywać z serią rozcieńczeń, a następnie wynik pomnożyć przez 20. W przypadku zastosowania fotokolorymetru, jako roztwór odniesienia stosować wodę. Z otrzymanych wyników obliczyć stopień związania (X_2) w procentach wg wzoru

$$X_2 = 100 - (A + B + C + D) \quad (2)$$

w którym:

- A — zawartość barwnika w roztworze I, %,
- B — zawartość barwnika w roztworze II, %,
- C — zawartość barwnika w roztworze III, %,
- D — zawartość barwnika w roztworze IV, %,
- 100 — zawartość barwnika w kąpeli farbiarskiej, %.

2.7.2. Oznaczanie stopnia związania barwników helaktynowych D i polaktynowych (monochlorotriazynowych i chlorowinylosulfonowych)

2.7.2.1. Zasada metody. Z wybarwień lub wydruków o głębokości 1/1 wzorca pomocniczego, po utrwaleniu, wycina się jednakowe próbki przed praniem i po praniu. Probki rozpuszcza się w kwasie siarkowym i w otrzymanych roztworach określa absorbancję na

Tablica 4

Etap nr	Liczba próbek włókna sztuk	Kąpiel	Objętość kąpeli ml	Czas obróbki min
1	3	woda o temperaturze pokojowej	300	10
2	2	woda o temperaturze 70°C	200	10
3	1	woda + środek piorący ¹⁾ o temperaturze 95°C	100	15

¹⁾ Stosować środki piorące wg 2.5.2.2d) i 2.5.2.2e) w ilości 2 g/l kąpeli (zmieszane w stosunku 1:1).

fotokolorymetrze. Ze stosunku otrzymanych wartości oblicza się w procentach stopień związania barwnika.

2.7.2.2. Aparatura, przyrządy i odczynniki

a) Fotokolorymetr typu Spekol lub inny o podobnej czułości.

b) Kolby pomiarowe pojemności 50 ml z doszlifowanymi korkami.

c) Kwas siarkowy (H_2SO_4) cz.d.a., roztwór 70%(m/m).

2.7.2.3. Przygotowanie próbek do badania. Do badania przeznaczają się próbki tkanin wg 2.5.3.3, wybarwione lub wydrukowane barwnikiem badanym i wzorcowym o głębokości 1/1 wzorca pomocniczego metodą wskazaną w odpowiedniej normie przedmiotowej.

2.7.2.4. Wykonanie oznaczania. Na utrwalonych, wysuszonych wybarwieniach lub wydrukach zaznaczyć kontury sześciu próbek o jednakowej powierzchni, każda około 1 cm². Trzy próbki wyciąć, przenieść do osobnych 3 kolb pomiarowych. Pozostałą część tkaniny płukać, prać i suszyć wg 2.5.2.5a). Z wysuszonej tkaniny wyciąć wg uprzednio zaznaczonych konturów trzy próbki i umieścić je w 3 kolejnych kolbach pomiarowych. Do kolb dodać po 20 ml roztworu kwasu siarkowego, zamknąć korkiem i pozostawić w temperaturze pokojowej na 1 h w celu spęcznienia włókna. Następnie kolby przenieść do lodówki, ochłodzić do temperatury 4 ÷ 6°C i utrzymywać w tej temperaturze 20 h. Kolby wyjąć z lodówki i pozostawić w temperaturze pokojowej przez co najmniej 1 h, lecz nie dłużej niż 3 h. Następnie w otrzymanych roztworach oznaczyć wartości absorbancji na fotokolorymetrze. Pomiar wykonywać przy takiej długości fali, przy której roztwory wykazą maksimum absorpcji. Równolegle wykonywać oznaczanie dla barwnika wzorcowego.

Stopień związania (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{E_p}{E_n} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

E_p — średnia arytmetyczna absorbancji roztworów otrzymanych z 3 próbek pranych,

E_n — średnia arytmetyczna absorbancji roztworów otrzymanych z 3 próbek niepranych.

Jako roztwór odniesienia stosować roztwór kwasu siarkowego wg 2.7.2.2c) z próbką tkaniny identyczną jak badana, lecz nie barwioną i nie drukowaną, przechowywany w takich samych warunkach jak roztwory badane.

2.8. Oznaczanie stabilności kąpeli napawającej i farb drukarskich barwników helaktynowych D i polaktynowych (monochlorotriazynowych i chlorowinylosulfonowych)

2.8.1. Zasada metody. Wykonuje się szereg wybarwień lub wydruków badanym i wzorcowym barwnikiem w określonych odstępach czasu od momentu sporządzenia kąpeli napawającej lub farby drukarskiej i każdorazowo porównuje się z wybarwieniem lub wydrukiem otrzymanym ze świeżo sporządzonej kąpeli. Różnicę w głębokości barwy porównywanych próbek ocenia się w procentach. Za stabilność kąpeli farbiarskiej lub farby drukarskiej przyjmuje się maksymalny czas przechowywania, po którym następuje nie większy niż 10-procentowy spadek głębokości wybarwienia.

2.8.2. Wykonanie oznaczania. Należy przygotować sześciokrotnie większą objętość kąpeli napawającej i farby drukarskiej niż przy oznaczaniu koncentracji. Kąpiel napawającą i farbę drukarską zabezpieczyć przed wysychaniem.

Stabilność kąpeli napawającej oznaczyć, wykonując wybarwienia na tkaninie wg 2.5.3.3 metodą wg 2.5.3 lub 2.5.5, natychmiast po przygotowaniu kąpeli, a następnie po 2, 5, 10, 24 i 48 h po przygotowaniu kąpeli.

Stabilność farby drukarskiej oznaczyć, wykonując wydruki na tkaninie wg 2.5.3.3 metodą wg 2.5.6, natychmiast po przygotowaniu farby, po 24, 48 h, po 4 dniach, po 1 tygodniu i po 2 tygodniach po przygotowaniu farby.

Równolegle wykonuje się wybarwienia lub wydruki ze świeżo sporządzonej kąpeli napawającej lub farby drukarskiej.

Porównania głębokości wybarwień lub wydruków przeprowadzić w warunkach zgodnych z 2.5.2.6.

2.8.3. Wynik końcowy oznaczania. Za stabilność kąpeli barwiącej lub farby drukarskiej przyjmuje się maksymalny czas, podczas którego stwierdza się stałość układu barwiącego.

Wynik podaje się w godzinach, dniach lub tygodniach, licząc od sporządzenia kąpeli farbiarskiej lub farby drukarskiej do chwili, gdy wykonane nimi wybarwienia lub wydruk zacznie wykazywać zauważalne nie uzbrojonym okiem różnice intensywności, lecz nie większe niż 10% w stosunku do równolegle otrzymanego wybarwienia lub wydruku ze świeżo sporządzonych kąpeli lub farby drukarskiej badanego barwnika.

2.9. Przygotowanie wybarwień i wydruków do badania trwałości. Wybarwienia należy przygotować jedną z metod wg 2.5 w zależności od wskazań w odpowiedniej normie przedmiotowej, o głębokości (intensywności)

1/1 wzorca pomocniczego na tkaninie wskazanej w odpowiedniej normie przedmiotowej.

2.10. Oznaczanie trwałości na tarcie suche i mokre wykonać wg PN-63/P-04908 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.11. Oznaczanie trwałości na wodę wykonać wg PN-63/P-04910 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.12. Oznaczanie trwałości na pranie w temperaturze 95°C wykonać metodą 4 wg PN-71/P-04912 na wybarwieniach wg 2.9.

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

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

2.15. Oznaczanie trwałości na światło sztuczne wykonać wg PN-68/P-04943 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.16. Oznaczanie trwałości na chlor wykonać wg PN-63/P-04916 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.17. Oznaczanie trwałości na bielenie nadtlenkami wykonać wg PN-57/P-04921 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.18. Oznaczanie trwałości na gotowanie w sodzie wykonać wg PN-57/P-04920 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.19. Oznaczanie trwałości na merceryzację wykonać wg PN-57/P-04926 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

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

2.21. Oznaczanie trwałości na kwasy wykonać wg PN-63/P-04918 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

2.22. Oznaczanie trwałości na alkalia wykonać wg PN-57/P-04917 na wybarwieniach przygotowanych wg 2.9.

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

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-76/6041-19

a) wprowadzono nazwy chemiczne, uwzględniające układy reaktywne występujące w tej grupie barwników,

b) wprowadzono oznaczanie koncentracji i odcienia barwników typu winylosulfonowych metodą wyciągową, Thermofix i druku,

c) uściślono temperaturę barwienia barwnikami helaktynowymi F metodą wyciągową, podając $30 \pm 2^\circ\text{C}$ zamiast dotychczasowej $20 \div 30^\circ\text{C}$,

d) przy ocenie różnicy barwy dopuszczono pomiar wybarwień na urządzeniach do oznaczania składowych tróchromatycznych XYZ,

e) wprowadzono dodatkowo Metody B oznaczania koncentracji i odcienia w barwieniu metodą Thermofix i w barwieniu metodą druku, opracowane zgodnie z CT CЭB 3852-82, pozostawiając dotychczasowe metody jako Metoda A.

3. Normy międzynarodowe

RWPG CT CЭB 3852-82 Красители активные. Методы определения концентрации и оттенка — norma zgodna w zakresie metod oznaczania koncentracji i odcienia.

4. Normy związane

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

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-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-63/P-04916 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na bielenie podchlorynem

PN-75/P-04917 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na alkalia

PN-63/P-04918 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na kwasy

PN-57/P-04920 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na gotowanie w sodzie

PN-57/P-04921 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na bielenie nadtlenkami

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

PN-57/P-04926 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na merceryzację

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

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

5. Autorzy projektu normy — inż. Irena Sekuła, mgr inż. Antoni Maciejewski — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA, Łódź.