

BARWNIKI I PIGMENTY	NORMA BRANŻOWA	BN-77
	Barwniki siarkowe rozpuszczalne w wodzie	6041-46
	Metody badań	
		Grupa katalogowa X 23



1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań barwników siarkowych rozpuszczalnych w wodzie, stosowanych do barwienia wyrobów z włókien celulozowych naturalnych i sztucznych.

1.2. Rodzaje badań

- oznaczanie suchej substancji,
- oznaczanie stopnia rozpuszczalności w wodzie.
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie,
- oznaczanie popiołu,
- oznaczanie pH roztworu wodnego,
- oznaczanie koncentracji,
- oznaczanie odcienia,
- oznaczanie trwałości na wodę,
- oznaczanie trwałości na pranie,
- oznaczanie trwałości na pot,
- oznaczanie trwałości na merceryzację,
- oznaczanie trwałości na prasowanie wilgotne,
- oznaczanie trwałości na tarcie suche i mokre,
- oznaczanie trwałości na światło sztuczne.

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie zawartości suchej substancji. Około 10 g barwnika w paście odważyć z dokładnością do 0,001 g w naczynku wagowym, uprzednio wysuszonym do stałej masy w temperaturze $100 \div 105^\circ\text{C}$ i zważonym z dokładnością do 0,0002 g.

Całość suszyć w temperaturze $100 \div 105^\circ\text{C}$ do stałej masy i po ostygnięciu w eksykatorze zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Za stałą masę należy przyjąć masę różniącą się przy dwóch kolejnych ważeniach nie więcej niż o 0,001 g.

Zawartość suchej substancji (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

- m_2 — masa naczynka z pozostałością po suszeniu, g,
 m_1 — masa naczynka, g,
 m — odważka barwnika, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,2%.

2.2. Oznaczanie stopnia rozpuszczalności w wodzie

2.2.1. Oznaczanie stopnia rozpuszczalności w wodzie barwników w proszku wykonać wg BN-74 6044-14 metodą sączkową, z tą różnicą, że po dodaniu do barwnika wody całość ogrzać do wrzenia i niezwłocznie przesączyć przez 3 sączki ilościowe miękkie typu VEB 388.

2.2.2. Oznaczanie stopnia rozpuszczalności w wodzie barwników w paście wykonać jak przy barwnikach w proszku stosując:

- odważkę barwnika (X_2) w gramach, obliczoną wg wzoru

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{X_1} \quad (2)$$

w którym:

- m — ilość badanego barwnika wg BN-74/6044-14 (tablica), g,
 X_1 — zawartość suchej substancji barwnika w paście wg 2.1, %,

- wodę do rozpuszczania (X_3) w cm^3 obliczoną wg wzoru

$$X_3 = 250 - (X_2 - m) \quad (3)$$

w którym:

- X_2 — odważka barwnika wg poz. a), g,
 m — wg poz. a).

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
 Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
 dnia 15 października 1977 r. jako norma obowiązująca
 od dnia 1 lipca 1978 r. (Dz. Norm. i Miar nr 3/1978 poz. 17)

2.3. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie — wg PN-76/C-04702, z tą różnicą, że do barwnika należy dodać wody zimnej, wymieszać, całość ogrzać do 50°C i utrzymywać w tej temperaturze w ciągu 30 min, od czasu do czasu mieszając. Następnie pozostawić do ostygnięcia do 20°C, przesączyć i osad na sączku przemycie zimną wodą.

2.4. Oznaczanie popiołu — wg PN-76/C-04702, z tą różnicą, że po ostrożnym spaleniu zawartości tygla dodać kilka kropli kwasu siarkowego (1,84) cz.d.a., ostrożnie odparować, a następnie prażyć do stałej masy i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

2.5. Oznaczanie pH roztworu wodnego. 2,5 g barwnika w proszku (lub odpowiadającą mu pod względem zawartości suchej substancji ilość barwnika w paście) odważyć z dokładnością do 0,005 g. Umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm³, dodać 50 cm³ wody wolnej od dwutlenku węgla, o temperaturze 20 ± 2°C. Po rozpuszczeniu barwnika oznaczyć pH otrzymanego roztworu potencjometrem z dokładnością 0,1 pH w temperaturze 20 ± 2°C.

2.6. Oznaczanie koncentracji

2.6.1. Wytyczne ogólne. Koncentrację barwników siarkowych rozpuszczalnych w wodzie oznaczyć jedną z następujących metod:

— fotokolorymetryczna — dla barwników przeznaczonych do barwienia wiskozy w masie,

— barwienia porównawczego — dla barwników przeznaczonych do barwienia innych włókien.

2.6.2. Oznaczanie koncentracji metodą fotokolorymetryczną

2.6.2.1. Aparatura. Fotokolorymetr typu Spekol lub inny podobny.

2.6.2.2. Przygotowanie roztworów i wykonanie krzywej wzorcowej. 1 g barwnika wzorcowego odważyć z dokładnością 0,0002 g, umieścić w zlewce pojemności 100 cm³, dodać 5 cm³ wody o temperaturze około 70°C, dokładnie rozetrzeć, dodać 80 cm³ zimnej wody. Całość ogrzać do 50°C i utrzymywać w tej temperaturze w ciągu 30 min, mieszając od czasu do czasu.

Roztwór barwnika pozostawić do ostygnięcia i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dopełnić wodą do kreski i odstawić na 24 godz i dokładnie wymieszać (roztwór podstawowy A).

Roztwory do wykonania krzywej wzorcowej przygotować w sposób następujący: do 6 kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno 10; 9; 7,5; 5; 2,5; 1 cm³ roztworu barwnika wzorcowego, kolby dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Pomiar ekstynkcji (E) przeprowadzić wg instrukcji obsługi kolorymetru, dobierając kuwety i filtr tak, aby uzyskać najwyższą czułość, przy pomiarze ekstynkcji roztworu o zawartości 10 cm³ roztworu A.

Wyniki pomiarów podać w tablicy (tabl. 1), a następnie sporządzić wykres krzywej wzorcowej (rysunek) przedstawiającej zależność ekstynkcji roztworu do stężenia roztworu barwnika wzorcowego.

Tablica 1

Objętość roztworu barwnika wzorcowego cm ³	Stężenie roztworu mg/dm ³	Ekstynkcja (E)
10	100	
9	90	
7,5	75	
5,0	50	
2,5	25	
1,0	10	



2.6.2.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć ściśle taką samą odważkę barwnika badanego w postaci proszku, jak barwnika wzorcowego (lub odpowiadającą jej pod względem zawartości suchej substancji ilość barwnika w paście), rozpuścić zgodnie z 2.6.2.2. Roztwór po ostygnięciu przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dopełnić wodą do kreski i odstawić na 24 godz. Następnie roztwór dokładnie wymieszać, pobrać ściśle 10 cm³, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dopełnić wodą do kreski, dokładnie wymieszać, po czym oznaczyć ekstynkcję roztworu na fotokolorymetrze jak w 2.6.2.2.

Koncentrację badanego barwnika (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{C \cdot 100}{100} \quad (4)$$

w którym:

C — stężenie roztworu zawierającego 10 cm³ barwnika badanego, odpowiadająca jego

ekstynkcji, odczytane z wykresu krzywej wzorcowej przygotowanej wg 2.6.2.2, 100 — stężenie roztworu zawierającego 10 cm³ barwnika badanego, mg/dm³.

2.6.3. Oznaczanie koncentracji metodą barwienia porównawczego

2.6.3.1. Przygotowanie włókna do barwienia. Do barwienia przeznaczają się 10 ± 0,1 g próbki włókna bawełnianego: przędzę (tex 41,6×2 lub tex 31,2×2) lub tkaninę o splocie płóciennym.

Dopuszcza się stosowanie przędzy z włókna wiskozowego ciętego, np. Artex tex 25.

Próbki włókna powinny być bielone (bez użycia rozjaśniaczy optycznych), nieapreturowane i niepodbarwione oraz nie zawierające włókien martwych ani pozostałości chemikaliów. Próbki bezpośrednio przed barwieniem dokładnie zwilżyć gorącą wodą, nadmiar wody wycisnąć i pozostawić do ostygnięcia do temperatury pokojowej.

2.6.3.2. Aparatura. Aparat do barwienia umożliwiający otrzymanie temperatury od 40 do 100 ± 2°C, zawierający naczynia do barwienia pojemności 300 cm³, np. firmy AHIBA, Linitest--Quarzlampen Gessellschaft mbH Hanau.

Dopuszcza się stosowanie zwykłych łaźni farbiarskich.

2.6.3.3. Przygotowanie roztworu barwnika. 5 g barwnika badanego w proszku (lub odpowiadającą mu pod względem zawartości suchej substancji ilość barwnika w paście) odważyć z dokładnością do 0,001 g. Umieścić w zlewce pojemności 500 cm³, dodać 200 cm³ wody i stale mieszając ogrzać do 50°C i utrzymywać w tej temperaturze w ciągu 30 min. Roztwór pozostawić do ostygnięcia, po czym przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

W taki sam sposób przygotować roztwór barwnika wzorcowego.

Masę barwnika podano w stosunku do koncentracji barwnika — typu, w którym zawartość substancji barwiących uważa się za 100%.

W przypadku użycia barwnika o koncentracji wyższej lub niższej, masę barwnika należy przeliczyć na koncentrację barwnika typowego

2.6.3.4. Przygotowanie kąpeli barwiących. W dwóch jednakowych naczyniach do barwienia przygotować kąpiele barwiące, zawierające:

a) 30 cm³ roztworu barwnika badanego i wzorcowego tej samej marki (3-procentowe wybarwienie), przygotowanego wg 2.6.3.3, jeśli norma przedmiotowa nie przewiduje inaczej,

b) 10-procentowy roztwór siarczku sodowego wg BN-75/6016-58 (nastawiony w przeliczeniu na produkt 100-procentowy) w ilości wg tabl. 2.

Tablica 2

Lp.	Nazwa barwnika	Ilość siarczku sodowego w przeliczeniu na produkt 100-procentowy	
		w stosunku do masy barwnika	10-procentowy roztwór cm ³
1	2	3	4
1	Żółcień siarkowa W2R	0,5-krotna	1,5
2	Brunat siarkowy WG	0,5-krotna	1,5
3	Brunat siarkowy W4R	0,3-krotna	1,0
4	Brunat siarkowy WBR	0,5-krotna	1,5
5	Oliw siarkowy W2B	0,7-krotna	2,2
6	Granat siarkowy WRL	0,3-krotna	1,0
7	Czerń siarkowa WT	1,0-krotna	3,0

Ilość siarczku sodowego wg kol. 3 i 4 podano dla barwników typowych. Dla barwników o innej koncentracji, ilości te należy odpowiednio przeliczyć.

c) 5 cm³ 10-procentowego roztworu sody bezwodnej technicznej,

d) wodę uzupełniającą objętość kąpeli barwiącej do 300 cm³.

2.6.3.5. Wykonanie oznaczania. Naczynia z kąpielami barwiącymi wg 2.6.3.4 (krotność kąpeli 1 : 30) umieścić w aparacie do barwienia, po czym kąpiele podgrzać do temperatury 50°C i wprowadzić po jednej próbce włókna przygotowanego wg 2.6.3.1. Kąpiele podgrzewać dalej i w ciągu około 15 min doprowadzić do temperatury 90 ÷ 95°C i utrzymując tę temperaturę barwić 1 godz. Po tym czasie próbki wyjąć, dobrze wycisnąć i nie płuczac rozwiesić na około 15 min w celu utlenienia się barwnika. Następnie próbki płukać kilkakrotnie w ciepłej wodzie (aż woda przestanie się barwić), odwirować lub wyżąć i suszyć w temperaturze około 70°C, a po wyschnięciu pozostawić do ostygnięcia.

2.6.3.6. Ocena wyników. Koncentrację określić przez porównanie wybarwień wykonanych przy użyciu barwnika badanego i wzorcowego.

Porównanie przeprowadzić 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 wybarwień należy powtórzyć wybarwienia ze zmniejszoną lub zwiększoną o 5, 10, 15% itd. ilością barwnika wzorcowego.

Koncentrację badanego barwnika (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_s = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad (5)$$

w którym:

- m_1 — masa barwnika wzorcowego, g,
 m — masa barwnika badanego, g.

2.7. Oznaczanie odcienia. Odcień oznaczać na wybarwieniach wykonanych wg 2.6.3 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 stwierdzenia niezgodności odcienia należy podać charakterystykę słowną tej niezgodności, np. bardziej żółty, bardziej tępy itp.

2.8. Oznaczanie trwałości na wodę — wg PN-63/P-04910, na wybarwieniach wykonanych wg 2.6.3 o intensywności 1/1 kolekcji pomocniczej, na tkaninie bawełnianej o splocie płóciennym.

2.9. Oznaczanie trwałości na pranie w temperaturze 60 i 95°C — wg PN-71/P-04912 odpowiednio metodą 3 i 4 na wybarwieniach jak w 2.8.

2.10. Oznaczanie trwałości na pot — wg PN-71/P-04913 na wybarwieniach jak w 2.8.

2.11. Oznaczanie trwałości na merceryzację — wg PN-57/P-04926, na wybarwieniach jak w 2.8.

2.12. Oznaczanie trwałości na prasowanie wilgotne — wg PN-73/P-04914 na wybarwieniach jak w 2.8.

2.13. Oznaczanie trwałości na tarcie suche i mokre — wg PN-63/P-04908 na wybarwieniach jak w 2.8.

2.14. Oznaczanie trwałości na światło sztuczne — wg PN-68/P-04943 na wybarwieniach jak w 2.8.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Ośrodek Badań i Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-64/C-01708

a) wprowadzono dodatkowe parametry — oznaczanie trwałości na prasowanie wilgotne, na merceryzację i pranie w temperaturze 95°C.

b) wprowadzono oznaczanie trwałości na światło sztuczne zamiast dziennego,

c) wprowadzono aparaty do barwnika umożliwiające otrzymanie temperatury od 40 do 100 ±2°C, np. firmy AHIBA, Linitest, dopuszczając stosowanie zwykłych łaźni farbiarskich.

d) zmodyfikowano i dostosowano metodę barwienia w aparatach,

e) uzupełniono tablicę nowymi markami barwników siarkowych produkowanych w kraju,

f) podano ocenę wyniku barwienia,

g) wyeliminowano oznaczanie żelaza.

Dotychczas obowiązująca PN-64/C-04708 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1978 r.

3. 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-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-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

BN-75/6016-58 Siarczki sodowy techniczny

4. Autor projektu normy — inż. Jadwiga Pliszkiwicz.

BG PW
 BN. 003721



4000000342076