

ŚRODKI POMOCNICZE	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Środki pomocnicze dla włókiennictwa Azopon O	6061-34
		Grupa katalogowa X 95 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest środek pomocniczy dla włókiennictwa Azopon O, który jest mieszaniną związków anionoczynnych i niejonowych.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Azopon O stosowany jest do stabilizacji kąpieli barwników naftoelanowych oraz zwiększenia trwałości wybarwień na tarcie.

1.3. Normy związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-66/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną
- PN-67/C-04803 Środki powierzchniowo czynne. Ocena zdolności dyspergowania
- PN/C-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych
- PN-66/O-79031 Opakowania transportowe. Bębny i bańki metalowe. Szereg wymiarowy
- PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- BN-69/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie

2. OZNACZENIE

AZOPON O BN-72/6061-34 SWW 1285-633

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Azopon O powinien być klarowną cieczą barwy od żółtej do pomarańczowej, rozpuszczalną w wodzie.

¹⁾ Symbol wg SWW: 1285-633.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Tablica 1

Wymagania	
a) pH, 1-procentowego roztworu	7,0 + 7,5
b) Substancji niejonowych, %, nie mniej niż	22,0
c) Wody, %, nie więcej niż	75
d) Zdolność dyspergowania, %, nie więcej niż	60
e) Zdolność antyflokulacyjna, %, nie więcej niż	360

3.3. Trwałość. Azopon O opakowany i przechowywany wg rozdz. 4 powinien odpowiadać wymaganiom 3.1 i 3.2 w ciągu 6 miesięcy, licząc od daty wyprodukowania.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Azopon O należy pakować w przeznaczone do wielokrotnego użytku bębny metalowe lekkie, z dnami stałymi, z otworem do napełniania umieszczonym w dnie lub poboczniczy, zamykanym korkiem gwintowanym, nie pokryte, pojemności 200 dm³ wg PN-69/5046-02 z tym, że dopuszcza się pakowanie w inne bębny metalowe pojemności 200 dm³ z dnami stałymi, zamykane korkiem gwintowanym umieszczonym w dnie lub poboczniczy mające w miarę możliwości wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-66/O-79031 zabezpieczające produkt co najmniej w takim stopniu jak opakowania wg BN-69/5046-02. Znakowanie opakowań wykonać wg PN-67/O-79252, umieszczając na każdym opakowaniu trwałą napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2,
- numer partii,
- masę brutto i netto.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego „Organika”
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego „Organika” dnia 19 stycznia 1972 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1973 r.
(Mon. Pol. nr 19/1972 poz. 118)

4.2. Przechowywanie. Azopon O opakowany wg 4.1 należy przechowywać w pomieszczeniach magazynowych o temperaturze $5 + 25^{\circ}\text{C}$. Bębny powinny być ustawione pionowo w jednej lub dwu warstwach.

4.3. Transport. Azopon O opakowany wg 4.1 może być przewożony dowolnymi środkami transportu w dwóch warstwach do możliwie pełnego wykorzystania użytego środka transportu. Może być przewożony w wagonach niekrytych z bocznymi ścianami jak i innych niekrytych środkach transportu. Załadowane do wagonów bębny powinny być zabezpieczone przed przemieszczaniem się podczas transportu w sposób określony przepisami kolejowymi¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- pH, 1-procentowego roztworu wodnego,
- zawartość substancji niejonowych,
- zawartość wody,
- zdolność dyspergowania,
- zdolność antyflokulacyjna.

5.2. Wielkość partii nie powinna przekraczać 1500 kg.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Z każdej partii w zależności od jej liczności należy wybrać w sposób losowy do pobrania próbek liczbę opakowań jednostkowych wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań jednostkowych, którą należy wybrać do pobrania próbek
do 6 7 + 15	wszystkie 6

Próbki należy pobierać zgłębnikiem nr 2 wg PN/C-60008 z całej wysokości warstwy w bębnie.

Wybór opakowań, pobieranie próbek pierwotnych, sporządzanie próbki ogólnej i średniej próbki laboratoryjnej wykonać wg PN-67/C-04500.

Masa próbki ogólnej powinna wynosić nie mniej niż 1 kg, a masa średniej próbki laboratoryjnej nie mniej niż 250 g.

Próbki do analizy rozjemczej należy przechowywać w suchych butelkach szklanych w ciągu 6 tygodni, licząc od daty wyprodukowania.

5.4. Opis badań

5.4.1. Badanie pH, 1-procentowego roztworu wodnego wykonać za pomocą papierków wskaźnikowych.

5.4.2. Oznaczanie zawartości substancji niejonowych

5.4.2.1. Aparatura

a) Rozdzielacze pojemności 250 cm^3 , wysokości 150 mm, średnicy 45 mm lub kolumny o średnicy $25 + 35\text{ mm}$.

b) Zestaw destylacyjny z kolbą kulistą pojemności 750 cm^3 .

5.4.2.2. Odczynniki i roztwory

- Zerolit 225 (kationit).
- Zerolit N (anionit).
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 5-procentowy.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.
- Izopropanol cz.d.a., roztwór 1+1 (V/V).
- Alkohol etylowy absolutny cz.d.a.

5.4.2.3. Przygotowanie jonitów do oznaczania.

Przed przystąpieniem do oznaczania świeże jonity należy poddać pęcznieniu. W tym celu 100 cm^3 suchego jonitu zalać 300 cm^3 wody i pozostawić na 24 godz. Napęczniały jonit przenieść do kolumny (lub rozdzielacza), do której wprowadzono kłębek waty szklanej i wlało kilka cm^3 wody.

Jonit wprowadzać do kolumny tak, aby wata pozostała na dnie kolumny. Kolumnę z kationitem przemywać roztworem kwasu solnego tak długo, aż wyciek stanie się bezbarwny.

Kolumnę z anionitem przemywać roztworem wodorotlenku sodowego tak długo, aż wyciek stanie się bezbarwny.

Obie kolumny przemywać wodą do reakcji obojętnej oraz roztworem izopropanolu aż do chwili, gdy wyciek będzie bezbarwny. Osad jonitów powinien być możliwie ścisły, dlatego izopropanol należy wlewać powoli i uważać, aby poziom cieczy nie obniżył się poniżej warstwy jonitów, gdyż grozi to powstaniem kanalików wskutek napowietrzenia. Po przemyciu obie kolumny połączyć tak, aby kationit znajdował się nad anionitem. Nad kolumną z kationitem umieścić rozdzielacz pojemności 100 cm^3 do dozowania próbek.

5.4.2.4. Wykonanie oznaczania. W zlewce pojemności 150 cm^3 umieścić odważkę $2,5 + 4,0\text{ g}$ Azoponu O odważoną z dokładnością do $0,0002\text{ g}$. Próbkę rozpuścić w 50 cm^3 roztworu izopropanolu i przepuścić przez kolumny z kationitem i anionitem. Jako roztworu wymywającego używać również roztwór izopropanolu w ilości 500 cm^3 . Szybkość przepuszczania roztworu $250\text{ cm}^3/\text{godz}$. Wyciek zbierać do kolby kulistej pojemności 750 cm^3 , roztwór izopropanolu oddestylować na łaźni wodnej. Pozostałość przenieść ilościowo porcjami do wysuszonej, z kawałkami kaolinu, zlewki pojemności 250 cm^3 lub kolby stożkowej, odparować wodę do objętości około 10 cm^3 , a pozostałość suszyć w temperaturze 105°C do stałej masy. W celu szybszego usunięcia wody w końcowej fazie odparowania dodać $20 + 25\text{ cm}^3$ alkoholu absolutnego.

Zawartość substancji niejonowych (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100$$

w którym:

- m_1 - masa suchej pozostałości, g,
 m - odważka Azoponu O, g.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe poz. c).

5.4.2.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń wyrażonych w procentach, nie różniących się między sobą o więcej niż 0,5.

5.4.3. Oznaczenie zawartości wody wykonać wg PN-65/C-04523.

5.4.4. Oznaczenie zdolności dyspergowania wykonać wg PN-67/C-04803.

5.4.5. Badanie zdolności antyflokulacyjnej

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Zesada czerwieni naftoelanowej KB.
- b) Naftoelan SW.
- c) Metanol cz.d.a.
- d) Kwas solny cz.d.a., roztworów 32-procentowy.
- e) Azotyn sodowy cz.d.a., roztwór 40-procentowy.
- f) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 33-procentowy.
- g) Octan sodowy krystaliczny cz.d.a., roztwór 40-procentowy.

dać 15,0 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, rozcieńczyć 10,0 cm³ gorącej wody, zamieszać i odstawić na 10 min. Następnie przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, dodać 5,0 cm³ roztworu formaldehydu, uzupełnić wodą do kreski i przesączyć. Otrzymany roztwór zawiera 5 g/dm³ Naftoelanu SW i w temperaturze 0 + 10°C jest trwały około 60 godz.

5.4.5.4. Przygotowanie roztworów Azoponu O. Przygotować 4 roztwory:

- T₁ - 10 g/dm³,
- T₂ - 5 g/dm³,
- T₃ - 2,5 g/dm³,
- T₄ - 1 g/dm³.

5.4.5.5. Przygotowanie roztworów do badań. Do 10 probówek pojemności 30 cm³ wprowadzić ochłodzone do temperatury 10 + 12°C roztwory wg tabl. 3.

Tablica 3

Nr próbki	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Roztwór Naftoelanu SW wg 5.4.5.3, cm ³	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Roztwór Azoponu O ¹⁾ wg 5.4.5.4, cm ³	15,0	13,5	12,0	10,5	9,0	7,5	6,0	4,5	3,0	1,5
Wody, cm ³	0,0	1,5	3,0	4,5	6,0	7,5	9,0	10,5	12,0	13,5
Roztwór wg 5.4.5.2, cm ³	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0

¹⁾Wyboru roztworu Azoponu O otrzymanego wg 5.4.5.4 dokonać po przeprowadzeniu badania orientacyjnego wg 5.4.5.6.

- h) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- i) Formaldehyd cz.d.a., roztwór 30-procentowy.
- j) Bibuła chromatograficzna Whatman 3.

5.4.5.2. Przygotowanie roztworu soli dwuazoniowej Zasady KB. W zlewce pojemności 250 cm³ umieścić 3,0 g Zasady czerwieni naftoelanowej KB, zapastować 2,5 cm³ metanolu, dodać 30,0 cm³ wrzącej wody, zakwasić 3,0 cm³ kwasu solnego, rozcieńczyć 40,0 cm³ wody z lodem, schłodzić do temperatury 10 + 12°C.

Do otrzymanego roztworu dodać kroplami, ciągle mieszając, 3,0 cm³ roztworu azotynu sodowego. Roztwór pozostawić na 30 min, kilkakrotnie mieszając w tym czasie, dodać 6,0 cm³ roztworu octanu sodowego. Całość przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, uzupełnić wodą do kreski i przesączyć. Otrzymany roztwór zawiera 6 g/dm³ Zasady czerwieni naftoelanowej KB i przechowywany w temperaturze 0 + 10°C jest trwały około 5 godz.

5.4.5.3. Przygotowanie roztworu Naftoelanu SW. W zlewce pojemności 250 cm³ umieścić 5,0 g Naftoelanu SW, zapastować dodając 10,0 cm³ metanolu, do-

Po sporządzeniu roztworów pierwszych trzech składników wszystkie probówki oziębić w kąpieli wody z lodem, wymieszać zawartości przez zamknięcie kciukiem wylotów probówek i jednorazowe odwrócenie ich. Mieszanie w podany sposób powtórzyć po wprowadzeniu roztworu soli dwuazoniowej Zasady KB.

W wyniku tych czynności otrzymuje się 25,0 cm³ roztworu barwnika o stężeniu 1,5 g/dm³. Temperaturę roztworów utrzymać w granicach 10 + 12°C, pH roztworów doprowadzić za pomocą kwasu octowego 5,0 + 6,5.

5.4.5.6. Badanie orientacyjne. W celu wybrania właściwego stężenia roztworu do badań należy wykonać badania wg tabl. 4.

Odmierzyć 1,5 : 3,0 : 7,5 : 15,0 cm³ roztworu T₁ (wg 5.4.5.4) i postępować dalej wg 5.4.5.5. Probówki zawierają odpowiednio 40, 80, 200, 400% Azoponu O w stosunku do ilości barwnika. Po upływie 1 godz nakraplać otrzymane roztwory na bibułę (kwadraty o boku 5 cm). Każdy kwadrat bibuły położyć na zlewce.

Tablica 4

Badania orientacyjne	Typowanie roztworu do badań
Wszystkie nakroplenia złe	środek nieprzydatny jako dyspergator, badań nie wykonywać
Nakroplenie 400% dobre	badać roztwór T ₁
Nakroplenie 200 i 400% dobre	badać roztwór T ₂
Nakroplenia 80, 200 i 400% dobre	badać roztwór T ₃
Wszystkie nakroplenia dobre	badać roztwór T ₄
Przez nakroplenie złe rozumie się bardzo małą plamę barwną z cząsteczkami pigmentu lub nierównomierne rozmieszczenie pigmentu w plamie barwnej. Przez nakroplenie dobre rozumie się dużą jednorodną barwną plamę.	

5.4.5.7. Badanie podstawowe. Z wytypowanego wg 5.4.5.6 roztworu przygotować wg 5.4.5.5 10 roztworów, zawierających 1,5; 3,0; 4,5; 6,0; 7,5; 9,0; 10,5; 12,0; 13,5; 15,0 cm³ wytypowanego roztworu Azoponu O. Po upływie 1 godz od przygotowania nakraplać mikropipetą na bibułę po 0,03 cm³ każdego z nich. Nakraplanie rozpocząć od roztworu o najwyższym stężeniu. Ocenę plam na bibule wykonywać w stanie wilgotnym. Jeżeli na rozcieku są drobne ślady nierozpuszczonego barwnika, świadczy to o niedostatecznej dyspersji, a więc zbyt małej ilości środka.

5.4.5.8. Ocena rozcieków. Zdolność antyflokuacyjną (X₂) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1}{m} \cdot 100$$

w którym:

m₁ - masa Azoponu O, g,

m - masa barwnika, g.

W celu ułatwienia wyliczeń można posługiwać się tabl. 5.

Tablica 5

Roztwór	Ilość, cm ³	Stosunek Azoponu O do wytworzonego barwnika %
1	2	3
T ₁ 10 g/dm ³	1,5	40
	3,0	80
	4,5	120
	6,0	160
	7,5	200
	9,0	240
	10,5	280
	12,0	320
	13,5	360
	15,0	400
T ₂ 5 g/dm ³	1,5	20
	3,0	40
	4,5	60
	6,0	80
	7,5	100
	9,0	120
	10,5	140
	12,0	160
	13,5	180
	15,0	200
T ₃ 2,5 g/dm ³	1,5	10
	3,0	20
	4,5	30
	6,0	40
	7,5	50
	9,0	60
	10,5	70
	12,0	80
	13,5	90
	15,0	100
T ₄ 1 g/dm ³	1,5	4
	3,0	8
	4,5	12
	6,0	16
	7,5	20
	9,0	24
	10,5	28
	12,0	32
	13,5	36
	15,0	40

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6061-34

a) Niniejsza norma zastępuje ZN-66/MPCh-OE-7424,
b) NRD TGL 8934 (1960) Blatt 1. Prüfung von Textilhilfsmitteln. Bestimmung des Flockungsschutzvermögens oberflächenaktiver Substanzen für Naphtol - AS-kombinationen,

c) Przepisy o ładowaniu i wyladowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 (Do art. 27 ust. 4 pkt 4 DKP).