

ŚRODKI POMOCNICZE	NORMA BRANŻOWA	BN-73
	Środki pomocnicze dla włókiennictwa Ocena zdolności odklejania środków pomocniczych opartych o amylazy bakteryjne	6060-04
		Grupa katalogowa X 99

### 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest metoda badania zdolności odklejania środków pomocniczych opartych o amylazy bakteryjne.

**1.2. Zakres stosowania.** Metodę należy stosować do laboratoryjnej oceny i kontroli zdolności odklejania środków pomocniczych opartych o amylazy bakteryjne, stosowane we włókiennictwie, jak również do oceny stopnia odklejania krochmalu z tkanin za pomocą amylaz bakteryjnych.

#### 1.3. Określenia

**1.3.1. Zdolność odklejania** - zdolność obniżania zawartości skrobi na tkaninie klejonej w sposób standardowy, określana ilością środka odklejającego w  $g/dm^3$ , która w określonych warunkach oznaczania w ciągu 120 min obniża zawartość skrobi do stopnia odklejania 50.

**1.3.2. Stopień odklejania** - zmniejszenie ilości skrobi na tkaninie odklejonej, mierzony procentowym stosunkiem ilości światła odbitego od niej do ilości światła odbitego przez tego samego rodzaju tkaninę nieklejoną.

### 2. METODA OZNACZANIA

**2.1. Zasada metody** polega na oznaczeniu stężenia roztworu ( $g/dm^3$ ), dla którego stopień odklejania wynosi 50. Stężenie to odczytuje się z wykresu sporządzonego w następujący sposób: wyznacza się stopnie odklejania dla kilku stężeń danego środka pomocniczego ( $g/dm^3$ ) i nanosi zależności między stopniem odklejania i stężeniem roztworu danego środka pomocniczego przez odłożenie na osi odciętych stężenia, a stopień odklejania próbki tkaniny standardowo krochmalonej i potraktowanej roztworem środka pomocniczego o danym stężeniu na osi rzędnych.

#### 2.2. Przyrządy i materiały

- Termostat.
- Pehametr.
- Fotometr Pulfricha z kulą Ulbrichta lub inny aparat fotometryczny odpowiedni do pomiaru odbicia światła.

- Wyżymaczka laboratoryjna.
- Probówki o wymiarach 20×200 mm.
- Pinceta.
- Tkanina bawełniana S-96 odpowiadająca następującym wymaganiom:
  - masa 1 m<sup>2</sup> tkaniny - 140 g/m<sup>2</sup> ±5%,
  - Nm osnowy i wątku - 34/34,
  - gęstość osnowy na 10 cm - 230 ±5%,
  - gęstość wątku na 10 cm - 230 ±5%,
  - splot - płócienny.

#### 2.3. Odczynniki i roztwory

- Kwas octowy cz. roztwór 0,5 n przygotowany w następujący sposób: 28,5 cm<sup>3</sup> kwasu octowego lodowatego rozcieńczyć wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 1-procentowy przygotowany w następujący sposób: 23,0 cm<sup>3</sup> 36-procentowego roztworu kwasu solnego rozcieńczyć wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup> i wymieszać.
- Amoniak cz., roztwór 0,5m przygotowany w następujący sposób: 37,5 cm<sup>3</sup> 25-procentowego roztworu amoniaku rozcieńczyć wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup> i wymieszać.
- Chlorek sodowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy przygotowany w następujący sposób: 5 g odważonego z dokładnością do 0,1 g chlorku sodowego rozpuścić w 95 cm<sup>3</sup> wody destylowanej.
- Jod sublimowany cz.
- Jodek potasowy cz.d.a.
- Skrobia rozpuszczalna cz.d.a.
- Baktolaza 400% (produkt firmy szwajcarskiej - SCHWEIZERISCHE FERMENT A.G.).

**2.4. Przygotowanie roztworu jodu.** Roztwór stężony jodu przygotować w następujący sposób: 11g kryształicznego jodu i 22 g jodku potasowego, odważone z dokładnością do 0,1 g, rozpuścić w wodzie destylowanej, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwór ten może być przechowywany przez kilka miesięcy. Roztwór do badań przygotować w następujący sposób: 2 cm<sup>3</sup> stężonego roztworu jo-

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego  
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 5 czerwca 1973 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 kwietnia 1974 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 37/1973 poz. 112 )

du i 20 g jodku potasowego rozpuścić w wodzie, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą i wymieszać. Roztwór ten może być używany w ciągu 5 dni; należy chronić go od światła.

2.5. Przygotowanie kleju skrobiowego. W zlewce pojemności 1500 cm<sup>3</sup> odważyć z dokładnością 0,1 g 20 g skrobi, dodać 980 cm<sup>3</sup> wody, zagotować i utrzymywać w stanie wrzenia przez 1,5 godz na łaźni glicerynowej w temperaturze 120°C, mieszając mieszadłem elektrycznym o prędkości obrotowej 400 ± 450 obr/min. Po skończonym ogrzewaniu zlewkę należy zdjąć z łaźni, dopełnić wyparowaną wodą i ochłodzić do 50°C mieszając od czasu do czasu.

2.6. Krochmalenie tkaniny. Kawalek tkaniny nasycić roztworem kleju skrobiowego przygotowanym wg 2.5 o temperaturze 50°C i dwukrotnie przepuścić przez wyżymaczkę laboratoryjną z efektem odżęcia 100%.

Tkaninę wysuszyć w temperaturze pokojowej i rozdzielić na kawałki o wymiarach 60×120 mm i masie 1 g. Kawałki tkaniny należy przechowywać w eksykatorze o temperaturze pokojowej i wilgotności względnej 65%. Czas przechowywania nie powinien przekraczać 2 miesięcy.

2.7. Kontrola jakości nakrochmalonej tkaniny przy użyciu Baktolazy 400%. Przygotować roztwory Baktolazy 400% o stężeniu 0,2; 0,5; 1,0 i 2,0 g/dm<sup>3</sup> i pH = 6,2 ± 0,2. Do próbek odmierzając po 35 cm<sup>3</sup> każdego z roztworów, umieścić w termostacie o temperaturze 70°C na 10 min, a potem włożyć do każdej kawałek nakrochmalonej tkaniny o wymiarach 60×120 mm. Od czasu do czasu wstrząsać zawartość próbek. Po 120 min odklejania każdy kawałek tkaniny wyciągnąć pincetą i na 2 min umieścić w 35 cm<sup>3</sup> 1-procentowego kwasu solnego w celu zniszczenia działania amylazy. Potem przemywać każdy kawałek tkaniny przez 5 min bieżącą wodą i wysuszyć na powietrzu, rozkładając na bibule filtracyjnej.

Wysuszone kawałki tkaniny umieścić na 10 min w 25 cm<sup>3</sup> roztworu jodu, przygotowanego wg 2.4, następnie wyjąć na wyżymaczkę laboratoryjną z efektem odżęcia 100%. Po 1 min za pomocą fotometru Pulfricha z kulą Ulbrichta lub innego fotometru z filtrem żółtym zmierzyć odbicie światła przez złożony na dwoje kawałek tkaniny. Jednocześnie zmierzyć odbicie światła dla analogicznie przygotowanej tkaniny niekrochmalonej.

Obliczyć stopień odklejania (X) wg wzoru

$$X = \frac{R_p}{R_0} \cdot 100$$

w którym:

R<sub>p</sub> - odbicie światła przez próbkę krochmaloną i odklejoną przy użyciu Baktolazy 400%,

R<sub>0</sub> - odbicie światła przez próbkę niekrochmaloną.

Dla uzyskania stopnia odklejania równego 50 stężenie Baktolazy 400% powinno wynosić 0,5 ± 0,05 g/dm<sup>3</sup>.

2.8. Przygotowanie roztworów amylazy do badania. Odważyć 5 g badanej amylazy bakteryjnej z dokładnością 0,002g i rozmieszać w wodzie o temperaturze pokojowej. Odstawić na 30 min i od czasu do czasu mieszać. Potem przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą destylowaną do kreski, wymieszać i przesączyć do czystej, suchej zlewki przez fałdowany sączonek, odrzucając pierwszą część przesączonek. Za pomocą pehametru ustalić wielkość pH roztworu podstawowego.

W celu sporządzenia roztworów roboczych należy do 5 kolb pomiarowych pojemności 200 cm<sup>3</sup> wprowadzić kolejno pipetą 2; 6; 10; 20 i 40 cm<sup>3</sup> roztworu podstawowego, dodać do każdej kolby po 12 cm<sup>3</sup> 5-procentowego roztworu chlorku sodowego i uzupełnić wodą do kreski. Stężenie badanej amylazy w tych roztworach wynosi odpowiednio 0,1; 0,3; 0,5; 1,0; i 2,0 g/dm<sup>3</sup>. Za pomocą pehametru określić pH przygotowanych roztworów. Jeżeli pH roztworu różni się od 6,2 o więcej niż ±0,2, ustawić końcową wielkość pH na 6,2 ± 0,2 za pomocą 0,5 M roztworu kwasu octowego albo 0,5 M roztworu amoniaku. Jeżeli stopień odklejania nie mieści się w zakresie przygotowanych stężeń, należy wykonać pomiary dla roztworów amylazy o stężeniu 1,2; 3,4; i 5 g/dm<sup>3</sup> przygotowanych następująco: do kolb pomiarowych pojemności 100 cm<sup>3</sup> pobrać kolejno 10; 20; 30; 40 i 50 cm<sup>3</sup> roztworu podstawowego, dodać po 6 cm<sup>3</sup> roztworu 5-procentowego chlorku sodowego i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

2.9. Wykonanie oznaczenia. Do próbek wg 2.2 e) odmierzyc za pomocą cylindra pomiarowego po 35 cm<sup>3</sup> roztworów roboczych amylazy przygotowanych wg 2.8 i umieścić je w termostacie w temperaturze 70°C. Po 10 min do próbek należy szybko włożyć zwinięte w podłużnym kierunku kawałki nakrochmalonej tkaniny. Probówki zatkać gumowymi korkami i wstrząsnąć ich zawartość. Po 120 min, w czasie których probówki od czasu do czasu należy wstrząsnąć, każdy kawałek tkaniny należy wyciągnąć pincetą z probówki i na 2 min umieścić w 35 cm<sup>3</sup> 1-procentowego roztworu kwasu solnego w temperaturze pokojowej w celu zniszczenia działania amylazy. Potem kawałki tkaniny przemywać przez 5 min chłodną bieżącą wodą z kranu. Przemyte kawałki suszyć na powietrzu, rozkładając je na bibule filtracyjnej. Następnie każdą próbkę umieścić na 10 min w 25 cm<sup>3</sup> roztworu jodu przygotowanego wg 2.4 i wyjąć na wyżymaczkę laboratoryjną z efektem odżęcia 100%.

Po 1 min za pomocą fotometru Pulfricha z kulą Ulbrichta albo innego fotometru zmierzyć odbicie światła przy filtrze żółtym przez złożony podwójnie kawałek tkaniny. Jednocześnie zmierzyć odbicie światła przez próbkę tkaniny niekrochmalonej.

nej, zamoczoną w roztworze jodu. Dla każdego stężenia wykonać 3 równoległe oznaczenia. Odbicie światła dla każdej próbki obliczyć jako średnią arytmetyczną 5 równoległych pomiarów.

2.10. Ocena zdolności odklejania. Dla każdego oznaczenia obliczyć stopień odklejania (X) wg wzoru

$$X = \frac{R_p}{R_0} \cdot 100$$

w którym:

$R_p$  - odbicie światła przez próbkę krochmaloną i odklejoną,

$R_0$  - odbicie światła przez próbkę niekrochmaloną.

Wartości stopnia odklejania 3 równoległych oznaczeń mogą się różnić od wartości średniej o  $\pm 3\%$ . W przypadku większego rozrzutu pomiary należy powtórzyć. Nanieść zależności między stopniem odklejania i stężeniem badanego roztworu, odkładając na osi odciętych stężenie badanego roztworu ( $\text{g}/\text{dm}^3$ ), a na osi rzędnych stopień odklejania.

Przez uzyskane punkty przeprowadzić krzywą interpolując w razie potrzeby jej przebieg. Następnie z punktu odpowiadającego stopniowi odklejania 50, położonego na osi rzędnych, wykreślić prostą równoległą do osi odciętych i punkt jej przecięcia z wykreśloną krzywą rzutować na oś odciętych. Wyznaczone w ten sposób stężenie roztworu, dla którego stopień odklejania wynosi 50, określa zdolność odklejania badanej amylazy bakteryjnej.

### 3. Protokół

Protokół powinien zawierać:

- a) datę badania,
- b) nazwę badanego środka,
- c) wartość  $R_0$  i  $R_p$  dla każdego badanego stężenia,
- d) stopień odklejania dla każdego badanego stężenia,
- e) wykres zależności stopnia odklejania od stężenia,
- f) stężenie badanego środka, wyrażone w  $\text{g}/\text{dm}^3$ , dla którego stopień odklejania wynosi 50%.

K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6060-04

Norma zgodna z Zaleceniem RWPG PC 2740-70 Текстильно вспомогательные вещества. Методы испытаний. Метод определения эффективности расшлихтовки проведенной с помощью бактериальных амилаз, przy

czym zastosowano skrobię cz.d.a. produkowaną w Polsce częściowo zgodną z zaleceniem, ale o najbardziej zbliżonych parametrach.