

BARWNIKI I PIGMENTY	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-84
	Pigmenty organiczne do barwienia wiskozy w masie	6041-08
	Metody badań	Zamiast BN-72/6041-08
		Grupa katalogowa 1029

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań pigmentów organicznych w postaci pasty, przeznaczonych do barwienia wiskozy w masie.

1.2. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości pigmentu,
- b) oznaczanie koncentracji,
- c) oznaczanie odcienia,
- d) oznaczanie rozdrobnienia,
- e) oznaczanie pH zawiesiny wodnej,
- f) oznaczanie popiołu,
- g) oznaczanie napięcia powierzchniowego,
- h) oznaczanie odporności na działanie 6,5-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego z dodatkiem siarczku sodowego.

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie zawartości pigmentu

2.1.1. Aparatura. Wirówka laboratoryjna z możliwością uzyskania 4000 obr/min.

2.1.2. Roztwory. Roztwór sporządzony przez zmieszanie alkoholu *n*-propylowego cz. z wodą amoniakalną 25-procentową cz. w stosunku objętościowym 2:1.

2.1.3. Wykonanie oznaczania. W próbce wirówki laboratoryjnej, wysuszonej do stałej masy w temperaturze $100 \pm 5^\circ\text{C}$, zważonej z dokładnością do 0,001 g, odważyć z taką samą dokładnością 5 g badanego pigmentu w paście. Do próbki wprowadzić 15 cm^3 roztworu wg 2.1.2, wymieszać i pozostawić na 30 min w temperaturze pokojowej, mieszając zawartość co 5 min przez wstrząsanie próbką. Następnie wirować co najmniej przez 20 min z prędkością 4000 obr/min, aż do oddzielenia się osadu. Próbkę wyjąć, ciecz z nad osadu zlać, próbkę z pigmentem suszyć przez 1 h w temperaturze 80°C , a potem w temperaturze $100 \pm 5^\circ\text{C}$ do stałej masy. Po ostygnięciu w eksykatorze, zważyć próbkę z osadem z dokładnością do 0,001 g.

Zawartość pigmentu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- m_2 — masa próbki z osadem, g,
- m_1 — masa próbki, g,
- m — masa odważki, g.

2.1.4. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 5% wyniku mniejszego.

2.2. Oznaczanie koncentracji

2.2.1. Wytyczne ogólne. W zależności od wskazań normy przedmiotowej, koncentrację oznaczać jedną z dwóch metod:

- przez wykonanie wymalowań,
- przez wykonanie wydruków.

2.2.2. Oznaczanie koncentracji przez wykonanie wymalowań

2.2.2.1. Odczynniki, roztwory i materiały

- a) Biel cynkowa, gatunek I lub II wg PN-72/C-81015.
- b) Guma arabska, roztwór 10%(m/m).
- c) Bibuła chromatograficzna typu FN 1 lub karton kreślarski.

2.2.2.2. Przyrządy

- a) Moździerz porcelanowy o średnicy wewnętrznej około 80 mm.
- b) Pędzeł z miękkiego włosia szerokości około 10 mm.

2.2.2.3. Przygotowanie farby do wymalowań. 5,4 g bieli cynkowej, odważonej z dokładnością do 0,001 g, umieścić w moździerzu, dodać 10 cm^3 roztworu gumy arabskiej. Całość ucierać tłuczkiem przez 5 min, następnie wprowadzić ilościowo 1 g badanego pigmentu w paście, odważonego z dokładnością do 0,001 g i ucierać przez 10 min.

W analogiczny sposób przygotować farbę z pigmentem wzorcowym.

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 12 lipca 1984 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1985 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 2/1985 poz. 3)

2.2.2.4. Wykonanie oznaczania. Przygotowaną farbę z pigmentem badanym nanieść pędzelkiem na całą powierzchnię bibuły lub kartonu o wielkości 100×150 mm, zachowując kierunek nakładania zgodny z dłuższym bokiem malowanej powierzchni. Następnie farbę rozprowadzić przez jednokrotne pociągnięcie pędzelkiem bez odrywania, najpierw w kierunku zgodnym z krótszym bokiem, potem z dłuższym i ponownie z krótszym i dłuższym.

Analogicznie wykonać wymalowanie farbą przygotowaną z pigmentem wzorcowym.

Wymalowanie wykonane pigmentem badanym i wzorcowym suszyć przez 10 min w temperaturze pokojowej, a następnie w suszarce, w temperaturze około 60°C .

Ocenę koncentracji przeprowadzić przez wizualne porównanie intensywności barwy wymalowań wykonanych pigmentem badanym i wzorcowym. Porównać 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 wymalowań, powtórzyć oznaczanie ze zmniejszoną lub zwiększoną o 5, 10, 15% itd. ilością pigmentu wzorcowego.

Po ustaleniu zgodnej intensywności wymalowania badanego z jednym z wymalowań wzorcowych, obliczyć koncentrację badanego pigmentu (X) w procentach, w stosunku do pigmentu wzorcowego, wg wzoru

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

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

2.2.3. Oznaczanie koncentracji przez wykonanie druków

2.2.3.1. Odczynniki i materiały

- a) Benzyna lakowa (temperatura wrzenia $140 \div 200^{\circ}\text{C}$).
- b) Rokanol O18.
- c) Bibuła chromatograficzna FN1.

2.2.3.2. Przyrządy

- a) Mieszadło szybkie z możliwością uzyskania 2000 obr/min.
- b) Szablon do druku filmowego w postaci pięciu pasów (wielkość pasów 40×200 mm, odległość między pasami około 40 mm).
- c) Stół do druku filmowego lub podstawa zastępcza odpowiadająca takim samym warunkom technicznym jak stół.
- d) Zgarniacz farby (rakla) o zaokrąglonym profilu i masie 70 g/cm.

2.2.3.3. Przygotowanie zagęszczenia emulsyjnego. Odważone z dokładnością do 0,1 g następujące składniki wprowadzić w ściśle podanej kolejności do zlewki pojemności 2 dm^3 , z umieszczonym w niej mieszadłem: 50 g Rokanolu O18, 50 g wody (wprowadzić stopniowo

ciągle mieszając), 800 g benzyny i 100 g wody. Całość mieszać mieszadłem do utworzenia emulsji.

2.2.3.4. Przygotowanie farby do druku. 5 g badanego pigmentu odważyć z dokładnością do 0,01 g (dla czerni 1 g), umieścić w zlewce pojemności 250 cm^3 , po czym wprowadzić 95 g zagęszczenia emulsyjnego (dla czerni 99 g) odważonego z dokładnością do 0,1 g. Całość dokładnie wymieszać mieszadłem.

W analogiczny sposób przygotować farbę z pigmentem wzorcowym.

2.2.3.5. Wykonanie oznaczania. Arkusz bibuły wg 2.2.3.1c) umieścić na stole do druku, na nim położyć szablon, następnie na szablonie umieścić odpowiednio przed pasami farby drukarskie przygotowane wg 2.2.3.4, z pigmentem badanym i wzorcowym. Rozprowadzić farbę po szablonie pod własnym ciężarem rakli (bez dodatkowego docisku), przeciągając raklą czterokrotnie. Po wykonaniu druku szablon zdjąć, bibułę zadrukowaną pozostawić na stole przez 3 min, następnie umieścić ją w suszarce i suszyć w temperaturze 60°C .

Ocenę koncentracji przeprowadzić przez wizualne porównanie intensywności barwy druków wykonanych pigmentem badanym i wzorcowym. Porównać w warunkach wg 2.2.2.4. W przypadku stwierdzenia niezgodnej intensywności barwy porównywanych wydruków, powtórzyć oznaczanie ze zmniejszoną lub zwiększoną o 5, 10, 15% itd. ilością pigmentu wzorcowego.

Koncentrację badanego pigmentu obliczyć jak w 2.2.2.4.

2.3. Oznaczanie odcienia. Odcień pigmentu badanego określić w stosunku do wzorcowego przez porównanie wymalowań lub wydruków o zgodnej intensywności barwy, wykonanych wg 2.2.2 lub 2.2.3 pigmentem badanym i wzorcowym. Porównanie wykonać w warunkach wg 2.2.2.4.

W przypadku stwierdzenia niezgodności odcienia, podać słowną charakterystykę tej niezgodności, np. bardziej żółty, bardziej czerwony, przytłumiony.

2.4. Oznaczanie rozdrobnienia. W zależności od wskazań normy przedmiotowej, oznaczanie rozdrobnienia wykonać wg PN-70/C-04424 metodą:

- mikroskopową,
- rozplywu kropli.

2.5. Oznaczanie pH zawiesiny wodnej. Odważyć 40 g pigmentu badanego w paście, z dokładnością do 0,1 g, umieścić ilościowo w zlewce pojemności 200 cm^3 i dodać 100 cm^3 wody o $\text{pH } 7 \pm 0,2$ i temperaturze $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$. Zawartość zlewki doprowadzić do temperatury $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$ i wymieszać. Całość pozostawić do odstania, utrzymując temperaturę $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$, po czym zmierzyć pH pehametrem z dokładnością do 0,2 pH.

2.6. Oznaczanie popiołu wykonać wg PN-76/C-04702, biorąc 5 g pigmentu badanego w paście i prażąc do stałej masy bez dodawania kwasu azotowego.

2.7. Oznaczanie napięcia powierzchniowego

2.7.1. Aparatura. Tensjometr.

2.7.2. Wykonanie oznaczania. Zawiesinę badanego pigmentu, przygotowaną wg 2.5, o temperaturze 20°C , wprowadzić do naczynka tensjometru i wykonać pomiar. W analogiczny sposób wykonać pomiar wody

o temperaturze 20°C. Odczytać liczbę działek tarczy tensjometru.

Napięcie powierzchniowe pigmentu badanego (X) obliczyć w miliniutonach na metr wg wzoru

$$X = 72,8 \cdot \frac{y_0}{y} \quad (3)$$

w którym:

y_0 — liczba działek odczytana na tarczy tensjometru przy pomiarze wody,

y — liczba działek odczytana na tarczy tensjometru przy pomiarze badanego pigmentu,

72,8 — napięcie powierzchniowe wody w temperaturze 20°C, m·N/m.

2.7.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 5% wyniku mniejszego.

2.8. Oznaczanie odporności na działanie 6,5-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego z dodatkiem siarczku sodowego

2.8.1. Roztwory. Roztwór 6,5-procentowy wodorotlenku sodowego z dodatkiem siarczku sodowego, przygotowany w następujący sposób: 7,6 g wodorotlenku sodowego cz. i 1,4 g siarczku sodowego cz. umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, dodać około 80 cm³ wody, wymieszać i po rozpuszczeniu uzupełnić wodą do kreski. Do oznaczania używać roztwór świeżo przygotowany.

2.8.2. Przyrządy i materiały

a) Słoik pojemności 50 cm³, z doszlifowanym korkiem.

b) Bibuła Whatman nr 2 lub podobna — paski o wymiarach 20 × 80 mm.

c) Tygiel Schotta G4 lub lejek Buchnera i sączki ilościowe średnie UEB 389.

2.8.3. Wykonanie oznaczania. Ilość pigmentu badanego, odpowiadająca 5 g pigmentu wzorcowego w postaci pasty pod względem koncentracji oznaczonej wg 2.2, odważyć z dokładnością do 0,001 g, umieścić w słoiku, dodać 10 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego wg 2.8.1, wymieszać i pozostawić na 16 h. Następnie całość przesączyć przez tygiel Schotta G4 lub lejek Buchnera z 2 sączkami ilościowymi średnimi VEB 389, odrzucając pierwsze 2 cm³ przesączu. Przesącz i czysty roztwór wodorotlenku sodowego wg 2.8.1 umieścić w oddzielnych zlewkach pojemności 25 cm³ i zanurzyć w nich na 5 s po jednym pasku bibuły, po czym paski zawiesić wzdłuż krótszego brzegu. Po 2 h porównać intensywność zabarwienia paska bibuły zanurzonego w przesączu z paskiem bibuły zanurzonym w czystym roztworze wodorotlenku sodowego.

Porównanie przeprowadzić nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

Intensywność zabarwienia wyrazić w stopniach za pomocą szarej skali do oceny stopnia zabrudzenia bieli wg PN-63/P-04907.

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-72/6041-08. Wylimitowano z zakresu badań:

a) oznaczanie rozdrobnienia metodą wirówkową,

b) oznaczanie napięcia powierzchniowego metodą stalagmometryczną,

c) oznaczanie odporności na działanie 15-procentowego roztworu kwasu siarkowego.

3. Normy związane

PN-70/C-04424 Pigmenty. Badanie rozdrobnienia

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

PN-72/C-81015 Biel cynkowa

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

4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 1759-69 Красители. Органические пигменты для крашения вискозы в массе. Методы сравнительных испытаний

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