

BARWNIKI I PIGMENTY	NORMA BRANŻOWA	BN-80
	Barwniki do polimetakrylanu metylu Metody badań	6041-21
		Zamiast BN-70/6041-21
		Grupa katalogowa 1029

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań barwników rozpuszczalnych w monomerze metakrylanu metylu, stosowanych do uzyskiwania przezroczystych wybarwień wyrobów z polimetakrylanu metylu.

1.2. Rodzaje badań

- a) oznaczanie koncentracji,
- b) oznaczanie odcienia,
- c) oznaczanie zawartości wody,
- d) oznaczanie rozpuszczalności w metakrylanie metylu,
- e) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w metakrylanie metylu,
- f) oznaczanie wpływu barwników na czas polimeryzacji metakrylanu metylu,
- g) oznaczanie trwałości na wodę,
- h) oznaczanie trwałości na alkalia,
- i) oznaczanie trwałości na spirytus,
- j) oznaczanie trwałości na mydło,
- k) oznaczanie trwałości na temperaturę,
- l) oznaczanie trwałości na światło.

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczenie koncentracji

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

- a) kolorymetryczną,
- b) przez barwienie polimetakrylanu metylu.

2.1.2. Odczynniki

- a) Metakrylan metylu, roztwór 98-procentowy, niestabilizowany,
- b) Porofor N.

2.1.3. Oznaczenie koncentracji metodą kolorymetryczną

2.1.3.1. Przyrządy. Cylindry pomiarowe o jednakowej średnicy, pojemności 100 cm³, wykonane z tego samego rodzaju szkła.

2.1.3.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,04 g barwnika badanego i wzorcowego (jeżeli norma przedmiotowa nie przewiduje inaczej) z dokładnością do 0,0005 g, przenieść ilościowo do cylindrów wg 2.1.3.1 i rozpuścić w około 30 cm³ metakrylanu metylu. Roztwór zawierający barwnik wzorcowy dopełnić metakrylanem metylu do objętości 80 cm³ i dokładnie wymieszać. Roztwór zawierający barwnik badany rozcieńczać tak długo, aż uzyska się intensywność barwy roztworu zgodną z intensywnością barwy roztworu wzorcowego. Porównywanie roztworów barwnika badanego i wzorcowego przeprowadzać w rozproszonym świetle dziennym. Odczytać objętość roztworu barwnika badanego.

2.1.3.3. Obliczanie wyników. Koncentrację barwnika badanego w stosunku do barwnika wzorcowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V}{V_1} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

V — objętość roztworu barwnika wzorcowego, cm³,

V₁ — objętość roztworu barwnika badanego, cm³.

2.1.4. Oznaczenie koncentracji poprzez barwienie polimetakrylanu metylu

2.1.4.1. Przyrządy. Formy przygotowane w następujący sposób: między dwoma płytkami ze szkła okiennego o wymiarach 150×200 mm i grubości około 2 mm umieścić w czterech rogach przekładki dystansowe z uplastycznionego polichlorku winylu bezbarwnego o grubości 2 mm, po

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
dnia 2 maja 1980 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1981 r.
(Dz. Norm i Miar nr 12/1980 poz. 53)

czym trzy brzegi płyt okleić szeroką taśmą papieru podgumowanego i pozostawić do wyschnięcia na powietrzu.

Do wykonania badań porównawczych należy używać płytek szklanych i przekładek dystansowych z tego samego gatunku materiałów i o takich samych wymiarach.

2.1.4.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,05 g barwnika badanego i 0,03 g dobrze rozdrobnionego Poroforu N z dokładnością do 0,0005 g, umieścić w kolbie stożkowej pojemności 150 cm³ i wprowadzić 50 g metakrylanu metylu odważonego z dokładnością do 0,01 g. Kolbę zakryć korkiem i zawartość mieszać do rozpuszczenia się Poroforu.

W przypadku użycia barwników syntenowych roztwór należy przesączyć.

W taki sam sposób przygotować roztwór z barwnika wzorcowego. Przygotowane roztwory umieszczone w kolbach zaopatrzonych w chłodnice zwrotne ogrzewać na łaźni wodnej o temperaturze 70°C w ciągu 1,5÷2 h. Następnie ostudzić do temperatury około 40°C, po czym przelać częściowo spolimeryzowaną masę do form, zaklejając brzeg formy warstwą papieru podgumowanego. Formy umieścić w suszarce w temperaturze 50°C pod kątem 70° i pozostawić w tej temperaturze przez 8 h. Co 30 min sprawdzać, czy nastąpiło całkowite stwardnienie masy, przechylając formę lub nakłuwając igłą górny brzeg płyty. Następnie formy umieścić w naczyniu z wodą o temperaturze około 50°C na 5÷10 min, po czym wyjąć z wody i odzielić płytki szklane, a płytkę z polimetakrylanu metylu osuszyć.

2.1.4.3. Ocena wyników. Porównać intensywność barwy płytek wybarwionych barwnikiem badanym i wzorcowym gołym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

W przypadku stwierdzenia niezgodności intensywności barwy porównywanych płytek należy powtórzyć oznaczanie ze zmniejszoną lub zwiększoną o 5, 10, 15% itd. ilością barwnika wzorcowego.

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

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

w którym:

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

2.2. Oznaczanie odcienia. Odcień badanego barwnika określić przez porównanie płytek wybarwionych wg 2.1.4 barwnikiem badanym i wzorcowym o zgodnej intensywności barwy. Porówna-

nie wykonać w warunkach wg 2.1.4.3. W przypadku stwierdzenia niezgodności odcienia, podać słowną charakterystykę tej niezgodności, np. bardziej żółty, bardziej czerwony, bardziej przytłumiony.

2.3. Oznaczanie zawartości wody wykonać w zależności od wskazań normy przedmiotowej wg PN-76/C-04702 p. 2.1.2 lub wg PN-66/C-04523.

2.4. Oznaczanie rozpuszczalności w metakrylanie metylu. Ilość barwnika większą o około 0,5 g niż wymaga przewidywana rozpuszczalność odważyć z dokładnością do 0,0005 g i umieścić w kolbie stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 250 cm³. Następnie wprowadzić 100 cm³ metakrylanu metylu wg 2.1.2a). Kolbę zamknąć i wstrząsać przez 30 min. Na dnie naczynia powinno być widać nierozpuszczony barwnik. Jeżeli barwnik rozpuści się całkowicie, powtórzyć badanie, biorąc odważkę zwiększoną o 0,5 g. Całość przesączyć przez lejek Schotta G5 wysuszony uprzednio do stałej masy w temperaturze 80÷85°C i zważony z dokładnością do 0,0002 g. Kolbę przepłukać przesączem w celu ilościowego przeniesienia barwnika na lejek. Po przesączeniu lejek z barwnikiem suszyć w temperaturze 80÷85°C do stałej masy i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Rozpuszczalność (X) obliczyć w g/cm³ metakrylanu metylu wg wzoru

$$X = \frac{m - m_1}{100} \cdot 1000 \quad (3)$$

w którym:

- m — masa odważonego barwnika, g,
- m_1 — masa barwnika pozostałego na lejku, g.

2.5. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w metakrylanie metylu wykonać wg PN-76/C-04702 p. 2.4, stosując zamiast alkoholu metylowego metakrylan metylu wg 2.1.2a).

2.6. Oznaczanie wpływu barwników na czas polimeryzacji metakrylanu metylu. Wykonać płytki polimetakrylanu metylu wg 2.1.4.2 barwnikiem badanym i bez barwnika, sprawdzając płynięcie co 30 min, począwszy od chwili umieszczenia form w suszarce. Podać różnicę w czasach polimeryzacji niebarwionego i barwionego metakrylanu metylu.

2.7. Oznaczanie trwałości na wodę. Płytkę polimetakrylanu metylu o wymiarach 30×40 mm, wykonaną wg 2.1.4, umieścić w pozycji pionowej w zamkniętym, szklanym naczyniu nieco większym niż długość płytki, zawierającym 100 cm³ wody destylowanej o temperaturze 60°C. Próbkę powinna być całkowicie zanurzona w wodzie. W tych warunkach utrzymywać próbkę w ciągu 24 h. Następnie próbkę wyjąć, a w cieczy zanurzyć na 30 s pasek białej bibuły do sączenia o wymiarach 20×100 mm. Równolegle zanurzyć w wodzie de-

stylowanej pasek takiej samej bibuły, po czym oba paski wysuszyć na powietrzu. Porównać zabarwienie bibuły zanurzonej w wyciągu z paskiem bibuły zanurzonej w wodzie gołym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

Ocenę przeprowadzić za pomocą szarej skali do oceny stopnia zabrudzenia bieli wg PN-63/P-04907.

2.8. Oznaczenie trwałości na alkalia wykonać jak w 2.7, stosując zamiast wody 2-procentowy roztwór węgla sodowego bezwodnego cz.

2.9. Oznaczenie trwałości na spirytus wykonać jak w 2.7, stosując zamiast wody spirytus rektyfikowany wg PN-74/A-79522, o temperaturze pokojowej.

2.10. Oznaczenie trwałości na mydło wykonać jak w 2.7, stosując zamiast wody 1-procentowy roztwór płatków mydlanych wg PN-68/C-77058.

2.11. Oznaczenie trwałości na temperaturę. Płytkę polimetakrylanu metylu wybarwioną wg 2.1.4, o wymiarach 30×70 mm, umieścić poziomo w suszarce w temperaturze 120°C. Po 5 min płytkę wyjąć i po 2 h porównać intensywność barwy z taką samą płytką nie poddaną działaniu temperatury. Porównanie przeprowadzić w warunkach wg 2.7. Ocenę przeprowadzić za pomocą szarej skali do oceny zmiany barwy wg PN-63/P-04906.

2.12. Oznaczenie trwałości na światło sztuczne lub dzienne wykonać wg PN-79/C-04411 na próbkach wykonanych wg 2.1.4.

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-70/6041-21

- a) wprowadzono oznaczenie zawartości wody,
- b) zmieniono warunki polimeryzacji metakrylanu metylu,
- c) wyeliminowano oznaczenie trwałości barwników na katalizatory.

3. Normy związane

PN-74/A-79522 Spirytus rektyfikowany

PN-66/C-04523 Oznaczenie zawartości wody metodą destylacyjną

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

PN-68/C-77058 Przetwory tłuszczowe. Płatki i nitki mydlane

PN-68/N-02310 Iluminanty i źródła sztucznego światła dziennego

PN-79/C-04411 Pigmenty. Oznaczenie trwałości na światło
PN-63/P-04906 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień. Szara skala do oceny zmiany barwy

PN-63/P-04907 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień. Szara skala do oceny stopnia zabrudzenia bieli

4. Autorzy projektu normy — mgr Hanna Bernard, mgr Tomasz Stańczyk — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA.

Errata do BN-80/6041-21

Na str. 1, w p. 2.1.3.3, we wzorze (1) zostały przedstawione symbole; prawidłowy zapis wzoru powinien być następujący:

$$X = \frac{V_1}{V} \cdot 100$$