

BARWNIKI ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-92
	Barwniki siarkowe nierozpuszczalne w wodzie	6041-53
	Metody badań	Zamiast BN-85/6041-53
		Grupa katalogowa 1029

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy są metody badań barwników siarkowych nierozpuszczalnych w wodzie, stosowanych do barwienia włókien celulozowych.

### 1.2. Rodzaje badań

- oznaczanie koncentracji,
- oznaczanie odcienia,
- oznaczanie rozpuszczalności w roztworze siarczku sodowego,
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w roztworze siarczku sodowego,
- oznaczanie trwałości na wodę,
- oznaczanie trwałości na pranie,
- oznaczanie trwałości na pot,
- oznaczanie trwałości na rozpuszczalniki organiczne,
- oznaczanie trwałości na tarcie,
- oznaczanie trwałości na prasowanie,
- oznaczanie trwałości na folowanie w środowisku alkalicznym,
- oznaczanie trwałości na światło sztuczne.

## 2. METODY BADANIA

### 2.1. Oznaczanie koncentracji

**2.1.1. Wytyczne ogólne.** W zależności od wskazań normy przedmiotowej oznaczanie koncentracji wykonać jednym z dwóch sposobów:

- barwienie sposobem klasycznym,
- barwienie wg CT CЭB 5371-85.

#### 2.1.2. Odczynniki, roztwory i materiały

a) Siarczek sodowy techniczny wg BN-85/6016-58, roztwór 10% (*m/m*) i 25% (*m/m*) w przeliczeniu na 100-procentowy produkt.

b) Węglan sodowy bezwodny i roztwór 10% (*m/m*).

c) Chlorek sodowy cz. (sól kuchenna) lub siarczan sodowy techniczny lub krystaliczny w przeliczeniu na bezwodny, roztwór 10% (*m/m*).

d) Woda utleniona techniczna wg PN-91/C-84102, roztwór 30% (*V/V*).

e) Amoniak ciekły syntetyczny wg PN-79/C-84914, roztwór 25% (*V/V*).

f) Anionoczynny środek piorący np. Pretepon G lub na bazie alkilosulfonu.

g) Szare skale do oceny odporności wybarwień wg PN-86/P-04906,

h) Włókno celulozowe, przędza, dzianiny lub tkaniny o splocie płóciennym, bielone (bez użycia rozjaśniaczy optycznych), nieapreturowane oraz nie zawierające włókien martwych ani pozostałości chemikaliów.

**2.1.3. Aparatura.** Aparat do barwienia umożliwiający otrzymanie temperatury od 40 do 100 ± 2°C, zawierający naczynia do barwienia o pojemności nie mniejszej niż 300 ml, np. firmy AHIBA, Linitest-Quarzlampen Gesellschaft mbH Hanau.

Dopuszcza się stosowanie zwykłych łaźni farbiarskich.

### 2.1.4. Barwienie sposobem A

**2.1.4.1. Przygotowanie roztworów barwnika.** 5 g barwnika badanego odważyć z dokładnością do 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności około 250 ml, dodać w zależności od marki barwnika wskazaną objętość roztworu uwzględniającą podaną w tabl. 1 krotność siarczku sodowego i ogrzewać na łaźni wodnej aż do rozpuszczenia. Roztwór pozostawić do ostygnięcia do temperatury pokojowej, przelać do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, dopełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać.

W taki sam sposób przygotować roztwór barwnika wzorcowego<sup>1)</sup>.

Tablica 1

Lp.	Marka barwnika	Ilość siarczku sodowego w przeliczeniu na 100-procentowy produkt
		w stosunku do masy barwnika
1	2	3
1	Żółcień siarkowa G	0,82-krotna
2	Oranż siarkowy G	0,99-krotna
3	Oranż siarkowy GR	0,99-krotna

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe p. 6.

Zgłoszona przez Instytut Barwników i Produktów Organicznych  
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej  
dnia 30 listopada 1992 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1993 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1993, poz. 6)

cd. tabl. 1

Lp.	Marka barwnika	Ilość siarczku sodowego w przeliczeniu na 100-procentowy produkt
		w stosunku do masy barwnika
1	2	3
4	Brunat siarkowy G	0,82-krotna
5	Brunat siarkowy BR	0,66-krotna
6	Brunat siarkowy B	0,66-krotna
7	Brunat siarkowy 4R	0,66-krotna
8	Oliw siarkowy BT	0,99-krotna
9	Khaki siarkowe G	1,15-krotna
10	Granat siarkowy RL	0,66-krotna
11	Czerń siarkowa BT	0,82-krotna
12	Czerń siarkowa BT w łuskach	0,82-krotna
13	Czerń siarkowa T	0,82-krotna

**2.1.4.2. Przygotowanie włókna do barwienia.** Próbkę włókna do barwienia (2,1,2h) o masie  $10 \pm 0,1$  g bezpośrednio przed barwieniem dokładnie zwilżyć gorącą wodą, nadmiar wody wycisnąć i pozostawić do ostygnięcia do temperatury pokojowej.

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

a) Roztwór barwnika badanego i wzorcowego (2.1.4.1), w ilości podanej w tabl. 2, jeśli normy przedmiotowe nie przewidują inaczej.

Tablica 2

Kolor barwnika	Masa barwnika <sup>1)</sup> w stosunku do masy włókna
Granat	3% oraz 6%
Czerń	3% oraz 8%
Pozostałe kolory	3%

<sup>1)</sup> Masę barwnika podano w stosunku do koncentracji barwnika typu, w którym zawartość substancji barwiących uważa się za 100%, masę barwników należy przeliczyć na koncentrację barwnika typu.

b) Węglan sodowy 10% roztwór (2.1.2b), 3 ml przy wybarwieniach jasnych, 5 ml przy wybarwieniach ciemnych.

c) Woda destylowana uzupełniająca objętość kąpeli barwiącej do 300 ml.

**2.1.4.4. Wykonanie oznaczania.** Naczynia z kąpielami barwiącymi (2.1.4.3) (krotność kąpeli 1:30) umieścić w aparacie do barwienia (2.1.3), po czym kąpiele podgrzać do temperatury 50°C, wprowadzić po jednej próbce włókna przygotowanego wg (2.1.4.2). Kąpiele podgrzewać dalej w ciągu 15 min, doprowadzić do temperatury 90 ÷ 95°C, po 30 min barwienia dodać roztwór soli kuchennej (2.1.2c) w ilości 10 ml przy wybarwieniach jasnych do 3% i 20 ml przy wybarwieniach ciemnych powyżej 3%, po czym barwić przez dalsze 30 min. Po tym czasie próbki wyjąć, dobrze wycisnąć i nie płuczac rozwiesić na około 15 min w celu utlenienia się barwnika na powietrzu.

W przypadku barwienia na łaźni farbiarskiej, próbki należy przeciągać za pomocą przecików szklanych. Na-

stępnie wybarwienia dotleniać w kąpeli zawierającej 3 ml/l wody utlenionej 30-procentowej (2.1.2d), w temperaturze 30 ÷ 40°C, w ciągu 15 min (krotność kąpeli utleniającej 1:30), po czym wybarwienia płukać kilkakrotnie w ciepłej wodzie, odwirować i suszyć w temperaturze 70 ÷ 100°C, a po wyschnięciu pozostawić do ostygnięcia.

### 2.1.5. Barwienie sposobem B

**2.1.5.1. Przygotowanie roztworów barwnika.** 0,75 ÷ 2 g barwnika badanego (w zależności od koloru) odważyć z dokładnością do 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności 200 ml, dodając 5 ÷ 10 ml 25-procentowego siarczku sodowego (2.1.2a) i rozpuścić. Po czym dodać odpowiednio 10 ÷ 15 ml 25-procentowego siarczku sodowego, licząc w ilości 1:1 do użytego barwnika, w przeliczeniu na 100-procentowy produkt, 200 ml wody destylowanej o temperaturze  $45 \pm 5^\circ\text{C}$  i ciągle mieszając gotować w ciągu  $120 \pm 5$  s. Roztwór pozostawić do ostygnięcia do temperatury pokojowej, przelać do kolby pojemności 500 ml, dopełnić wodą destylowaną do kreski i dobrze wymieszać.

**2.1.5.2. Przygotowanie włókna do barwienia.** Próbkę włókna do barwienia (2.1.2h) zamoczyć w wodzie o temperaturze 35 ÷ 40°C i prać w ciągu 30 min w kąpeli zawierającej 2 g/l środka piorącego (2.1.2f), w temperaturze 40°C lub kąpeli zawierającej 4 g/l węglanu sodowego w temperaturze wrzenia w ciągu 120 min (krotność kąpeli 1:60). Następnie próbkę płukać w wodzie o temperaturze  $40 \pm 2^\circ\text{C}$  w ciągu 10 min, potem w wodzie o temperaturze  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  do momentu, aż woda płuczająca będzie przezroczysta. Po czym próbkę wyjąć do 100% w odniesieniu do masy suchej próbki.

**2.1.5.3. Przygotowanie kąpeli barwiącej.** Kąpiel barwiącą z barwnika badanego i wzorcowego przygotować o następującym składzie: 30% (15 ml) w stosunku do barwionej próbki 10-procentowego roztworu siarczku sodowego lub chlorku sodowego 4% (2 ml) 10-procentowego roztworu węglanu sodowego, roztwór barwnika (2.1.5.1) w zależności od marki w ilości 2 ÷ 12% w stosunku do masy próbki i dopełnić wodą destylowaną do 200 ml.

Koncentrację wzorca należy przyjąć za 100%. Jeśli koncentracja barwnika badanego różni się od wzorca, to ilość badanego barwnika należy przeliczyć w stosunku do wzorca, stosując 10-procentową gradację.

**2.1.5.4. Wykonanie oznaczania.** Próbkę włókna do barwienia o masie  $5 \pm 0,1$  g przygotowaną (2.1.5.2) umieścić w naczyniu zawierającym kąpiel barwiącą (2.1.5.3) o temperaturze 40°C (krotność kąpeli 1:40). Następnie w zależności od marki barwnika kąpiel podgrzać w ciągu 15 min do 60°C, a następnie w ciągu 45 min lub 30 min podgrzać kąpiel do 95°C i barwić w tej temperaturze w ciągu 45 min. Po tym czasie próbkę włókna płukać początkowo w wodzie o temperaturze 40°C w ciągu 10 ÷ 15 min, potem w wodzie o temperaturze  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  w ciągu 10 ÷ 15 min do momentu, aż woda płuczająca będzie bezbarwna. Po czym próbkę utleniać w ciągu 20 min w kąpeli zawierającej 0,5 ml/l wody utlenionej (2.1.2d) i 0,5 ml/l amoniaku

(2.1.2c) o temperaturze 50°C. Następnie próbkę wyjąć, odżyć i wysuszyć w suszarce o temperaturze nie wyższej niż 70°C.

W przypadku gdy masa próbki do barwienia różni się od 5 g, to ilość wprowadzonego roztworu barwnika należy odpowiednio przeliczyć, przy czym nie zmieniając krotności kąpieli i przyjętej ilości barwnika w procentach.

**2.1.6. Ocena wyników.** Koncentrację określić przez porównanie wybarwień wykonanych przy użyciu barwnika badanego i wzorcowego. Porównanie przeprowadzić nie uzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym padającym od strony północnej lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

W przypadku stwierdzenia niezgodności intensywności barwy porównywanych wybarwień, należy powtórzyć wybarwienie ze zmniejszoną lub zwiększoną o 5, 10, 15% itd. ilością barwnika badanego.

Koncentrację barwnika badanego ( $X$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

$m_1$  — masa barwnika wzorcowego, g,

$m$  — masa barwnika badanego, g.

Koncentrację określić w gradacji 5%, przy czym koncentrację wzorca przyjąć za 100%.

**2.2. Oznaczanie odcienia.** Odcień barwnika badanego określić jednym z dwóch sposobów:

a) Przez porównanie wybarwień wykonanych (2.1.4 lub 2.1.5) barwnikiem badanym i wzorcowym o zgodnej intensywności barwy. Porównanie przeprowadzić nie uzbrojonym 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 czerwony.

b) Przez określenie odcienia w stopniach szarej skali do oceny zmiany barwy wg PN-86/P-04906 lub określenie słowami w sposób następujący:

- zgodny,
- różni się nieznacznie,
- różni się znacznie,
- niezgodny (nieporównywalny).

**2.3. Oznaczanie rozpuszczalności w roztworze siarczku sodowego**

**2.3.1. Zasada oznaczania** polega na rozpuszczaniu określonej w tablicy wg PN-92/C-04702 ilości barwnika w roztworze siarczku sodowego, przesączeniu roztworu i wzrokowej ocenie pozostałości na sączku. Wyniki oznaczania podaje się w g/l.

**2.3.2. Wykonanie oznaczania** — wg PN-92/C-04702 p. 2.2, stosując do rozpuszczania barwnika zamiast wo-

dy, 250 ml roztworu zawierającego krotność siarczku sodowego w stosunku do ilości barwnika użytego do badania zgodnie z tabl. 1. kol. 3.

**2.4. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w roztworze siarczku sodowego**

**2.4.1. Odczynniki i roztwory**

a) Siarczek sodowy techniczny wg BN-85/6016-58, roztwory 0,5% ( $m/m$ ) i 1,0% ( $m/m$ ) w przeliczeniu na 100-procentowy produkt. Roztwór powinien być odstąły i przesączony.

b) Octan ołowiawy cz., roztwór 1,0% ( $m/m$ ).

**2.4.2. Wykonanie oznaczania.** Odważyć 2 g barwnika siarkowego z dokładnością do 0,001 g, umieścić w zlewce pojemności 500 ml, dodać 250 ml 1-procentowego roztworu siarczku sodowego (2.4.1a) i mieszając ogrzać do wrzenia, po czym utrzymywać w stanie wrzenia przez 10 min (do rozpuszczenia barwnika). Następnie dodać 250 ml wrzącej wody, wymieszać i sączyć przez lejek sitowy z 2 sączkami ilościowymi typu VEB (miękkie) Niderschlag 388, uprzednio wysuszonymi w temperaturze 70 ÷ 80°C do stałej masy i zważonymi z dokładnością do 0,0005 g.

Osad na sączku przemyć, najpierw wrzącym 0,5-procentowym roztworem siarczku sodowego do momentu, aż przesącz przestanie wykazywać zabarwienie, a następnie wrzącą wodą dopóty, dopóki przesącz przestanie tworzyć na bibule nasyconej 1-procentowym roztworem octanu ołowiawego czarne plamy. Następnie sączki z osadem wysuszyć do stałej masy w temperaturze 70 ÷ 80°C i zważyć z dokładnością do 0,0005 g.

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

Zawartość substancji nierozpuszczalnych ( $X$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

$m_2$  — masa sączków z pozostałością po suszeniu, g,

$m_1$  — masa sączków, g,

$m$  — odważka barwnika, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą o 0,2% wyniku mniejszego.

**2.5. Oznaczanie trwałości na wodę** wykonać wg PN-90/P-04910 na wybarwieniach wykonanych (2.1.4) w intensywności 1/1 kolekcji pomocniczej.

**2.6. Oznaczanie trwałości na pranie w temperaturze 60°C i 96°C** wykonać wg PN-87/P-04912 metodą 4 na wybarwieniach jak w 2.5.

**2.7. Oznaczanie trwałości na pot kwaśny i alkaliczny** wg PN-91/P-04913 na wybarwieniach jak w 2.5.

**2.8. Oznaczanie trwałości na tarcie suche i mokre** — wykonać wg PN-87/P-04908, na wybarwieniach jak w 2.5.

**2.9. Oznaczanie trwałości na prasowanie** — wykonać wg PN-73/P-04914, na wybarwieniach jak w 2.5.

**2.10. Oznaczanie trwałości na folowanie w środowisku alkalicznym** — wykonać wg PN-68/P-04932 na wybarwieniach jak w 2.5.

**2.11. Oznaczanie trwałości na rozpuszczalniki organiczne** — wykonać wg PN-91/P-04923 na wybarwieniach jak w 2.5.

**2.12. Oznaczanie trwałości na światło sztuczne** — wykonać wg PN-89/P-04943.

KONIEC

#### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Instytut Barwników i Produktów Organicznych w Zgierzu.

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-85/6041-53**

a) wdrożono oznaczanie koncentracji i odcienia wg CT CЭB 5371-85,

b) wprowadzono szarą skalę do oceny zmiany barwy przy określaniu odcienia barwy,

c) zmieniono podawanie wyników oznaczania rozpuszczalności barwnika w roztworze siarczku sodowego g/l zamiast w stopniach,

d) uaktualniono pozostałe metody badań,

e) uaktualniono asortyment barwników, wykreślając marki: Zieleń siarkowa trwała BL, Czerń siarkowa B, Czerń siarkowa TR.

**3. Normy związane**

PN-92/C-04702 Barwniki. Ogólne metody badań

PN-85/C-84001/01 Węglan sodowy techniczny. Zakres i postanowienia normy

PN-91/C-84102 Nadtlenek wodoru techniczny

PN-79/C-84914 Amoniak ciekły syntetyczny

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

PN-86/P-04906 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień. Szare skale do oceny odporności wybarwień

PN-87/P-04908 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na tarcie

PN-90/P-04910 Tekstyliia. Wyznaczanie odporności wybarwień na wodę

PN-87/P-04912 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na pranie

PN-91/P-04913 Tekstyliia. Wyznaczanie odporności wybarwień na pot

PN-73/P-04914 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na prasowanie

PN-91/P-04923 Tekstyliia. Wyznaczanie odporności wybarwień na rozpuszczalniki organiczne

PN-68/P-04932 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na folowanie w środowisku alkalicznym

PN-89/P-04943 Tekstyliia. Wyznaczanie odporności wybarwień na światło sztuczne (lampa ksenonowa)

BN-85/6016-58 Siarczek sodowy techniczny

**4. Normy międzynarodowe**

RWPG CT CЭB 5371-85 Красители сернистые водонерастворимые. Метод определения концентрации и оттенка

**5. Zgodność normy z normą RWPG CT CЭB 5371-85.** Norma zawiera metodę oznaczania koncentracji i odcienia, wykazującą znaczne rozbieżności techniczne w stosunku do wdrożonej metody RWPG. Norma BN zawiera 10 dodatkowych parametrów.

**6. Wzorce barwników** dostarcza na żądanie producent — Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta” w Zgierzu.

**7. Autorzy projektu normy** — inż. Jadwiga Pliszkiewicz, mgr inż. Helena Bogusławska-Dzierżan.