

BARWNIKI I PIGMENTY	N O R M A B R A N Ź O W A	<b>BN-86</b>
	<b>Barwniki do lakierów spirytusowych</b>	<b>6044-06</b>
	Metody badań	Zamiast BN-70/6044-06
		Grupa katalogowa 1029

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy są metody badań barwników rozpuszczalnych w 96-procentowym alkoholu etylowym i innych rozpuszczalnikach organicznych stosowanych do wyrobu lakierów spirytusowych.

### 1.2. Rodzaje badań

- a) oznaczanie koncentracji,
- b) oznaczanie odcienia,
- c) oznaczanie rozpuszczalności w rozpuszczalnikach organicznych,
- d) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w alkoholu etylowym,
- e) oznaczanie trwałości na rozpuszczalniki organiczne,
- f) oznaczanie trwałości na temperaturę,
- g) oznaczanie stopnia sublimacji,
- h) oznaczanie trwałości na światło sztuczne.

## 2. METODY BADAŃ

### 2.1. Oznaczanie koncentracji

**2.1.1. Przygotowanie lakieru spirytusowego.** 100 g żywicy naturalnej typu Kopal Manila, odważonej z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w mieszaninie o składzie: 160 ml alkoholu etylowego cz. i 160 ml alkoholu butylowego cz. Po rozpuszczeniu żywicy i odstaniu zdekantować i przechowywać w zamkniętym naczyniu.

Dopuszcza się dowolny lakier spirytusowy z warunkiem wykonania oznaczania barwnikiem badanym i wzorcowym w tym samym lakierze, o składzie określonym w normie przedmiotowej.

**2.1.2. Wykonanie oznaczania.** 53 g lakieru spirytusowego wg 2.1.1 odważyć z dokładnością do 0,01 g, dodać 0,5 ÷ 2,5 barwnika badanego odważonego z dokładnością do 0,001 g. Po rozpuszczeniu się barwnika całość dokładnie wymieszać. Następnie na papier kredowy lub folię aluminiową o wymiarach 20×5 cm nanieść warstwę lakieru przy użyciu prętów do nakładania wg BN-76/7469-11/05.

Równolegle i w analogiczny sposób wykonać wymalowania barwnikiem wzorcowym.

**2.1.3. Ocena wyników.** Koncentrację barwnika badanego określić przez porównanie wymalowań wykonanych wg 2.1.2 przy użyciu barwnika badanego i wzorcowego. Porównanie przeprowadzić nie uzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego w PN-68/N-02310.

W przypadku, gdy intensywność barwy wymalowania wykonanego lakierem badanym różni się od intensywności barwy wymalowania wykonanego lakierem wzorcowym, należy do lakieru o wyższej intensywności barwy dodać taką ilość roztworu żywicy (spoiwa) użytej do sporządzenia obu lakierów, aby oba lakiery dawały wymalowania o jednakowej intensywności.

Koncentrację badanego barwnika ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

- $m$  — ilość lakieru wzorcowego + dodatek roztworu żywicy, g,
- $m_1$  — ilość lakieru badanego + dodatek roztworu żywicy, g.

Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między średnią arytmetyczną, a poszczególnymi wynikami oznaczeń nie powinna przekraczać  $\pm 5\%$ , a dla lakierów sporządzonych z barwników żółtych  $\pm 10\%$ .

**2.2. Oznaczanie odcienia.** odcień barwnika badanego określić przez porównanie wymalowań wykonanych wg 2.1.2 lakierem sporządzonym z barwnika badanego i wzorcowego, o zgodnej intensywności barwy. Porównanie przeprowadzić nie uzbrojonym okiem w rozproszonym świetle 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 itp.

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA  
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 22 stycznia 1986 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1987 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1986 poz. 10)

### 2.3. Oznaczanie rozpuszczalności w rozpuszczalnikach organicznych

#### 2.3.1. Przyrządy i materiały

- Wstrząsarka uniwersalna typ WU-3 lub inna podobna.
- Wirówka laboratoryjna.
- Rozpuszczalniki organiczne, tj. 96-procentowy alkohol etylowy lub aceton cz., lub metyloetyloketon cz.

**2.3.2. Wykonanie oznaczenia.** 6 g barwnika badanego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozprowadzić w 50 ml rozpuszczalnika wg 2.3.1c). Następnie napęlić probówki wirówki pojemności 10 ml przygotowanym roztworem do  $\frac{2}{3}$  objętości. Probówki szczelnie zamknąć i umieścić na wstrząsarce wg 2.3.1a) i wstrząsać w ciągu 30 min, przy ruchu wstrząsarki bliskim maksymalnemu. Następnie probówki przenieść na wirówkę wg 2.3.1b) i wirować przy 3000 obr/min w ciągu 10 min.

Roztwór w ilości 1 ml zlać z nad osadu do uprzednio wysuszonego i zważonego naczynka wagowego. Naczynko wraz z zawartością zważyć z dokładnością do 0,0001 g i suszyć w suszarce w temperaturze o 10°C niższej od temperatury wrzenia badanego rozpuszczalnika.

Próbkę suszyć do stałej masy i zważyć z dokładnością do 0,0001 g.

Rozpuszczalność barwnika ( $X_2$ ) obliczyć, w g/l rozpuszczalnika, wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_2 \cdot d}{m_1 - m_2} \cdot 1000 \quad (2)$$

w którym:

- $m_1$  — masa pobranego roztworu badanego, g,
- $m_2$  — masa pozostałości po suszeniu, g,
- $d$  — gęstość użytego rozpuszczalnika, g/ml.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą o więcej niż 10% wyniku niższego.

**2.4. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w alkoholu etylowym** należy wykonać wg PN-76/C-04702 p. 2.4, stosując zamiast alkoholu metylowego, alkohol etylowy 96-procentowy.

### 2.5. Oznaczanie trwałości na rozpuszczalniki organiczne

#### 2.5.1. Materiały

- Słoik z bezbarwnego szkła pojemności 50 ml z doszlifowanym korkiem.
- Sączki ilościowe średnie nr 389 VEB lub inne podobne.
- Paski bibuły Whatman nr 2 lub podobnej o wymiarach 120×20 mm.
- Rozpuszczalniki organiczne, np. octan etylu cz., ksylen cz., benzyna cz.

**2.5.2. Wykonanie oznaczenia.** 1 g badanego barwnika odważonego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w kar-

bowanym sączku wg 2.5.1b), który należy związać u góry białą nitką i włożyć do słoika wg 2.5.1a), zalać 40 ml rozpuszczalnika wg 2.5.1d) i zamknąć naczynie. Całość pozostawić w temperaturze pokojowej na 24 h, wstrząsając słoikiem od czasu do czasu w początkowych 8h. Następnie sączek wyjąć, a w wyciągu i jednocześnie w czystej wodzie zanurzyć na 5 s paski bibuły wg 2.5.1c), po czym zawiesić je w pozycji pionowej i wysuszyć w temperaturze pokojowej. Następnie porównać intensywność zabarwienia paska bibuły zanurzonego w wyciągu, z paskiem bibuły zanurzonym w czystej wodzie.

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

Określić wielkość kontrastu zabarwionego i niezabarwionego paska bibuły, w stopniach, za pomocą szarej skali do oceny stopnia zabrudzenia bieli wg PN-63/P-04907.

**2.6. Oznaczanie trwałości na temperaturę.** Z folii aluminiowej wymalowanej lakierem z barwnikiem badanym wg 2.1.2 o intensywności 1/1 wzorca pomocniczego wg PN-73/P-04905, odciąć pasek długości 7 cm, po czym przeciąć go wzdłuż na połowę, zaznaczając krawędzie, którymi oba paski się stykały.

Jedną połowę pozostawić do porównania, a drugą umocować na białym kartonie i umieścić w suszarce w temperaturze  $120 \pm 2^\circ\text{C}$ , jeśli norma przedmiotowa nie przewiduje inaczej. Po 30 min wyjąć badane wymalowanie, pozostawić na 15 min w temperaturze pokojowej i porównać z paskiem wymalowania nie poddanym działaniu temperatury. Jeśli próbka badana nie zmieniła się, włożyć ją ponownie do suszarki i ogrzewać w tej samej temperaturze w ciągu 90 min.

Po wyjęciu i klimatyzacji w temperaturze pokojowej w ciągu 15 min, porównać ponownie paski wymalowań folii poddanej i nie poddanej działaniu temperatury, stykając je krawędziami, które przed przecięciem były połączone.

Porównanie wykonać nie uzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310. Ocenę wykonać za pomocą szarej skali do oceny zmiany barwy wg PN-63/P-04906.

**2.7. Oznaczanie stopnia sublimacji.** Z folii aluminiowej wymalowanej lakierem z barwnikiem badanym wg 2.1 o intensywności 1/1 wzorca pomocniczego wg PN-73/P-04905, wyciąć ze środka pasek o wymiarach 5×3 cm i umieścić między dwoma białymi kartonami o wymiarach 8×8 cm. Kartony na rogach spiąć spinnaczami, po czym tak przygotowaną próbkę umieścić (powierzchnią wymalowaną folii do góry) w suszarce w temperaturze  $120 \pm 2^\circ\text{C}$  na 2 h. Po tym czasie próbkę wyjąć i ocenić wzrokowo stopień zabarwienia kartonu

w miejscu zetknięcia go z wymalowaną powierzchnią folii. Ocenę wykonać za pomocą szarej skali do oceny stopnia zabrudzenia bieli wg PN-63/P-04907.

**2.8. Oznaczanie trwałości na światło sztuczne wyko-**

nać wg PN-78/C-04411, na folii aluminiowej wymalowanej lakierem z barwnikiem badanym w 2.1.2, o intensywności 1/1 wzorca pomocniczego wg PN-73/P-04905.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA w Zgierzu.

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/6044-06**

a) wyeliminowano metodę kolorymetryczną i metodę wagową oznaczania rozpuszczalności w rozpuszczalnikach organicznych,

b) wprowadzono metodę wagowo-wirówkową oznaczania rozpuszczalności w rozpuszczalnikach organicznych,

c) zmodyfikowano metodę oznaczania koncentracji i jej oceny,

d) wprowadzono oznaczanie trwałości na światło sztuczne zamiast dziennego.

**3. Normy związane**

PN-79/C-04411 Pigmenty. Oznaczanie trwałości na światło

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

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

PN-73/P-04905 Metody badań wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień. Ogólne zasady

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

BN-76/7469-11/05 Farby graficzne. Sporządzanie odbitek do badań za pomocą prętów do nakładania warstwy farby

**4. Autorzy projektu normy** — inż. Jadwiga Pliszkiewicz, mgr Zbigniew Olszewski, mgr Hanna Błaszczuk.