

BARWNIKI I PIGMENTY	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-84
	Pigmenty korfilowe	6042-11
	Metody badań	Grupa katalogowa 1019

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań pigmentów korfilowych, stosowanych do barwnego powierzchniowego wykończania skór naturalnych i syntetycznych typu „polcorfam”.

1.2. Rodzaje badań

- oznaczanie intensywności barwy,
- oznaczanie odcienia,
- oznaczanie rozdrobnienia,
- oznaczanie pH zawiesiny wodnej,
- oznaczanie sedymentacji,
- oznaczanie siły krycia,
- oznaczanie zawartości substancji stałych,
- oznaczanie odporności wymalowań na kwasy,
- oznaczanie odporności wymalowań na wodę,
- oznaczanie odporności wymalowań na formalinę,
- oznaczanie odporności wymalowań na rozpuszczalniki organiczne,
- oznaczanie odporności wymalowań na migrację,
- oznaczanie odporności wymalowań na podwyższoną temperaturę,
- oznaczanie odporności wymalowań na światło sztuczne,
- oznaczanie odporności wymalowań na mydło,
- oznaczanie odporności wymalowań na alkalia,
- oznaczanie odporności wymalowań na tarcie,
- oznaczanie odporności wymalowań na wielokrotne zginanie.

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie intensywności i barwy

2.1.1. Wytyczne ogólne. W zależności od wskazań normy przedmiotowej, oznaczanie intensywności oznaczać jedną z metod:

- na wymalowaniach ze środkiem wiążącym,
- na wydrukach na bibule bez środka wiążącego.

2.1.2. Oznaczanie intensywności na wymalowaniach

2.1.2.1. Odczynniki i roztwory

- Biel tytanowa.
- Top WT techniczny.

c) Kazeina kwasowa techniczna, roztwór 10-procentowy przygotowany w następujący sposób: 10 g kazeiny odważyć z dokładnością do 0,1 g, umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, dodać 90 cm³ wody i odstawić na 24 h. Po tym czasie dodać 1,2 g boraksu odważonego z dokładnością do 0,01 g, zlewkę umieścić na łaźni wodnej o temperaturze 55 ÷ 60°C i ogrzewać w ciągu 3 ÷ 4 h, ciągle mieszając i uzupełniając wyparowaną wodę do początkowej objętości. Następnie roztwór ostudzić do temperatury pokojowej, po czym przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Sprawdzić roztwór kazeiny przez nałożenie cienkiej warstwy na płytkę szklaną. Otrzymana powłoka powinna być jednolita, przeświecająca i nie powinna wykazywać zmętnienia.

2.1.2.2. Przygotowanie farb do wymalowań. 0,5 g badanego pigmentu oraz 4,5 g bieli tytanowej odważyć z dokładnością do 0,01 g. Przenieść do zlewki pojemności 50 cm³ i wymieszać pędzelkiem z 10 g Topu WT lub 10-procentowego roztworu kazeiny, dodawanymi porcjami, aż do uzyskania jednolitej farby. Całość uzupełnić wodą do 25 g i dokładnie wymieszać.

W analogiczny sposób przygotować farbę z pigmentem wzorcowym.

2.1.2.3. Wykonanie wymalowań. W naczyniu z farbą przygotowaną wg 2.1.2.2, z pigmentem badanym, zanurzyć szczotkę pluszową o wymiarach 5×6 cm, odcisnąć nadmiar farby o brzeg, tak aby nie ściekała i malować biały karton o wymiarach 4×20 cm, nakładając farbę trzykrotnie ruchem jednokierunkowym. Karton można malować również pędzelkiem płaskim z miękkiego włosa, o wymiarach 1,5 ÷ 2 cm, ruchem krzyżowym. Po nałożeniu każdej warstwy, pozostawić karton do wyschnięcia. W analogiczny sposób wykonać wymalowanie z pigmentem wzorcowym. Wymalowania pozostawić do wyschnięcia w temperaturze pokojowej, chroniąc je przed bezpośrednim działaniem światła słonecznego.

Intensywność barwy otrzymanych wymalowań porównać nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 5 stycznia 1984 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1984 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1984 poz. 7)

dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

Intensywność porównywanych wymalowań powinna być zgodna. W przypadku gdy intensywność barwy wymalowań badanym pigmentem różni się od intensywności barwy wymalowań wzorcowym pigmentem, oznaczanie należy powtórzyć, biorąc do sporządzenia farby z pigmentem wzorcowym o 5, 10, 15% itd. mniej lub więcej bieli tytanowej, w stosunku do ilości bieli w farbie podstawowej, aż do uzyskania wymalowań o zgodnej intensywności barwy.

Intensywność barwy badanego pigmentu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m_1 — masa bieli użytej do przygotowania pasty z pigmentem badanym, g,

m — masa bieli użytej do przygotowania pasty z pigmentem wzorcowym, g.

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

2.1.3. Oznaczenie intensywności barwy na wydrukach wykonać wg BN-78/6041-47, biorąc do badań 3 g pigmentu na bibule, bez środka wiążącego.

2.2. Oznaczenie odcienia. Porównać wymalowania lub wydruki wykonane wg 2.1.1 metodą a) lub b), farbą z pigmentem badanym i wzorcowym, o zgodnej intensywności barwy. Porównanie wykonać nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

W przypadku stwierdzenia niezgodności odcienia określić słownie tę niezgodność, np. bardziej żółty, czerwony itp.

2.3. Oznaczenie rozdrobnienia wykonać metodą mikroskopową wg PN-70/C-04424 p. 2.1.2.3, stosując następujący sposób przygotowania zawiesiny pigmentu do oznaczania: 0,2 g badanej pasty, w przeliczeniu na produkt suchy, odważyć z dokładnością do 0,0002 g, przenieść ilościowo do zlewki pojemności 50 cm³, dodać 30 cm³ wody, wymieszać i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³, uzupełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać. Zawiesinę w kolbie odstawić na 15 min, po czym, w przypadku gdy nastąpi sedymentacja, roztwór nad osadu usunąć za pomocą pipety, a do badania pobrać mikropipetą 0,02 cm³ zawiesiny z dna kolby. Dalej postępować zgodnie z PN-70/C-04424. Liczyć należy ziarna o ostrych liniach brzegowych, tzn. ziarna nie będące zlepami.

2.4. Oznaczenie pH zawiesiny wodnej wykonać wg PN-80/C-04401, biorąc 3 g badanego pigmentu, odważonego z dokładnością do 0,001 g.

2.5. Oznaczenie sedymentacji. Odważyć 3 g badanego pigmentu z dokładnością do 0,01 g, dodać 80 cm³ wody i dokładnie wymieszać. Następnie zawiesinę prze-

nieść ilościowo do cylindra pomiarowego pojemności 100 cm³ z doszlifowanym korkiem, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Cylinder pozostawić na 24 h w temperaturze 20 ± 2°C, po czym odczytać objętość warstwy cieczy pozbawionej pigmentu (odcieku).

2.6. Oznaczenie siły krycia. Na białym kartonie o wymiarach 6×10 cm narysować czarnym tuszem pas szerokości 5 mm. Karton położyć na białym papierze. Postawić na to krystalizator o średnicy 8 cm, zawierający 50 cm³ wody (grubość warstwy wody 1 cm), po czym wkraplać z biuřety 2-procentową wodną zawiesinę badanego pigmentu. Dodawanie zawiesiny zakończyć, gdy po zamieszaniu zawartości krystalizatora nie rozróżnia się już czarnego paska na kartonie.

Za wynik przyjąć liczbę cm³ 1-procentowej zawiesiny badanego pigmentu (X_2), przypadającą na 100 cm² powierzchni krystalizatora, obliczoną wg wzoru

$$X_2 = \frac{2 \cdot V \cdot 100}{50} \quad (2)$$

w którym:

V — objętość zawiesiny zużytej do oznaczania, cm³,

50 — powierzchnia krystalizatora o średnicy 8 cm, cm².

2.7. Oznaczenie zawartości substancji stałych

2.7.1. Wykonanie oznaczania. 2,5 g badanego pigmentu odważyć z dokładnością do 0,001 g w niskim naczynku wagowym, wysuszonym do stałej masy w temperaturze 150 ± 2°C i zważonym z dokładnością do 0,001 g. Otwarte naczynko z badanym pigmentem suszyć w temperaturze 150 ± 2°C w ciągu 45 min, po czym umieścić w eksykatorze z żelazem krzemionkowym na 30 min. Naczynko wraz z zawartością zważyć z dokładnością do 0,001 g.

Zawartość substancji stałych (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

m_1 — masa pigmentu po wysuszeniu, g,

m — masa pigmentu badanego, g.

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

2.8. Przygotowanie wymalowań do oznaczania odporności

2.8.1. Wytyczne ogólne. W zależności od stosowania badanego pigmentu korfilowego wymalowania wykonać na:

- a) skórze,
- b) polcorfamie.

2.8.2. Odczynniki i materiały

- a) Top WT techniczny i Top BG techniczny.
- b) Środek wiążący typu Crilat D121 lub inny, o podobnym działaniu.
- c) Skóra bydlęca chromowa, szlifowana — bukat.
- d) Szczotka pluszowa o wymiarach 5×6 cm lub pędzel płaski miękki o wymiarach 1,5 ÷ 2 cm.

- e) Biel dermapolowa.
- f) Środek wiążący typu Priwal 510 lub inny, o podobnym działaniu.
- g) Butylocellosolve.
- h) Amoniak — roztwór 25-procentowy.
- i) Polcorfam.

2.8.3. Wykonanie wymalowań na skórze

2.8.3.1. Przygotowanie farb do wymalowań na skórze.

5 g badanego pigmentu i 1 g Topu WT zważyć z dokładnością do 0,01 g, umieścić w parownicy porcelanowej, wymieszać i dodać 20 cm³ wody o temperaturze 40°C, po czym ponownie wymieszać. Całość pozostawić do ostygnięcia do temperatury pokojowej, a następnie dodać 7 g środka wiążącego wg 2.8.2b) w 15 cm³ wody i dokładnie wymieszać.

2.8.3.2. Wykonanie oznaczania. Próbkę skóry wg 2.8.2c), o wymiarach 4×20 cm, malować szczotką pluszową lub pędzelkiem wg 2.8.2d). Sposób malowania próbek — jak w 2.1.2.3. Po wymalowaniu, próbki pozostawić na 24 h na wolnym powietrzu, chroniąc je od dostępu światła słonecznego.

2.8.4. Wykonanie wymalowań na polcorfamie

2.8.4.1. Przygotowanie farb do wymalowań na polcorfamie. Do zlewki pojemności 250 cm³, zawierającej 63 cm³ wody, dodać mieszając:

- 1 g pigmentu badanego odważonego, z dokładnością do 0,01 g,
- 9 g bieli dermapolowej wg 2.8.2e), odważonej z dokładnością do 0,1 g,
- 25 g środka wiążącego wg 2.8.2f), odważonego z dokładnością do 0,1 g,
- 1 g Butylocellosolve wg 2.8.2g), odważonego z dokładnością do 0,01 g,
- 1 g amoniaku wg 2.8.2h), odważonego z dokładnością do 0,01 g.

Zawartość naczynia homogenizować w ciągu 5 min za pomocą mieszadła elektrycznego wolnoobrotowego.

2.8.4.2. Wykonanie oznaczania. Farbę przygotowaną wg 2.8.4.1 przenieść do płaskiego krystalizatora szklanego o średnicy 10 cm, w takiej ilości, aby jej poziom był równy z brzegiem naczynia. Następnie na krystalizatorze umieścić pręcik szklany, pod którym należy przesuwając pasek polcorfam o wymiarach 7×30 cm, stroną licową, zanurzając go w farbie, dotykając z jednej strony powierzchnią paska do pręcika szklanego. Powleczone w ten sposób paski polcorfam suszyć w pozycji poziomej w temperaturze pokojowej.

2.9. Oznaczanie odporności wymalowań na skórze

2.9.1. Oznaczanie odporności na kwasy. Z wymalowania wykonanego farbą z pigmentem badanym wg 2.8.3.2 wyciąć próbkę o wymiarach 2×3 cm, nanieść 0,1 cm³ 3-procentowego roztworu kwasu z wysokości 1 cm. Po wyschnięciu kropki porównać powstałą plamę, pomijając otoczkę z wymalowaniem nie traktowanym kwasem. Porównać nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310. Zmianę barwy określić w stopniach szarej skali wg PN-63/P-04906.

2.9.2. Oznaczanie odporności na wodę wykonać wg 2.9.1, stosując zamiast roztworu kwasu wodę.

2.9.3. Oznaczanie odporności na formalinę wykonać wg 2.9.1, stosując zamiast roztworu kwasu roztwór o składzie: 1 część formaliny i 3 części wody.

2.9.4. Oznaczanie odporności na rozpuszczalniki organiczne — wykonać wg 2.9.1, stosując zamiast roztworu kwasu odpowiedni rozpuszczalnik organiczny, tj. benzynę ekstrakcyjną, ksylen, aceton, jeśli norma przedmiotowa nie przewiduje inaczej.

2.9.5. Oznaczanie odporności wymalowań na migrację

2.9.5.1. Wykonanie oznaczania migracji na folię z polichloru winylu. Na płytkę szklaną o wymiarach 8×20 cm nałożyć filc, potem próbkę skóry wymalowaną wg 2.8.3.2 o wymiarach 2×4 cm, folię białą z polichloru winylu, a następnie całość przykryć filcem i płytką szklaną.

Tak przygotowaną próbkę wstawić do suszarki o temperaturze 50 ±5°C, postawić na próbce obciążenie 250 g/cm² próbki skóry i utrzymywać w tej temperaturze przez 24 h (dopuszcza się ogrzewanie przerywane). Po tym czasie próbkę wyjąć, schłodzić i ocenić zabrudzenie białej folii, w stopniach, za pomocą szarej skali do oceny zabrudzenia bieli wg PN-63/P-04907.

2.9.5.2. Wykonanie oznaczania migracji do białej emalii nitrocelulozowej. Z wymalowania wykonanego farbą z pigmentem badanym wg 2.8.3.2, wyciąć próbkę o wymiarach 2×4 cm, po czym nanieść na nią pędzelkiem emalię nitrocelulozową białą o symbolu 54/01/09 wg BN-74/6115-66.

Równocześnie wykonać wymalowanie do porównania, nanosząc w analogiczny sposób emalię na biały karton. Obie próbki wysuszyć w temperaturze pokojowej i pozostawić na 24 h. Po tym czasie porównać zabarwienie próbek i różnicę ocenić w stopniach za pomocą szarej skali do oceny stopnia zabrudzenia bieli wg PN-63/P-04907.

2.9.6. Oznaczanie odporności wymalowań na podwyższoną temperaturę

2.9.6.1. Przygotowanie próbki. Na próbkę skóry przygotowaną wg 2.8.3.2, bez aklimatyzacji, nanieść szczotką pluszową jedną warstwę roztworu zawierającego: 5 g Topu BG w 30 cm³ wody i pozostawić do wyschnięcia, po czym na próbkę nanieść jedną warstwę 20-procentowego roztworu formaliny. Wymalowaną i wykończoną skórę pozostawić na powietrzu na 24 h, chroniąc od dostępu światła słonecznego.

2.9.6.2. Wykonanie oznaczania. Na próbkę skóry o wymiarach 4×20 cm, wymalowaną i wykończoną wg 2.9.6.1, postawić żelazko o temperaturze 140 ±10°C na 3 s. Żelazko powinno przykrywać część środkową skóry, pozostawiając boki odkryte. Po wyznaczonym czasie zdjęć żelazko, skórę pozostawić na wolnym powietrzu na 24 h do aklimatyzacji. Po tym czasie porównać nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310. Wymalowanie nie poddane działaniu temperatury porównać z częścią wymalowania poddanego działaniu tempe-

ratury. Zmianę barwy określić w stopniach za pomocą szarej skali wg PN-63/P-04906.

2.9.7. Oznaczanie odporności na światło sztuczne wykonać wg PN-79/C-04411, na próbce skóry wymalowanej i wykończonej wg 2.9.6.1.

2.10. Oznaczanie odporności wymalowań na polcorfamie

2.10.1. Oznaczanie odporności na kwasy wykonać wg 2.9.1 na wymalowaniach wykonanych jak w 2.8.4.2.

2.10.2. Oznaczanie odporności na wodę wykonać wg 2.9.1 na wymalowaniach wykonanych jak w 2.8.4.2.

2.10.3. Oznaczanie odporności na mydło wykonać wg 2.9.1, na wymalowaniach wykonanych jak w 2.8.4.2, stosując zamiast roztworu kwasu 0,2-procentowy roztwór mydła.

2.10.4. Oznaczanie odporności na alkalia wykonać wg 2.9.1, na wymalowaniach wykonanych jak w 2.8.4.2, stosując zamiast roztworu kwasu 10-procentowy roztwór alkaliów (soda lub amoniak).

2.10.5. Oznaczanie odporności na rozpuszczalniki organiczne wykonać wg 2.9.1, na wymalowaniach wykonanych jak w 2.8.4.2, stosując zamiast roztworu kwasu rozpuszczalniki organiczne, tj. dwumetyloformamid (DMF), metyloetyloketon (MEK), aceton, toluen, octan etylu, alkohol etylowy, Butylocellosolve, jeśli normy przedmiotowe nie przewidują inaczej.

2.10.6. Oznaczanie odporności na migrację wykonać wg 2.9.5, na wymalowaniach wykonanych jak w 2.8.4.2.

Dodatkowo wykonać oznaczanie odporności na migrację do białego polcorfamę wg 2.9.5.1, stosując zamiast folii z polichlorku winylu biały polcorfam nałożony stroną licową na wymalowanie.

2.10.7. Oznaczanie odporności na podwyższoną temperaturę wykonać jak w 2.9.6.2, na wymalowaniach wykonanych wg 2.8.4.2, stosując temperaturę $180 \pm 10^\circ\text{C}$ i czas 15 s.

2.10.8. Oznaczanie odporności na światło sztuczne wykonać wg PN-79/C-04411, na wymalowaniach wykonanych wg 2.8.4.2.

2.10.9. Oznaczanie odporności na tarcie suche i mokre. Próbkę wymalowanego polcorfamę wg 2.8.4.2 od strony lica pocierać suchą lub zwilżoną (100% wilgoci) tkaniną bawełnianą (bieloną, nieapreturowaną, o splocie płóciennym, o masie jednostkowej 125 g/m^2 , o wymiarach $6 \times 30 \text{ mm}$, owiniętą na trzpień aparatu (Crockmeter) pod naciskiem 90 g. Trzpień aparatu przesuwać 10 razy w jedną stronę i 10 razy w drugą stronę na odcinku 10 cm.

Ocenić zabrudzenie białej tkaniny bawełnianej za pomocą szarej skali do oceny zabrudzenia bieli wg PN-63/P-04907. Zwilżoną tkaninę bawełnianą przed oceną należy wysuszyć w temperaturze pokojowej.

2.10.10. Oznaczanie odporności na wielokrotne zginanie wykonać wg PN-74/P-22143 na wymalowaniach wykonanych jak w 2.8.4.2.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA, Zgierz.

2. Normy związane

PN-80/C-04401 Pigmenty. Ogólne metody badań
 PN-79/C-04411 Pigmenty. Oznaczanie trwałości na światło
 PN-70/C-04424 Pigmenty. Badanie rozdrobnienia
 PN-68/N-02310 Iluminaty i źródła sztucznego światła dziennego
 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

PN-74/P-22143 Skóry wyprawione miękkie. Wyznaczanie odporności powłoki kryjącej na wielokrotne zginanie

BN-78/6041-47 Pigmenty poloprintowe. Metody badań

BN-74/6115-66 Emalie celulozowe ogólnego stosowania

3. Odczynniki związane

a) Biel tytanowa wg ZN-77/MPCh/N-226.

b) Biel dermapolowa kryjąca wg ZN-80/MPCh/Og-3735.

c) Topy WT i BG wg ZN-66/ZPS/088.

4. Autorzy projektu normy — inż. J. Pliszkiwicz, mgr. R. Matysiak — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA, Zgierz.