

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-65
	Środki pomocnicze dla włókiennictwa <b>Utrwalacz IS</b>	6061-11
		Grupa katalogowa X 27

### 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest środek pomocniczy do utrwalania wybarwień na włóknach, nazywany utrwalaczem IS, otrzymywany przez kondensację dwucyjano-dwuamidu z aldehydem mrówkowym.

**1.2. Zastosowanie.** Utrwalacz IS stosuje się w przemyśle włókienniczym do utrwalania wybarwień barwnikami bezpośrednimi i siarkowymi na włóknach roślinnych, jedwabiu wiskozowym i na ich mieszankach z wełną lub jedwabiem naturalnym. Przez stosowanie utrwalacza IS podwyższa się odporność wybarwień na działanie wody, potu oraz na pranie.

**1.3. Określenia.** Stopień odporności jest to wskaźnik zmiany barwy próbki wyrobu włókienniczego lub stopnia zabrudzenia bieli tkaniny towarzyszącej, poddanych działaniu określonego czynnika, np. praniu.

**1.4. Rodzaje.** Rozróżnia się dwa rodzaje utrwalacza IS: utrwalacz IS płynny i utrwalacz IS w proszku.

**1.5. Przykład oznaczenia utrwalacza IS płynnego:**

UTRWALACZ IS PŁYNNY BN-65/6061-11

**1.6. Normy związane**

- PN-53/C-04004 Przetwory naftowe. Gęstość (masa właściwa). Oznaczanie areometrem  
 PN-53/C-04005 Przetwory naftowe. Gęstość (masa właściwa). Oznaczanie piknometrem  
 PN/C-04505 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów ciekłych  
 PN/C-04506 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów sypkich  
 PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne  
 PN-59/C-04700 Barwniki bezpośrednie. Barwienie porównawcze  
 PN/C-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych  
 PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach  
 PN-60/N-79002 Znaki i znakowanie opakowań transportowych  
 PN-63/P-04906 Kontrola jakości wyrobów włókienniczych. Metody wyznaczania odporności wybarwień. Szara skala do oceny zmiany barwy  
 PN-63/P-04907 Kontrola jakości wyrobów włókienniczych. Metody wyznaczania odporności wybarwień. Szara skala do oceny stopnia zabrudzenia bieli

Ustanowiona przez Zjednoczenie Przemysłu Azotowego dnia 3 listopada 1965 r.  
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1966 r.  
 (Mon. Pol. nr 3/1966 poz. 24)

PN-63/P-04910 Kontrola jakości wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na wodę

PN-56/P-04912 Kontrola jakości wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na pranie ręczne przy 40°C

PN-56/P-04913 Kontrola jakości wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie odporności wybarwień na pot

## 2. WYMAGANIA TECHNICZNE

2.1. Wymagania ogólne. Utrwalacz IS płynny powinien być gęstą cieczą o barwie brudnożółtej. Utrwalacz IS w proszku powinien mieć postać białego proszku.

### 2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Rodzaj utrwalacza IS	
	płynny	w proszku
a) Zmętnienie roztworu utrwalacza w wodzie o temperaturze 40°C, stopnie zmętnienia wg 4.2.1.4, najwyżej	50	50
b) Gęstość względna $d_4^{20}$ , g/ml	1,1900 ÷ 1,2300	nie normalizuje się
c) pH 3-procentowego roztworu w wodzie	4,7 ÷ 6	4,7 ÷ 6
d) Zawartość wolnego aldehydu mrówkowego, %, najwyżej	1	1
e) Wzrost odporności utrwalonych wybarwień, stopień odporności, co najmniej:		
na pranie ręczne, zmiana barwy	1	1
zabrudzenie bieli tkaniny bawełnianej	1	1
f) Wzrost odporności wybarwień, stopień odporności, co najmniej:		
na pot, zmiana barwy	1	1
zabrudzenie bieli tkaniny bawełnianej	3	3
g) Wzrost odporności wybarwień, stopień odporności, co najmniej:		
na działanie wody, zmiana barwy	1	1
zabrudzenie bieli tkaniny bawełnianej	3	3
h) Zawartość suchej substancji, %, co najmniej <sup>1)</sup>	50	nie normalizuje się
i) Charakter jonowy <sup>1)</sup>	charakter kationo- czynny	charakter kationo- czynny

<sup>1)</sup>Oznacza się na żądanie odbiorcy.

2.3. Trwałość. Utrwalacz IS przechowywany w sposób podany w 3.2 w postaci płynu nie powinien zmieniać swych własności w ciągu 4 miesięcy, natomiast w postaci proszku w ciągu 12 miesięcy od daty wyprodukowania.

## 3. OPAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Opakowanie. Utrwalacz IS płynny należy dostarczać w beczkach żelaznych ocynkowanych, bębnach metalowych lub balonach szklanych pojemności nie większej niż 60 l umieszczonych w koszach wiklinowych. Utrwalacz IS w proszku należy pakować w worki papierowe z wkładką odporną na działanie wilgoci lub w worki z mas plastycznych umieszczonych w bębnach tekturowych, drewnianych albo w beczkach metalowych szczelnie zamkniętych pokrywą.

Znakowanie opakowania - wg PN-60/N-79002.

Na każdym opakowaniu należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

a) nazwę lub znak wytwórni,

- b) oznaczenie wg 1.5,
- c) wagę brutto i netto,
- d) numer partii,
- e) datę produkcji.

**3.2. Przechowywanie.** Utrwalacz IS płynny i w proszku należy przechowywać w pomieszczeniach suchych w temperaturze nie niższej niż 20°C. Utrwalacz IS płynny chronić przed działaniem promieni słonecznych. Utrwalacz IS płynny przechowywany w temperaturze poniżej 20°C ulega zbieleniu i zżelowaniu, jednakże nie traci wówczas właściwości utrwalających i można przeprowadzić go w stan ciekły po podgrzaniu do temperatury 20°C.

**3.3. Transport.** Utrwalacz należy przewozić w wagonach lub samochodach krytych.

#### 4. BADANIA TECHNICZNE

**4.1. Pobieranie próbek.** Należy stosować zasady PN/C-04507. Partię stanowi najwyżej 250 balonów, bębnow, beczek lub worków wybranych losowo w liczbie zależnej od liczby opakowań w partii, wg tablicy.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobierania próbek
do 4	wszystkie
5÷ 8	5
9÷ 15	9
16÷ 25	13
26÷ 63	20
64÷160	28
161÷250	33

Z każdego opakowania jednostkowego należy pobrać po dwie próbki, przy czym utrwalacz płynny pobrać zgłębnikiem 1 wg PN/C-60008 lub rurą zastępującą zgłębnik, a utrwalacz IS w proszku - zgłębnikiem 5 wg PN/C-60010.

Sposób pobierania próbek pierwotnych utrwalacza IS płynnego powinien być zgodny z PN/C-04505, a utrwalacza IS w proszku - z PN/C-04506.

Masa średniej próbki powinna wynosić 500 g. Próbkę rozjemczą przechowywać w ciągu miesiąca. Wybór laboratorium rozjemczego uzgadniają między sobą dostawca z odbiorcą.

#### 4.2. Rodzaje i wykonanie badań

##### 4.2.1. Oznaczanie zmętnienia roztworu utrwalacza w wodzie

**4.2.1.1. Zasada metody** polega na porównaniu za pomocą spektrofotometru zmętnienia roztworu wodnego badanej próbki utrwalacza IS ze zmętnieniem roztworów wzorcowych chlorku srebra o znanym stężeniu.

##### 4.2.1.2. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan srebra cz.d.a., 10-procentowy roztwór wodny.
- b) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór o gęstości  $d_4^{20} = 1,1$ .
- c) Chlorek sodowy, roztwór: 0,1650 g chlorku sodowego cz.d.a. wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy, umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 1 l, rozpuścić w wodzie destylowanej, dopełnić wodą do kreski i starannie wymieszać. 1 ml tego roztworu zawiera 0,1 mg Cl.

##### 4.2.1.3. Przyrządy i aparaty

- a) Spektrofotometr z filtrem S47.
- b) Kuwety szerokości 18 mm.
- c) Termostat z regulacją wodną.



4.2.1.4. Sporządzenie krzywej wzorcowej zależności ekstynkcyj od stężenia. Krzywą wyznaczyć doświadczalnie. W tym celu odmierzyć do cylindrów pomiarowych pojemności po 100 ml kolejno: 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 3,5; 4; 4,5; 5 ml roztworu chlorku sodowego, po czym po 40 ml wody destylowanej, 2 ml kwasu azotowego oraz po 5 ml roztworu azotanu srebra. Następnie uzupełnić wodą destylowaną do kreski, zmieszać i wstawić cylindry pomiarowe do termostatu o temperaturze  $25 \pm 1^{\circ}\text{C}$  na  $15 \div 20$  min, często mieszając.

Wykonać pomiar ekstynkcyj każdego z roztworów za pomocą spektrofotometru w kuwecie 18 mm, stosując filtr S47 przy długości fali 465 m $\mu$  i jako roztwór porównawczy wodę destylowaną.

Wyniki przedstawić za pomocą wykresu, odkładając na osi rzędnych wartości ekstynkcyj, a na osi odciętych stopnie zmętnienia wg tablicy.

Liczba mililitrów roztworu chlorku sodowego	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5
Zmętnienie w stopniach zmętnienia	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100

4.2.1.5. Wykonanie oznaczania. Odważyć 6 g utrwalacza IS płynnego lub 3 g utrwalacza IS w proszku z dokładnością do 0,1 g, umieścić w zlewce pojemności 200 ml, odmierzyć do niej 50 ml wody destylowanej o temperaturze  $40^{\circ}\text{C}$ . Po rozpuszczeniu umieścić roztwór w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml i uzupełnić wodą do kreski. Następnie wykonać pomiar ekstynkcyj na spektrofotometrze, stosując filtr S47 przy długości fali 465 m $\mu$ . Odczytać zmętnienie próbki utrwalacza IS w stopniach zmętnienia z krzywej wzorcowej.

4.2.2. Oznaczanie gęstości. Gęstość utrwalacza IS płynnego oznaczać areometrem wg PN-53/C-04004, a w przypadkach spornych piknometrem wg PN-53/C-04005.

4.2.3. Oznaczanie pH 3-procentowego roztworu wodnego w przeliczeniu na suchą substancję utrwalacza IS płynnego lub w proszku wykonać za pomocą pehametru o elektrodach szklanej i kalomelowej.

#### 4.2.4. Oznaczanie zawartości wolnego aldehydu mrówkowego

##### 4.2.4.1. Odczynniki i roztwory

- a) Ortofosforan dwusodowy dwunastowodny cz., roztwór 0,5m.
- b) Kwas solny cz., roztwór 0,5n.
- c) Siarczyny sodowy cz., roztwór 0,5m.
- d) Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 0,1n.
- e) Wskaźnik mieszany: 0,25 g fenoloftaleiny i 0,25 g tymoloftaleiny rozpuścić w 100 ml alkoholu etylowego.

4.2.4.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 100 ml odważyć 2 g utrwalacza IS z dokładnością do 0,05 g, dodać 10 ml roztworu ortofosforanu dwusodowego, 5 ml kwasu solnego i 5 kropli wskaźnika mieszanego. W osobnym naczyniu przygotować mieszaninę 5 ml fosforanu dwusodowego, 5 ml roztworu siarczyny sodowego i zobojętnić ją wobec wskaźnika roztworem kwasu solnego. Przygotowaną mieszaninę dodać do badanej próbki, wymieszać i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do wystąpienia różowego zabarwienia, utrzymującego się przez okres około 1 min. Równocześnie przygotować próbę porównawczą, używając tych samych ilości odczynników, lecz bez utrwalacza IS.

Zawartość wolnego aldehydu mrówkowego ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{0,3(V - V_1)}{G} \quad (1)$$

w którym:

- $V$  - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania próby porównawczej, ml,
- $V_1$  - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, ml,
- $G$  - odważka utrwalacza IS, g,
- 0,3 - współczynnik przeliczeniowy, odpowiadający liczbie gramów aldehydu mrówkowego równoważący 1 ml ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, pomnożonej przez 100 w celu otrzymania wartości w procentach.

4.2.4.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,1%.

#### 4.2.5. Wyznaczanie odporności utrwalonych wybarwień

4.2.5.1. Barwienie włókna barwnikami wzorcowymi wykonać wg PN-59/C-04700 przy zastosowaniu jako barwników wzorcowych: Brunatu bezpośredniego RC i Błękitu bezpośredniego 6B.

4.2.5.2. Utrwalanie wybarwień. Kąpiel utrwalającą przygotować przez rozpuszczenie w wodzie 4% utrwalacza IS w proszku lub 8% utrwalacza IS w płynie. Stosunek masy włókna do masy kąpieli powinien wynosić 1:20. W celu wykonania utrwalania wybarwione próbki włókna podzielić na dwie części, z których jedną utrwala się, a drugą pozostawia się nieutrwaloną. Wypłukaną próbkę włókna przeznaczoną do utrwalenia umieścić w kąpieli utrwalającej o temperaturze 65°C na przeciąg 30 min. Następnie próbki wyjąć, dokładnie wyżąć lub odwirować, po czym suszyć w ciągu 30 min w temperaturze 100°C.

4.2.5.3. Wykonanie wyznaczania. Wyznaczanie odporności utrwalonych wybarwień na wodę wykonać wg PN-63/P-04910, wyznaczanie odporności utrwalonych wybarwień na pranie ręczne w 40°C - wg PN-56/P-04912, wyznaczanie odporności utrwalonych wybarwień na pot - wg PN-56/P-04913.

4.2.5.4. Ocena odporności utrwalonych wybarwień - wg PN-63/P-04906 i PN-63/P-04907.

#### 4.2.6. Oznaczanie zawartości suchej substancji utrwalacza IS płynnego

4.2.6.1. Wykonanie oznaczania. Na uprzednio wysuszonym i odważonym z dokładnością do 0,0002 g szkiełka mikroskopowym umieścić 1-2 krople utrwalacza IS płynnego i rozetrzeć tak, aby warstwa utrwalacza była możliwie cienka, po czym szybko zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Następnie szkiełko suszyć w suszarce w temperaturze 105°C do stałej masy. Zawartość suchej substancji ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(G_2 - G_3) \cdot 100}{G_1 - G_3} \quad (2)$$

w którym:

- $G_1$  - masa szkiełka z utrwalaczem IS przed suszeniem, g,
- $G_2$  - masa szkiełka z utrwalaczem IS po wysuszeniu, g,
- $G_3$  - masa szkiełka, g.

4.2.6.2. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 1%.

#### 4.2.7. Oznaczanie charakteru jonowego

4.2.7.1. Zasada metody polega na wytrąceniu z roztworu badanego utrwalacza IS barwnych osadów za pomocą barwników o znanym charakterze jonowym.

#### 4.2.7.2. Odczynniki i roztwory

- a) Auramina O; 0,5-procentowy roztwór wodny.
- b) Czerwień Kongo, 0,5-procentowy roztwór wodny.

4.2.7.3. Wykonanie oznaczania. Produkt dokładnie wymieszać, odmierzyć pipetą 2 ml badanej próbki utrwalacza IS płynnego lub odważyć 1 g próbki badanej utrwalacza IS w proszku z dokładnością do 0,01 g i przenieść do zlewki pojemności 150 ml. Odmierzyć cylindrem pomiarowym pojemności 100 ml wodę destylowaną w ilości 100 ml i wlać około 50 ml do zlewki z badanym produktem. Po rozpuszczeniu próbki na zimno uzupełnić roztwór pozostałą wodą destylowaną i doprowadzić do temperatury 20°C. Tak przygotowany roztwór nie powinien być przechowywany przed badaniem dłużej niż jeden dzień.

Z tak przygotowanego roztworu utrwalacza IS odmierzyć pipetą do dwóch probówek po 5 ml roztworu. Następnie do jednej probówki wlać pipetą 5 ml roztworu Auraminy O, do drugiej 5 ml roztworu Czerwieni Kongo. Roztwory barwników dodawać początkowo kroplami, następnie małymi porcjami, obserwując pojawianie się i ewentualne znikanie osadu w silnym świetle przechodzącym. Badanie wykonywać w temperaturze pokojowej.

4.2.7.4. Wynik. Badany utrwalacz ma charakter anionoczynny, jeżeli osad wytrąca się po dodaniu do roztworu Auraminy O, natomiast wykazuje charakter kationoczynny, jeżeli osad wytrąca się po dodaniu do roztworu Czerwieni Kongo. Utrwalacz wykazuje charakter niejonowy, jeżeli nie wytrąca się osad po dodaniu do roztworu Auraminy O i Czerwieni Kongo. W przypadkach wątpliwych należy badanie przeprowadzić kilkakrotnie. Jeżeli oznaczenia nie dają zadowalających rezultatów, to należy wykonać je w analogiczny sposób, stosując bardziej stężone roztwory zarówno utrwalacza IS, jak i Auraminy O i Czerwieni Kongo (np. 1%).

K O N I E C