



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

202 774

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 24 08 78
(21) PV 5514-78

(51) Int. Cl.³ G 01 N 21/31

(40) Zveřejněno 30 05 80

(45) Vydáno 01 06 83

(75)
Autor vynálezu

KOŽENÝ MILAN ing., PARDUBICE

(54)
Způsob spektrofotometrického stanovení α - a β -modifikace ftalocyaninu mědi v disperzi

1

Vynález se týká kvalitativního a kvantitativního způsobu stanovení α - a β -modifikace ftalocyaninu mědi sumárního vzorce $(C_8H_4N_2)_4Cu$ molekulové váhy 576,05, který se používá jako pigment, přičemž odstín i některé další vlastnosti, jako například stabilita v rozpouštělech nejsou u obou modifikací totožné.

Kvalitativní rozlišení α - a β -modifikace ftalocyaninu mědi uvádí sovětský patent č. 428 272; α -modifikace poskytuje v 56 až 60 %ní kyselině sírové zeleně zbarvenou suspenzi, suspenze β -modifikace je modrá.

Kvalitativní i kvantitativní stanovení α - a β -modifikace ftalocyaninu mědi se provádí infračervenou spektrofotometrií. Vzorky ftalocyaninu mědi se například dispergují roztíráním do vysokomolekulárních alifatických uhlovodíků apod., které však nesmí obsahovat například vodu ani jiné látky, absorbující v používané oblasti spektra. Pro kvantitativní stanovení je dosti obtížné dodržení koncentrace ftalocyaninu mědi a tloušťky vrstvy při měření. Jiný postup je založen na rozdíllosti rentgenových spekter obou modifikací ftalocyaninu mědi. Umožňuje kvantitativní stanovení v suchých vzorcích i v pastě, která vzniká například mletím ftalocyaninu mědi a vodou, alkoholy apod. Obě metody jsou poměrně náročné na pracovní techniku a zvláště pak na přístrojové vybavení.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob spektrofotometrického kvalitativního a kvantitativního stanovení α - a β -modifikace ftalocyaninu mědi, jehož podstata spočívá v tom, že se zkoumaný vzorek převede přidávkou dispergátoru, s výhodou neionogenního například adduktu ethylenoxidu s laurylalkoholem, do vodné disperze. Průběh spektra této disperze se proměří v oblasti 400 až 800 nm a z absorbancí prvního minima A_1 a obou hlavních maxim A_2 a A_3 se stanoví poměry A_2/A_1 , A_3/A_1 , A_3/A_2 nezávislé na koncentraci a kvalitativně charakterizující obsah obou modifikací. Poměr A_3/A_2 pro čistou α -modifikaci nabývá hodnot 1,2 až 1,3, pro β -modifikaci hodnot 0,6 až 0,9 a pro směs obou leží mezi těmito hodnotami. Pro kvantitativní stanovení se stanoví pomocí standardů obou modifikací závislost poměru absorbancí A_3/A_2 na obsahu jedné modifikace a z téhož poměru u analyzovaného vzorku se pak určí hledaný obsah α nebo β -modifikace.

Na obr. 1, kde na ose x jsou naneseny hodnoty vlnové délky v nm a na ose y hodnoty absorbancí, je zakreslen průběh spektra vodné disperze ftalocyaninu mědi α -modifikace, na obr. 2 je zakreslen průběh spektra β -modifikace. Z průběhu spektra je možné přímo rozlišit čisté modifikace α - a β - charakterizované tím, že pro poměry absorbancí platí u modifikace α : $A_2/A_1 > A_3/A_1$ a $A_3/A_2 < 1$, přičemž poměr $A_3/A_2 = 0,5$ až $0,9$ klesá s klesající průměrnou velikostí částic.

Pro β -modifikaci platí $A_2/A_1 < A_3/A_1$ a $A_3/A_2 > 1$, přičemž $A_3/A_2 = 1,2$ až $1,3$ a tento poměr se s průměrnou velikostí částic například při mletí buď nemění nebo mírně roste. Uvedené poměry absorbancí jsou v širokém rozmezí koncentrací 5 až 60 mg/l nezávislé na koncentraci ftalocyaninu mědi a na jemnosti disperze, pokud jsou rozměry částic v μ a nedechází k jejich rychlé sedimentaci. Ve směsích α - a β -modifikace ftalocyaninu mědi, které vznikají například při mletí β -modifikace ve vodě nebo s ethylenglykolem a chloridem sodným apod. lze určit obsah α -modifikace z kalibrační závislosti poměru absorbancí na koncentraci α -modifikace.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou uvedeny příklady provedení.

Příklad 1

Ze vzorku sušené α - a β -modifikace ftalocyaninu mědi připraveny směsi obsahující 10, 20, 30 a 40 % α -modifikace tím způsobem, že navážky vzorků byly dekonale rozetřeny s několika kapkami roztoku dispergátoru a kvantitativně přeneseny do odměrné baňky. Po doplnění vedou a roztokem dispergátoru je koncentrace ftalocyaninu mědi 0,06 g/g 1000 ml a koncentrace dispergátoru 0,5 až 2 %. Disperze důkladně roztřepána. U takto připravených roztoků proměřen průběh spektra v oboru vlnových délek 400 až 800 nm a stanoven poměr absorbancí A_3/A_2 .

% α -modifikace	0	10	20	30	40	100
A_3/A_2	1,217	1,182	1,158	1,117	1,077	0,845

Byla vypočtena lineární regrese.

$$\text{Obsah } \alpha\text{-modifikace } \% = 353,9 - 290,4 \cdot A_3/A_2$$

Pro umělou směs α - a β -modifikace s obsahem 25 % α - modifikace byl z absorbancí vypočten poměr $A_3/A_2 = 1,130$ a obsah α -modifikace 26,7 %.

Příklad 2

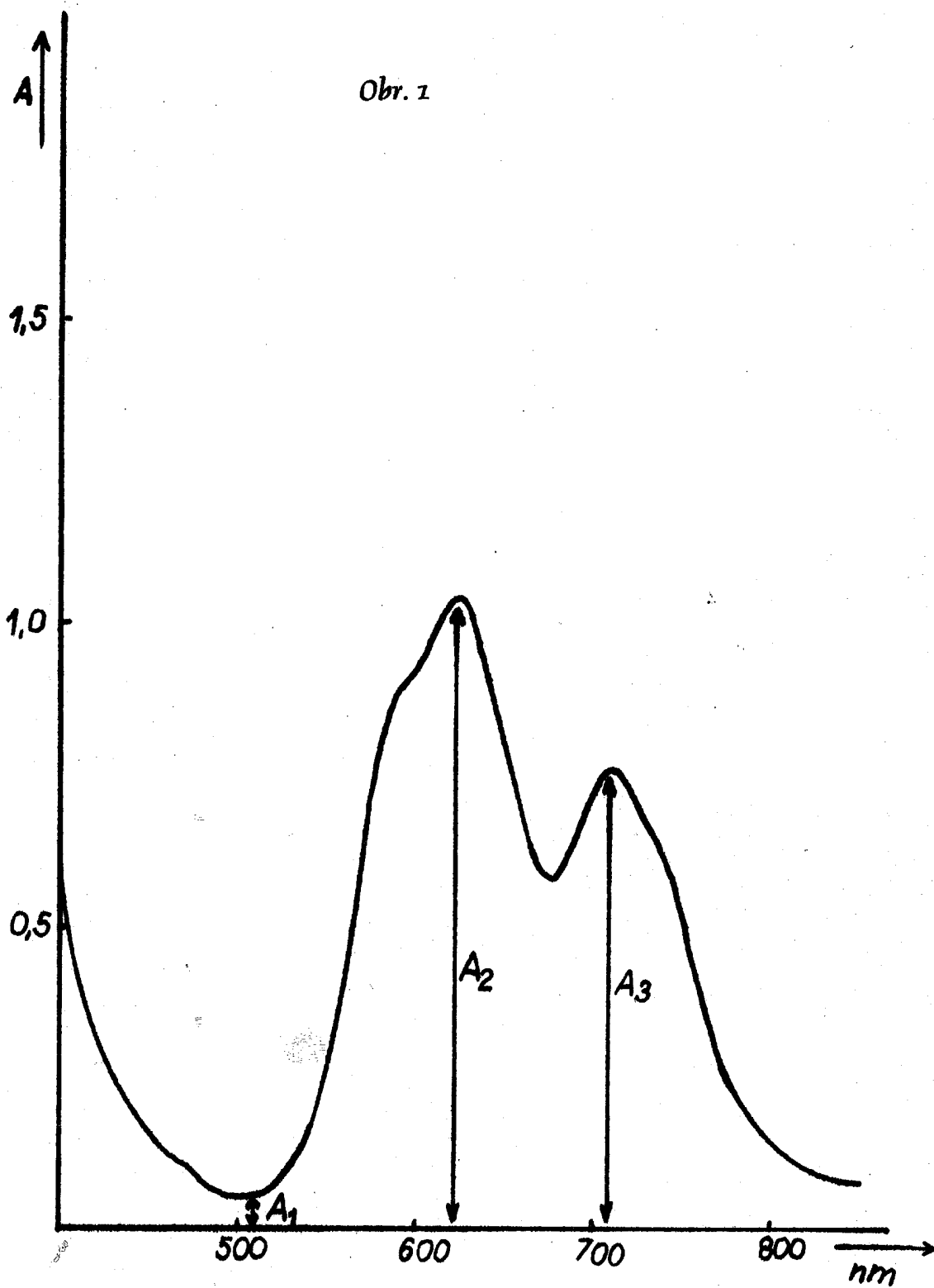
Ze vzorků mleté pasty α - a β -modifikace ftalocyaninu mědi připraveny směsí stejného složení jako v příkladu 1 s tím způsobem, že byla navážka vzorku kvantitativně převedena s přídavkem roztoku dispergátoru do edměrné banky, intenzivně protřepána a doplněna vodou. Koncentrace ftalocyaninu mědi je 20 mg/1000 ml, koncentrace dispergátoru 1 %. Pro průběh spektra a ze změřených absorbancí A_1 , A_2 , A_3 vypočteny jejich poměry:

% α -modifikace	9	10	20	30	40	100
A_3/A_2	1,316	1,251	1,163	1,064	0,973	0,680
A_2/A_1	8,595	8,366	8,240	8,684	9,236	17,000
A_3/A_1	11,318	10,462	9,583	9,242	8,989	11,556

a lineární regrese.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob spektrofotometrického stanovení α - a β -modifikace ftalocyaninu mědi, vyznačující se tím, že se zkoumaný vzorek převede přídavkem dispergátoru, s výhodou melanogenního, například adduktu ethylenoxidu s laurylalkoholem do vodné disperze a proměří se průběh spektra v oblasti 400 až 800 nm a z absorbancí prvního minima A_1 a obou hlavních maxim A_2 , A_3 se stanoví poměry A_2/A_1 , A_3/A_1 , A_3/A_2 nezávisle na koncentraci a kvalitativně charakterizující obsah obou modifikací, přičemž poměr A_3/A_2 pro čistou α -modifikaci nabývá hodnot 1,2 až 1,3, pro β -modifikaci hodnot 0,6 až 0,9 a pro směs obou leží mezi těmito hodnotami, načež se pro kvantitativní stanovení stanoví pomocí standardů obou modifikací závislost poměru absorbancí A_3/A_2 na obsahu jedné modifikace a z téhož poměru u analyzovaného vzorku se pak určí hledaný obsah α - nebo β -modifikace.



Obr. 2

