



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 215773

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)
(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 16 12 80
(21) PV 8861 - 80

(11) (B 1)

(51) Int. Cl.³ C 0 9 C 3/04

(40) Zveřejněno 30 11 81
(45) Vydáno 15 10 84

(75)
Autor vynálezu

JELÍNEK Zdeněk ing. CSc. PARDUBICE

(54)

Způsob přípravy koloidních suspenzí organických pigmentů
pro fotometrické účely

Koloidní suspenze organických pigmentů se připravují tak, že se vodná suspenze organických pigmentů za přídavku dispergátorů nejdříve homogenizuje mícháním, načež se podrobí působení ultrazvuku po dobu potřebnou k rozpadu aglomerátů na primární částice. Nepřítomnost aglomerátů se kontroluje elektronově mikroskopickým sledováním. Takto připravené koloidní suspenze, u kterých nedošlo k dispergaci primárních částic, jsou vhodné pro fotometrická měření, při nichž zaručují reprodukovatelné a průkazné výsledky.

Vynález se týká způsobu přípravy koloidních suspenzí organických pigmentů pro fotometrické účely, který spočívá v tom, že se vodná suspenze organických pigmentů nejdříve homogenizuje mícháním, načež se podrobí působení ultrazvuku.

Mají-li organické pigmenty splnit aplikační účely, pro které jsou určeny, je nezbytné, aby jejich vlastností byly reprodukovatelné. Jedna z hlavních vlastností organických pigmentů - schopnost absorbovat nebo rozptylovat světelné paprsky různé vlnové délky viditelné oblasti světla - je kontrolována různými vizuálními nebo objektivními metodami. Mezi posléze jmenované patří např. remisní nebo transmisní spektrofotometrie, měření rozptylu světla spod.

Výběr metod záležel vždy na tom, jak jemně rozpýlený pigment byl měřen, neboť jednotlivé metody jsou použitelné jen v určitém rozmezí velikosti částic. Vhodnost pigmentů pro fotometrická měření je naopak dána nejen velikostí částic, ale také stupněm polydisperzity, který je zvětšován hlavně stupněm aglomerace primárních částic. Při uzanění přípravě suspenzí organických pigmentů pro fotometrická měření se i při reprodukovatelném rozmíchání v kapalném prostředí za event. přítomnosti dispergátorů dostávaly přece jen kolísavé výsledky, zaviněné nepravidelnou deaglomerací. Spíše se volila méně energická úprava, aby byl splněn analytický postulát co nejmenšího zasahování do vzorku. Nepovšimnuta při tom zůstala otázka, zda suspenzní směs aglomerátů a primárních částic, udržovaná k zabránění sedimentace v homogenním stavu mícháním, je skutečně reprezentativním vzorkem pro fotometrická měření.

Nyní byl nalezen nový způsob přípravy suspenzí organických pigmentů pro fotometrická měření, který odstraňuje uvedené nedostatky a poskytuje reprodukovatelné a průkazné výsledky.

Způsob přípravy koloidních suspenzí organických pigmentů podle tohoto vynálezu spočívá v tom, že se vodná suspenze za přídavku dispergátoru nebo dispergační směsi míchá po dobu 1 až 60 minut, načež se na rozmíchanou homogenizovanou směs působí ultrazvukem při teplotě 25 až 70 °C po dobu potřebnou k rozpadu aglomerátů na primární částice. Nepřítomnost aglomerátů se kontroluje sledováním pomocí elektronového mikroskopu.

Vodná suspenze, obsahující 0,1 až 0,5 % pigmentu a 0,1 až 5 g dispergátoru nebo dispergační směsi, se míchá skleněným odstředivým míchadlem o průměru 1 až 5 cm po dobu 1 až 60 minut při 200 až 2 000/min. Z výmíchané směsi se pipetuje množství, které odpovídá 1/500 až 1/100 objemu odměrné baňky, do které se rozmíchaná suspenze pipetuje. V odměrné baňce se suspenze rozmíchá v destilované vodě, která obsahuje 0,1 až 1,0 % dispergátoru a doplní se po rozmíchání po značku. Takto připravená suspenze se v přiměřeném množství (které stačí k provedení fotometrických měření) podrobí 10 sekund až 30 minut ultrazvukovému působení, přičemž se dbá, aby teplota nepřekračovala 25 až 70 °C. S výhodou je použito ultrazvukového generátoru o indikovaném kmitočtu 15 KH až 2,5 MHz a o výkonu 0,1 až 1,0 kW, přičemž generátor nebo nádoba jsou opatřeny vodním chlazením. Aby byla zaručena maximální reprodukovatelnost, provádí se tato úprava k měření stále ve stejné ultrazvukové nádobě a za stejného výkonu (kontrola kV a mA na generátoru).

Jemnost primárních částic zpravidla vykazuje takový stupeň, že při měření nedochází po 1 až 24 hodinách k sedimentaci.

Způsob dle vynálezu umožňuje deaglomeraci pigmentů v suspenzi až na primární částice, přičemž k tomu potřebná deaglomerační energie je použita v právě potřebné míře, při které

nedochází k dispergování primárních částic. Tím se získají podmínky pro fotometrická měření, např. pro spektrofotometrii nebo měření rozptylu světla, které vypovídají o vlastnostech pevných primárních částic a nikoliv jejich roztoků, které mají charakteristiky zcela jiné, vlastním pigmentům nepřislušné.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení podle vynálezu.

Příklad 1

0,125 g Versálové stálé žlutí GR se naváží do 100 ml kádinky, přidá se 50 ml destilované vody, obsahující 1 ml dispergátoru typu polyoxyetylovaných laurylaminů s obchodním názvem Berol Visco 31, a míchá se konvenčním laboratorním míchadlem rychlostí 500 obr./min po dobu 20 minut. Potom se sníží obrátky na 200 obr/min a z míchané směsi se odpipetuje 1 ml do 500 ml odměrné baňky, ve které je předložen 1 ml Berolu Visco 31, rozmíchaný asi ve 150 ml destilované vody. Po rozmíchání se doplní objem destilovanou vodou na 500 ml, opět se rozmíchá a část takto získané suspenze se podrobí v téže baňce po odlití 350 ml působení ultrazvukového pole o výkonu 320 W po dobu 10 minut. Teplota je udržována chlazením na 25 °C. Získaná koloidní suspenze je takto připravena k fotometrickému stanovení extinkce při zvolené vlnové délce (např. $\lambda = 440$ nm).

Příklad 2

0,15 Versálové stálé žlutí GR se naváží do 100 ml kádinky, přidá se 50 ml destilované vody, obsahující směs 1 ml dispergátoru na bázi dimetylbenzyl-laurylamoniumchloridu s obchodním názvem Orthosan MB a 1 ml N-metylpyrolidonu, a míchá se konvenčním laboratorním míchadlem rychlostí 700 1/min po dobu 1 hodiny. Potom se sníží obrátky na 200 1/min a z míchané směsi se odpipetuje 1 ml do 500 ml odměrné baňky, ve které je předložen 1 ml Orthosanu MB, rozmíchaný asi ve 150 ml destilované vody. Po rozmíchání se doplní objem destilovanou vodou na 500 ml, opět se rozmíchá a 150 ml takto získané suspenze se podrobí v určené baňce působení ultrazvukového pole o výkonu 300 W po dobu 25 min, přičemž teplota je držena chlazením pod 70 °C. Získaná koloidní suspenze je po rychlém ochlazení na 20 °C připravena ke stanovení závislosti extinkce na vlnové délce světla, např. k záznamu tzv. spektrofotometrické křivky.

Příklad 3

0,1 g Versálové modři B (3 - modifikace) se naváží do 100 ml kádinky, přidá se 50 ml destilované vody, obsahující v tomto objemu 1 ml dispergátoru typu sodné soli sulfatovaných laurylpolyglykoleterů s obchodním názvem Etoxon EPA, a míchá se konvenčním laboratorním míchadlem otáčkami 600 1/min po dobu 1 hodiny. Potom jsou obrátky sníženy na 200 1/min a z míchané směsi se odpipetuje 1 ml do 500 ml odměrné baňky, ve které je předložen 1 ml Etoxonu EPA, rozmíchaný asi ve 150 ml destilované vody. Po rozmíchání se doplní objem destilovanou vodou na 500 ml, opět se rozmíchá a 150 ml takto připravené koloidní suspenze se podrobí v určené baňce působení ultrazvukového pole o výkonu 350 W po dobu 25 minut. Chladí se tak, aby teplota nepřestoupila 70 °C. Nakonec se směs rychle ochladí na 20 °C. Získaná koloidní suspenze je připravena ke stanovení velikosti částic některou z metod rozptylu světla, např. metodou dissymetrickou.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy koloidních suspenzí organických pigmentů pro fotometrické účely, vyznačený tím, že se vodná suspenze pigmentu za přídavku dispergátoru nebo dispergační směsi míchá 1 až 60 minut, načež se na rozmíchanou homogenizovanou směs působí ultrazvukem při teplotě 25 až 70 °C do rozpadu aglomerátů na primární částice, přičemž nepřítomnost aglomerátů se kontroluje elektronově mikroskopickým sledováním.