

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y P A T E N T U T Y M C Z A S O W E G O

86459

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

MKP G01n 31/06

Zgłoszono: 12.06.73 (P. 163 281)

Pierwszeństwo: _____

Int. Cl² G01N 31/06

Zgłoszenie ogłoszono: 01.07.74

Opis patentowy opublikowano: 15.12.1976

Twórcy wynalazku: Zbigniew Olszowski, Maria Hencel, Jadwiga Strzelczyk,
Halina Szklarek

Uprawniony z patentu tymczasowego: Ośrodek Badawczo—Rozwojowy Przemysłu
Barwników, Zgierz (Polska)

Sposób oznaczania zgodności koncentracji pigmentów

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania zgodności koncentracji pigmentów organicznych przeznaczonych do barwienia krajanki poliestrowej.

Organiczne pigmenty przeznaczone do barwienia krajanki poliestrowej posiadają zdolność rozpuszczania się w barwionym tworzywie. Właściwość ta stwarza poważne trudności przy oznaczeniu zgodności koncentracji powyżej przedstawionych pigmentów.

Ogólnie stosowana metoda oceny koncentracji pigmentów polegająca na ocenie intensywności wymalowań, sporządzonych w identycznych warunkach i w identyczny sposób dla pigmentu badanego oraz wzorcowego, nie mogła znaleźć tu zastosowania. Na intensywność wymalowań ma zasadniczy wpływ postać krystalograficzna i stopień rozdrobnienia pigmentu. W przypadku pigmentów rozpuszczalnych we włóknie poliestrowym postać suchego proszku pigmentu na wpływ na końcowy efekt wybarwienia, a za tym różnice powstałe na wymalowaniach mogą nie odpowiadać różnicom otrzymanym na zabarwionym poliestrze. Oznaczanie koncentracji pigmentu poprzez opylanie krajanki poliestrowej, a następnie wyprzędzenie włókna o ściśle określonych parametrach, a szczególnie równomiernej grubości i porównanie wybarwień, przy pomocy aparatów dotychczas przeznaczonych do tego celu nie zapewniają możliwości oceny koncentracji z większą dokładnością niż około 10%, co jest niewystarczające.

Celem wynalazku jest oznaczenie zgodności koncentracji pigmentów z dokładnością co najmniej 3% w stosunku do mocy wzorca przyjętej za 100%. Cel ten osiągnięto stosując sposób według wynalazku, którego istota polega na rozpuszczeniu badanych pigmentów w dwumetyloformamidzie lub w dwumetylosulfotlenku i kolorymetrycznej ocenie zgodności koncentracji przy użyciu dowolnego kolorymetru lub spektrofotometru przy długości fali odpowiadającej maximum absorpcji badanego pigmentu lub wzorcowo.

P r z y k ł a d 1. 0,1000 części wagowych Oranżu pigmentowego PMR umieszcza się w zlewce o pojemności 200 części objętościowych i dodaje 100 części wagowych dwumetyloformamidu, następnie zawartość zlewki ogrzewa się na łaźni piaskowej do temperatury 100°C i mieszając utrzymuje się tę temperaturę przez 15 minut. Rozpuszczoną badaną próbkę pigmentu, po ochłodzeniu do temperatury pokojowej przenosi się do kolby miarowej i uzupełnia czystym dwumetyloformamidem do 100 części objętościowych. Następnie pobiera się z tego roztworu 5 części objętościowych i rozcieńcza do stężenia $5 \cdot 10^{-2}$ g/l, przez uzupełnienie w kolbie miarowej do 100 części objętościowych czystym dwumetyloformamidem.

W identyczny sposób przygotowuje się roztwór pigmentu wzorcowego. Roztwór pigmentu wzorcowego wprowadza się do kuwety kolorymetru Specol II i oznacza wartość ekstynkcji przy długości fali równej 505 nanometrów, przyjmując tę wartość za 100% koncentracji. W tych samych warunkach wyznacza się wartość ekstynkcji dla roztworu pigmentu badanego i przy zastosowaniu prostej proporcjonalności wylicza się koncentrację pigmentu badanego w % w stosunku do koncentracji wzorca według następującego wzoru

$$R = 100 - \frac{E_p \times 100}{E_w} \quad \%$$

gdzie R — różnica mocy w % między próbką badaną i pigmentem wzorcowym,

E_p — ekstynkcja odczytana na kolorymetrze dla roztworu pigmentu badanego,

E_w — ekstynkcja odczytana na kolorymetrze dla roztworu pigmentu wzorcowego.

Dla badanej próbki Oranżu pigmentowego PMR dane cyfrowe przedstawiają się następująco:

$$R = 100 - \frac{0,149 \times 100}{0,155} = 4\%$$

Przykład II. Odważkę 0,100 części wagowych Fioletu pigmentowego PMR umieszcza się w zlewce pojemności 200 części objętościowych, dodaje 100 części objętościowych dwumetylosulfotlenku, dokładnie miesza się i umieszcza na łożni piaskowej pod wyciągiem. Następnie mieszaninę ogrzewa się do temperatury 120°C i utrzymuje się ją przez 5 minut przy jednoczesnym mieszaniu zawartości zlewki. Rozpuszczoną próbkę badanego pigmentu ochładza się do temperatury pokojowej, po czym roztwór przenosi się do kolby miarowej i uzupełnia czystym dwumetylosulfotlenkiem do 100 części objętościowych (roztwór I). Z otrzymanego roztworu I pobiera się pipetą 10 części objętościowych i rozcieńcza w kolbie miarowej czystym dwumetylosulfotlenkiem do 200 części objętościowych — otrzymując roztwór II.

Jednocześnie w sposób identyczny jak wyżej opisany przygotowuje się roztwór pigmentu wzorcowego, aż do momentu otrzymania roztworu I. Z otrzymanego roztworu I pigmentu wzorcowego pobiera się z dokładnością do 0,01 ml następujące ilości roztworu: 9 ml, 9,5 ml, 10 ml, 10,5 ml, 11 ml umieszcza się je w oddzielnych kolbach miarowych na 200 ml, uzupełnia do 200 części objętościowych dwumetylosulfotlenkiem i przenosi do cylindrów o jednakowej średnicy. W ten sposób uzyskuje się pomocniczą skalę odpowiadającą: 90%, 95%, 100%, 105%, 110%. Następnie roztwór II przygotowany z badanego pigmentu umieszcza się w identycznym cylindrze jak roztwór I pigmentu wzorcowego i ocenia ewentualną różnicę koncentracji w procentach.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oznaczania zgodności koncentracji pigmentów organicznych przeznaczonych do barwienia krajanki poliestrowej metodą opylania, z n a m i e n n y t y m, że badane pigmenty rozpuszcza się w dwumetylosulfotlenku lub w dwumetyloformamidzie i oznacza się zgodność koncentracji na drodze pomiaru absorpcji światła za pomocą spektrofotometru przy długości fali odpowiadającej maximum absorpcji roztworu badanego pigmentu lub oceny wizualnej w porównaniu do uprzednio sporządzonej skali z roztworów badanego pigmentu i pigmentu wzorcowego.