



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

252590

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

A 61 K 7/043

(22) Přihlášeno 24 02 86

(21) PV 1261-86

(40) Zveřejněno 12 02 87

(45) Vydáno 15 03 88

(75)

Autor vynálezu

MAZAL PAVEL RNDr., BRNO

(54) Koncentrovaná suspenze syntetického perleťového pigmentu

Řešení se týká koncentrované suspenze syntetického perleťového pigmentu na bázi kyslíčnicku titaničitého nebo železitého a slídy. Obsahuje 8,0 až 10,0 hmot. dílů organofilního jílu, jímž je bentonit nebo montmorillonit, substituovaný kvartérním amoniovým iontem, v němž je jeden nebo více vodíkových atomů nahrazeno alkylovou skupinou, 25,0 až 30,0 hmot. dílů aromatického uhlovodíku, jímž je toluen nebo xylen, 7,0 až 10,0 hmot. dílů nízkoviskózní nitrocelulózy s obsahem 11,8 až 12,4 % dusíku a 65 % sušiny, 1,0 až 2,0 hmot. dílů glycerinfталové pryskyřice, modikované mastnými kyselinami ricinového oleje, 30,0 až 35,0 hmot. dílů esterů kyseliny octové s počtem atomů uhlíku 2 až 5, 0,1 až 1,0 hmot. dílu 5% roztoku kyseliny fosforečné v isopropanolu, 5,0 až 15,0 hmot. dílů syntetického perleťového pigmentu, jímž je směs oxidu titaničitého nebo železitého a slídy a 0,3 až 3,0 hmot. díly amorfního oxidu křemičitého. Účelem řešení bylo získat stabilní suspenzi syntetického perleťového pigmentu. Přídavek amorfního oxidu křemičitého dodává suspenzi vyšší strukturní viskozitu a reologické vlastnosti, které dovolují zředění suspenze koloidním roztokem nitrocelulózy až do poměru 1:15 při zachování vhodných tixotropních vlastností laků na nehty během skladování i aplikaci.

Vynález se týká koncentrované suspenze syntetického perleťového pigmentu, jímž je směs oxidu titaničitého nebo železitého a slídy. Suspenze ve formě gelu má tixotropní vlastnosti, způsobené přítomností organofilního jílu, jímž je bentonit nebo montmorillonit, modifikovaný tetrasubstituovaným amoniovým iontem, a obsahuje dále nitrocelulózu a směs organických rozpouštědel. Po zředění koloidním roztokem nitrocelulózy vznikne stabilní suspenze syntetického perleťového pigmentu.

Stabilita suspendovaných částic syntetického perleťového pigmentu při skladování a vhodné vlastnosti při aplikaci laku a zaschnutí lakového filmu představují u kosmetických laků na nehty problém, kterým se zabývá celá řada postupů a metod, popsanych v patentech, např. US patentech č. 3 422 185 a 4 126 675, CH patentu č. 603 156, CA patentu č. 640 719, FR patentu č. 1 439 106 aj., jak je uvedeno v CS AO 181 402, CS AO 201 931 a CS AO 209 973, dále v US patentech č. 4 222 908 a 4 229 227, DE patentu č. 1 961 709 a č. 2 854 109, GB patentu č. 1 051 222. Snahou bylo připravit i syntetický perleťový pigment do takové formy, která by umožnila vznik stabilní suspenze pouhým ředěním, jako např. v CS AO 217 352, na nějž tento vynález navazuje.

Jsou známy zahraniční koncentrované pigmentové pasty s obsahem přísad proti sedimentaci, jejichž ředěním koloidním roztokem nitrocelulózy různého složení v poměru 1:2 až 1:5 mají vzniknout stabilní suspenze. Jejich hlavní nevýhodou je to, že v doporučeném poměru ředění jsou v důsledku vyššího obsahu tixotropních přísad negativně ovlivněny vlastnosti lakového filmu, především lesk a přilnavost k nehtové ploténce a tvrdost v důsledku přítomnosti vyššího množství plastifikačních přísad. Za účelem odstranění těchto nevýhod je ve spisu DE číslo 2 804 298 popsáno použití hydrofobních organopolysiloxanů ve formě kopolymeru v množství 0,5 až 30,0 hmot. dílů na 100 hmot. dílů syntetických pryskyřic. Tyto tvoří po zaschnutí lakový film, který lze snadno a v souvislé vrstvě z nehtů odstranit, což není pro námi navrhovaný účel použití žádoucí.

Ve snaze po dosažení co nejvyšší stability suspendovaných pigmentů a vhodných reologických vlastností byla použita kombinace hydrofobního organofilního jílu a hydrofilního amorfního kysličníku křemičitého, jehož negativně nabitě částice, sestávající ze siloxanových >Si-O-Si< a silanolových >Si-OH skupin, jsou inertní, způsobují však ve vodě nebo v polárních organických rozpouštědlech gelizaci, která podporuje působení organofilních jílu.

Přítomnost vody v použitých organických rozpouštědlech, jako etyl- a butylacetátu, acetonu nebo etanolu, je jednou z příčin úkazů nestability, jako např. částečné rozpustnosti organických pigmentů. V tomto případě jsou schopny voda a etanol chemickou sorpcí a nespecifickou fyzikální adsorpcí působit gelizaci amorfního oxidu křemičitého. Např. silanolové skupiny na povrchu kysličníku křemičitého dávají vznik reverzibilním adsorpčním pochodům a gelizaci, potřebná množství v přítomnosti hydrofobních organofilních jílu však bylo nutno určit pokusně.

Pokusně bylo zjištěno, že optimální gelizace pro navrhovaný účel nastává při poměru organofilního jílu, aromatického uhlovodíku, polárního rozpouštědla a amorfního oxidu křemičitého 1:3:0,8:0,1 až 0,2. Mohutnost botnání organofilního jílu je optimální při hodnotě pH 3 až 4, což odpovídá i hodnotě pH gelu oxidu křemičitého. Vyšší koncentrace amorfního kysličníku křemičitého není výhodná z aplikačního hlediska proto, že podstatně snižuje lesk lakového filmu.

Měření reologických vlastností na rotačním viskozimetru, sedimentace po centrifukaci a konzistence podle ČSN 67 3013 přinesly výsledky, které ukázaly, že koncentrovaná suspenze podle vynálezu poskytuje po zředění koloidním roztokem nitrocelulózy v poměru 1:5 až 1:15, tedy ve velmi širokém rozmezí, lepší reologické vlastnosti a stabilitu než např. suspenze podle CS AO 217 352.

V důsledku výrazné tixotropie zachovává lak po dobu skladování, tj. v době klidu, gelo-

vou strukturu a minimální sedimentaci suspendovaných částic anorganických nebo i organických pigmentů s mechanickým působením, jako třepáním či roztíráním přechází v sol, což usnadňuje aplikaci. Jakmile mechanické působení ustane, sol přechází opět v gel. Lak tedy vykazuje stabilitu pro dobu skladování a požadované vlastnosti při aplikaci, a po zaschnutí lakového filmu, jako tvrdost, přilnavost, pružnost, lesk, kryvost aj.

Koncentrovaná suspenze podle vynálezu je směs 5,0 až 15,0 hmot. dílů syntetického perleťového pigmentu, jímž je směs oxidu titaničitého nebo železitého a slídy v poměru 65:35 až 90:10, 8,0 až 10,0 hmot. dílů organofilního jílu, jímž je bentoniz nebo montmorillonit, substituovaný kvartérním amoniovým iontem, v němž je jeden nebo více vodíkových iontů nahrazeno alkylem, jako nová složky 0,3 až 3,0 hmot. díly amorfního oxidu křemičitého, a dále 25,0 až 30,0 hmot. dílů aromatického uhlovodíku, jímž je toluen nebo xylen, 7,0 až 10,0 hmot. dílů polárního rozpouštědla, zejména acetonu nebo etanolu, k níž se přidá směs 8,0 až 10,0 hmot. dílů nízkoviskózní nitrocelulózy s obsahem 11,8 až 12,4 % dusíku, 1,0 až 2,0 hmot. díly glycerinfталové pryskyřice, modifikované mastnými kyselinami ricinového oleje, 30,0 až 25,0 hmot. dílů esterů kyseliny octové s počtem atomů uhlíku 2 až 5 a 0,1 až 1,0 hmot. díl 5% roztoku kyseliny fosforečné v isopropanolu.

Suspenze uvedeného složení vykazuje následující vlastnosti:

hustota při 20 °C 1 035 kg.min⁻¹
 viskozita (měřená po zředění 1:10 koloidním roztokem nitrocelulózy) za 24 hodin na Brookfieldově viskozimetru, kužel T-C, otáček.min⁻¹ 1 000 mPa.s
 konzistence 190 s
 podle ČSN 67 3013, měřeno po tředění 1:10 koloidním roztokem nitrocelulózy o konzistenci 90 s, po 24 hodinách 210 s
 měřeno po 120 hodinách a dále se mění v čase pouze nepatrně,
 pH 3,0 až 4,0.

Výhodou suspenze podle vynálezu je vyšší strukturní viskozita a stabilita, způsobená přítomností amorfního oxidu křemičitého, které dovolují zředění koloidním roztokem nitrocelulózy až do poměru 1:15, což má za následek vyšší obsah filmotvorných složek a projevující se vysokou přilnavostí k podkladu a tvrdostí. Je totiž známo, že příliš vysoký obsah organofilních jílu jako tixotropních přísad negativně ovlivňuje vlastnosti zaschlého lakového filmu, jako je přilnavost a lesk.

Vysoká stabilita suspendovaných částic po zředění koloidním roztokem nitrocelulózy je způsobena reologickými vlastnosti suspenze, jež jsou určeny např. viskozitou η , smykovým napětím τ a smykovou rychlostí D , jež jsou dány vztahy

$$\eta = \frac{\tau}{D} \quad [\text{Pa.s}] \quad \text{I}$$

$$\tau = \frac{S}{F} \quad [\text{dyn.cm}^{-2}] \quad \text{II}$$

$$D = \frac{V}{X} \quad [\text{s}^{-1}] \quad \text{III}$$

S = síla $[\text{dyn}]$
 F = plocha $[\text{cm}^2]$
 V = rychlost $[\text{cm.s}^{-1}]$
 X = tloušťka vrstvy $[\text{cm}]$

a byly měřeny na viskozimetru typu RN se systémem válců Searle-Coutte podle zkušební metody IMADOS 230-247-073-80 ZM.

Na obr. 1 je znázorněna toková křivka, určující závislost smykového napětí τ na smykové

rychlosti D u koncentrované suspenze perleťového pigmentu, zředěné koloidním roztokem nitrocelulózy v poměru 1:10. Křivka 1 zobrazuje měření od nízkých hodnot smykové rychlosti k vyšším, křivka 2 od vyšších hodnot smykové rychlosti D k nižším. Vzniklá hysterezní křivka ukazuje na současně se vyskytující tixotropii a strukturní viskozitu, která je také závislá na čase.

Poměr viskozity, naměřené bezprostředně po zapnutí viskozimetru, k viskozitě, naměřené po určité době, je mírou tixotropie. Na obr. 2 je znázorněna závislost viskozity η , naměřené bezprostředně po zapnutí viskozimetru (křivka 1) a po 5 minutách (křivka 2).

Příklady provedení

Příklad č.	1	2	3
dimetyldioktadecyl amonium montmorillonit	9,0	-	-
amorfní oxid křemičitý	2,0	1,5	1,0
dodecylmetyl amonium bentonit	-	10,0	10,0
toluen	26,9	-	25,0
xylén	-	25,0	-
aceton	7,0	-	-
etanol	-	8,0	10,0
nitrocelulóza nízkoviskózní 65%	8,0	8,0	7,0
glycerinfталová pryskyřice, modifikovaná mastnými kyselinami ricinového oleje, 50% roztok	2,0	2,4	2,0
etylacetát	20,0	10,0	13,5
butylacetát	10,0	15,0	18,4
kyselina fosforečná 5% roztok v isopropanolu	0,1	0,1	0,1
syntetický perleťový pigment na bázi oxidu titaničitého a slídy	15,0	-	9,0
syntetický perleťový pigment na bázi oxidu železitého a slídy	-	10,0	4,0

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Koncentrovaná suspenze syntetického perleťového pigmentu obsahující 8,0 až 10,0 hmot. dílů organofilního jílů, jímž je bentonit nebo montmorillonit, substituovaný kvartérním amoniovým iontem, v němž je jeden nebo více vodíkových atomů nahrazeno alkylovou skupinou, 25,0 až 30,0 hmot. dílů aromatického uhlovodíku, jímž je toluen nebo xylén, 7,0 až 10,0 hmot. dílů nízkoviskózní nitrocelulózy s obsahem 11,8 až 12,4 % dusíku a 65 % sušiny, 1,0 až 2,0 hmot. dílů glycerinfталové pryskyřice, modifikované mastnými kyselinami ricinového oleje, 30,0 až 35,0 hmot. dílů esterů kyseliny octové s počtem atomů uhlíku 2 až 5, 0,1 až 1,0 hmot. díl 5% roztoku kyseliny fosforečné v isopropanolu a 5,0 až 15,0 hmot. dílů syntetického perleťového pigmentu, jímž je směs kysličníku titaničitého nebo železitého a slídy, vyznačující se tím, že obsahuje 0,3 až 3,0 hmot. dílů amorfního oxidu křemičitého.

