



FEDERÁLNY ÚRAD
PRE VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

270 142

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl. ⁴
G 01 N 21/35,
D 01 F 1/04,
C 08 J 3/20

(21) PV 2541-88.I
(22) Prihlásené 14 04 88

(40) Zverejnené 12 09 89
(45) Vydané 27 02 91

(75) Autor vynálezu

ŠURČOVÁ OLGA ing. CSc.,
DIAČIKOVÁ ANNA ing., POPRAD,
ONDREJMIŠKA KOLOMAN ing., CSc., SVIT,
SZENTIVÁNYI NORBERT ing., POPRAD

(54)

Spôsob výberu dispergátorev organických pigmentov pre farbenie polypropylénu

(57) Pri farbení polypropylénových vlákien (ve hmotnosti je potrebné dosiahnuť vysoký stupeň dispergácie pigmentov. K tomu účelu sa používajú organické dispergátory, ktoré zlepšujú homogenizáciu pigmentov v tavenine polypropylénu. Riešenie sa týka spôsobu výberu dispergátorev organických pigmentov pre farbenie polypropylénu hodnotením infračervených spektier zaznamenaných pomocou fourierovského infračerveného mikroskopu z mikrotomových rezov granúl farebných koncentrátov z oblasti farebných flekúl. Pritom vhodné dispergátory musia byť prítomné vo flekulách, v dôsledku čoho vykazujú charakteristické absorpčné pásy v oblasti 3050 až 2750 cm^{-1} a v oblasti 1700 až 1480 cm^{-1} sa nemení intenzita a tvar pigmentových absorpčných pásov v porovnaní so spektromi pôvodných nedispergovaných pigmentov.

Vynález sa týka spôsobu výberu dispergátorev organických pigmentev používaných pre farbenie polyprepylénu, a to metódou fourierovskej infračervenej mikrospektrometrie.

Pri príprave polyprepylénových vlákien farbených vo hnete koncentrátovým spôsobom sa používajú nízkomolekulové organické látky - dispergátory, ktoré majú zlepšiť výsledný stupeň dispergácie pigmentev v hnete vlákien. Nedostatočná dispergácia pigmentev vo farebných koncentrátoch alebo vláknach sa prejavuje existenciou farebných flekúl, ktoré vznikajú v tavenine v dôsledku odmieňavania oblastí tveriacich sa komplexev pigment - organická fáza od zbývajúcej taveniny polyprepylénu. Takto vytvorené flekuly zostávajú zachované aj v stuhnutom stave pripravenej farebnej disperzie. Čím sú silnejšie intermolekulárne interakcie medzi časťami pigmentev a organickým prostredím, tým sú farebné flekuly kompaktnejšie a horšie sa dispergujú v tavenine polyprepylénu. Úlohou prídávajúcich dispergátorev je podieľať sa na vytváraní komplexev pigment - organická fáza, ktoré tvoria farebné flekuly. Dispergátory majú brániť vzniku pevných intermolekulárných väzieb, a tým zaisťovať lepšiu dispergovateľnosť častíc pigmentev v podmienkach homogenizácie koncentráta a taveniny polyprepylénu.

Doterajšie postupy hodnotenia kvality dispergátorev organických pigmentev sú založené na mikroskopickej pozorovaní veľkosti častíc - flekúl v mikrotomových rezech granúl farebných koncentrátorev. V mikroskopickej obraze sa hodnotí štatistické zastúpenie veľkosti jednotlivých častíc - flekúl a plocha týchto častíc vzhľadom ku celkovej ploche pozorovaného rezu. Uvedené hodnotenie má len relatívny charakter, nakoľko veľkosť opticky sledovaných častíc - flekúl je závislá od mnohých technologických podmienok prípravy koncentráta, najmä teploty hnetenia taveniny polyprepylénu, pigmentu a dispergátora. Výsledky štatistického mikroskopického hodnotenia neposkytujú žiadne údaje jak o dispergovateľnosti flekúl v následnom procese homogenizácie taveniny koncentráta a taveniny polyprepylénu, tak o fyzikálnej aktivite použitého dispergátora pri tvorbe flekúl.

Zistili sme, že uvedené nedostatky je možné vyriešiť pomocou infračervených spektier meraných mikrospektrometrickou technikou pomocou fourierovského mikroskopu, keď veľkosť meranej plochy v mikrotomových rezech granúl farebných koncentrátorev sa vymedzí za použitia cteny, veľkosť ktorej sa nastaví podľa veľkosti nájdenej farebnej častice - flekuly. Zistili sme, že v takto zaznamenaných spektrách je potrebné hodnotiť tie oblasti vlnôčtov, kde sa vyskytujú charakteristické absorpčné pásy dispergátorev a pigmentev. V oblasti valenčných vibrácií vodíkových väzieb, t. j. 3050 až 2750 cm^{-1} sa vyskytujú len absorpčné pásy polyprepylénu a dispergátorev. To dovoľuje posudzovať prítomnosť, resp. neprítomnosť dispergátora vo flekule. V oblasti 1700 až 1480 cm^{-1} sa vyskytujú len absorpčné pásy pigmentev, ktoré sú v prevážnej väčšine citlivé na prejav rozpúšťadlového efektu, keď vo funkcii rozpúšťadiel vystupuje tavenina polyprepylénu a dispergátory. Fyzikálnou podstatou rozpúšťadlového efektu sú intermolekulové interakcie medzi polárnymi väzbami pigmentu a nepolárnym organickým prostredím, tzv. nešpecifické interakcie. To spôsobuje pokles molárných absorpčných koeficientev tých absorpčných pásov v spektrách pigmentev, ktoré prialúchajú polárnymi väzbami pigmentu. Tým klesá intenzita týchto pásov. Mierou sily intermolekulovej interakcie pigment - organická fáza /dispergátory, polyprepylén/ je veľkosť poklesu intenzity absorpčných pásov citlivých na prejav rozpúšťadlového efektu. Čím je väčší pokles intenzity a absorpčných pásov v spektrách farebných flekúl, tým je pigment pútaný väčšími intermolekulovými silami ku organickému prostrediu, tým sú vytvorené flekuly horšie dispergovateľné. O tom, či v organickom prostredí farebných flekúl sa nachádza dispergátory, možno rozhodnúť podľa charakteristického tvaru spektra v oblasti 3050 až 2750 cm^{-1} .

Podstatou riešenia podľa tohoto vynálezu je spôsob výberu dispergátorev organických pigmentev na základe hodnotenia infračervených spektier v oblastiach 3050 až 2750 cm^{-1} a 1700 až 1480 cm^{-1} zaznamenaných mikrospektrometrickou technikou v miestach farebných flekúl nájdených v mikrotomových rezech farebných koncentrátorev vo forme granúl. Vhodné dispergátory sú prítomné vo flekulách, v dôsledku čoho vykazujú absorpčné pásy v oblasti 3050 až 2750 cm^{-1} a tvar a intenzita pigmentevých absorpčných pásov v oblasti 1700 až 1480 cm^{-1} sa nemení v porovnaní so spektrami pôvodných nedispergovovaných pigmentev. Flekuly tohoto typu sú málo pevné a v podmienkach hnetenia taveniny polyprepylénu sa ľahko rozdelujú na menšie častice, výsledkom čoho je vysoký výsledný stupeň dispergácie pigmentu vo vláknach.

Nevhodné dispergátory môžu byť prítomné vo flekulách, ale pigmentové absorpčné pásy v oblasti 1700 až 1480 cm^{-1} majú odlišný tvar a intenzitu v porovnaní so spektrami pôvodných ne-dispergovaných pigmentov. To svedčí o existencii nešpecifických intermolekulových interakcií medzi časticami pigmentov a organickým prostredím. Flekuly vytvorené s nevhodným dispergačným systémom sú pevnejšie v dôsledku čoho oddeľujú šmykovým silám v podmienkach knetenia s taveninou polypropylénu.

Príklad 1

Na prípravu farebného koncentrátu sa použil žltý pigment diazokondenzačného typu CI Pigment Yellow a polypropylénový prášok o ITT 10,5 g / 10 min. Vo funkcii dispergátora sa použil polyetylénový vosk. Koncentrát sa pripravil na dvojvretenevom knetacovýtlačnom zariadení pri teplotách jednotlivých zón 250, 250, 250 a 220 °C. Množstvo pigmentu činilo 20 % hmotnostných. Množstvo dispergátora bolo 8 % hmotnostných. Z granúl získaného koncentrátu sa pripravili mikrotomové rezy o hrúbke 10 μm . Infračervené spektrá z miest opticky nájdenej a clonou vymedzenej plochy farebnej flekuly sa zaznamenali pomocou fourierovského infračerveného mikroskopu A 590 na spektrometri IFS 88 fy Bruker s rozlíšením 4 cm^{-1} a počtom 100 skanov.

V oblasti 3050 až 2750 cm^{-1} zaznamenaného spektra sa nachádzajú absorpčné pásy typické pre polyetylénový vosk, čo dokazuje, že organickým prostredím meranej farebnej flekuly hodnoteného koncentrátu je prevážne dispergátor. V oblasti 1700 až 1480 cm^{-1} sa prejavil preukázateľný pokles v intenzitách pigmentových absorpčných pásov pri 1516 cm^{-1} a 1574 cm^{-1} v porovnaní s intenzitou pásov pri 1666 cm^{-1} .

Dispergátor polyetylénový vosk sa podieľa na tvorbe farebných flekúl, ale nebráni vzniku nešpecifických intermolekulových interakcií. Farebné flekuly v uvedenom type koncentrátu sú pevné a ťažko dispergovateľné v tavenine polypropylénu. Na základe výsledkov vykonaných spektrálnych meraní polyetylénový vosk možno označiť za nevhodný dispergátor pre uvedený pigment do polypropylénok.

Príklad 2

Na prípravu farebného koncentrátu sa použil žltý pigment a polypropylénový prášok ako v príklade 1. Vo funkcii dispergátora sa použila zmes polyetyलग्लykeleov s priemernou molekulovou hmotnosťou 600 a 6000 v pomere 1 : 1. Koncentrát sa pripravil podľa postupu ako v príklade 1. Množstvo pigmentu činilo 20 % hmotnostných a množstvo dispergátora 8 % hmotnostných. Z granúl získaného koncentrátu sa pripravili mikrotomové rezy o hrúbke 10 μm . Infračervené spektrá z miest opticky vymedzených plôch farebných flekúl sa merali ako v príklade 1. Z hodnotenia získaných spektier vyplynulo, že v oblasti 3050 až 2750 cm^{-1} sa nachádzajú absorpčné pásy tak polypropylénu ako aj dispergátora, čo znamená, že organickým prostredím pigmentu vo flekulách je polypropylén a dispergátor. Absorpčné pásy pigmentu v oblasti spektra farebnej flekuly v rozsahu 1700 až 1480 cm^{-1} sú bez podstatnej zmeny tvaru a intenzity v porovnaní s tými istými absorpčnými pásmi v spektre pôvodného ne-dispergovaného pigmentu. Flekuly tohoto typu sú málo pevné, ľahko sa rozrušujú, čo znamená že dispergátor polyglykeleového typu je pre daný pigment do polypropylénu vhodný.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výberu dispergátorev organických pigmentov pre farbenie polypropylénu vyznačujúci sa tým, že sa hodnotí infračervené spektrum oblastí farebných flekúl zaznamenané pomocou fourierovského infračerveného mikroskopu z mikrotomových rezov farebných koncentrátov, pričom v prípade vhodných dispergátorev, obsahujú spektrá ich absorpčné pásy v oblasti 3050 až 2750 cm^{-1} a v oblasti 1700 až 1480 cm^{-1} sa nemení intenzita pigmentových absorpčných pásov ako aj ich tvar v porovnaní so spektrami pôvodných ne-dispergovaných pigmentov.