



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

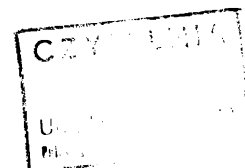
Int. Cl.³ G01N 33/20

Zgłoszono: 24.10.79 (P. 219167)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 25.08.80

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1983



Twórcy wynalazku: Zbigniew Majsak, Genowefa Dadak, Wanda Stopa,
Lucyna Kazior, Tadeusz Gibas

Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Obróbki Skrawaniem
Kraków (Polska)

Sposób wytwarzania cieczy wskaźnikowej fluoryzującej

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania cieczy wskaźnikowej fluoryzującej przeznaczonej do wykrywania niewidocznych lub trudno widocznych uszkodzeń powierzchniowych materiałów metalicznych i niemetalicznych.

Znany sposób otrzymywania cieczy charakteryzuje się syntezowaniem barwnika fluorescencyjnego podczas przygotowywania cieczy wskaźnikowej. Substrat wyjściowy — naftosulfonian glinowy potrzebny do uzyskania barwnika otrzymuje się dodając do wodnego roztworu 10% naftosulfonianu sodowego w temperaturze pokojowej równo objętościową ilość wodnego roztworu 10–20% siarczanu glinowego a powstały mazisty produkt przemywa się wielokrotnie wodą destylowaną i suszy w temperaturze 120–130°C do całkowitego usunięcia wody. Celem przygotowania właściwej cieczy wskaźnikowej do fosforanu trój-n-butyłowego ogrzanego do 70–80°C dodaje się 3,5,7,2,4-pięciohydroksyflawon mieszając do rozpuszczenia się, następnie dodaje się naftosulfoniany glinowe ogrzewając roztwór do 110°C w czasie 10–15 minut, a następnie bez ogrzewania całość rozcieńcza się naftą kosmetyczną i olejem wrzecionowym lub wazelinowym, a na końcu dodaje się eter naftowy, całość mieszając w czasie około 30 minut.

Istota sposobu wytwarzania cieczy wskaźnikowej fluoryzującej według wynalazku polega na tym, że do wodnego 15% wagowo roztworu siarczanu glinu, w temperaturze pokojowej dodaje się równo objętościową ilość roztworu wodnego 10% alkilo-arylosulfonianu sodu mieszając całą masę, a powstały mazisty produkt przemywa się wielokrotnie wodą destylowaną do całkowitego usunięcia jonów siarczanowych a następnie suszy się w temperaturze 120–130°C do całkowitego usunięcia wody i uzyskania konsystencji gęstego płynu barwy ciemnobrunatnej. Następnie otrzymany produkt miesza się z roztworem 3,5,7,2,4-pięciohydroksyflawonu w fosforanie trój-n-butyłowym, ogrzanym do temperatury 70–80°C i całość mieszając ogrzewa się do temperatury 110°C w czasie 15–20 minut. W tym czasie powstaje zespół barwników fluorescencyjnych stanowiący najważniejszy składnik cieczy wskaźnikowej.

Zaletą rozwiązania według wynalazku jest możliwość uzyskiwania cieczy w przeważającej mierze z surowców krajowych. Zastosowanie gotowej cieczy wskaźnikowej jest proste i ekonomiczne.

Przykład. Celem przeprowadzenia syntezy barwnika przygotowuje się 10% roztwór wodny alkilo-arylosulfonianu sodu dodając go do wody destylowanej i mieszając w temperaturze 25–30°C. Następnie sporządza się osobno 15% wagowo roztwór siarczanu glinu rozpuszczając go w wodzie destylowanej w temperaturze pokojowej. Do tego roztworu dodaje się porcjami wodny roztwór alkilo-arylosulfonianu sodu w stosunku objętościowym obydwu roztworów 1 : 1. W tym czasie natychmiast wydziela się mazisty produkt barwy żółtokremowej, opadający na dno naczynia. Całość bardzo dokładnie miesza się i pozostawia do opadnięcia osadu. Wodny roztwór zlewa się znad osadu przez dekantację, po czym dodaje się duży nadmiar wody, kilkakrotny do objętości osadu, ponownie bardzo dokładnie miesza się i oddziela warstwę wodną znad osadu. Przemycanie i dekantację kontynuuje się tak długo, aż nastąpi całkowite wypłukanie niezwiązanego siarczanu glinu i siarczanu sodu. Wypłukany półprodukt odparowuje się wstępnie z wody na łaźni wodnej a następnie suszy w suszarce elektrycznej w temperaturze 120–130°C dokładnie mieszając. Koniec suszenia rozpoznaje się po zaniku procesu pienienia się brunatnego płynu podczas mieszania.

Właściwą ciecz wskaźnikową wytwarza się w znany sposób wykorzystując otrzymany poprzednio barwnik fluorescencyjny. Najpierw rozpuszcza się naważkę tak zwanej moryny — 3,5,7,2,4-pięciohydroksyflawonu w fosforanie trój-n-butylovym ogrzewając roztwór do temperatury 70–80°C. Następnie do tak otrzymanego roztworu dodaje się naważkę alkilo-arylosulfonianu glinowego mieszając roztwór i podwyższając jego temperaturę do około 110°C w czasie 15–20 minut. W tym czasie powstaje właściwy zespół barwników fluoroscencyjnych, widocznych zwłaszcza w strumieniu promieniowania ultrafioletowego. Gorący roztwór barwników rozcieńcza się naftą kosmetyczną i dodaje olej wrzecionowy 8 lub wazelinowy MWP lub wazelinowy biały, mieszając ogrzewa do temperatury 120°C przez 10 minut a następnie chłodzi do temperatury około 25°C i na końcu dodaje eter naftowy, bardzo dokładnie mieszając cały roztwór w czasie około 30 minut.

Tak otrzymana ciecz wskaźnikowa zawiera barwnik fluoroscencyjny wytworzony z substancji organicznej wielofenolu — tak zwanej moryny — 3,5,7,2,4-pięciohydroksyflawonu w ilości 0,7% wagowo i substancji organometalicznej alkilo-arylosulfonianów glinowych w ilości 12,9% wagowo, w roztworze rozpuszczalników w postaci fosforanu trój-n-butylovego w ilości 23% wagowo, nafty kosmetycznej w ilości 15% wagowo, eteru naftowego w ilości 15% wagowo, oleju wrzecionowego 8 lub wazelinowego MWP lub oleju wazelinowego białego w ilości 33,4% wagowo.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania cieczy wskaźnikowej fluoryzującej do wykrywania uszkodzeń powierzchniowych materiałów metalicznych i niemetalicznych polegający na syntezy barwnika fluorescencyjnego podczas przygotowywania cieczy, **znamienny tym**, że do wodnego 15% wagowo roztworu siarczanu glinu, w temperaturze pokojowej, dodaje się równo objętościową ilość wodnego 10% roztworu alkilo-arylosulfonianu sodu mieszając całą masę, a powstały mazisty produkt przemycany się wielokrotnie wodą destylowaną do całkowitego usunięcia jonów siarczanych a następnie suszy się w temperaturze 120–130°C do całkowitego usunięcia wody i uzyskania konsystencji gęstego płynu barwy ciemnobrunatnej, następnie otrzymany produkt miesza się z roztworem 3,5,7,2,4-pięciohydroksyflawonu w fosforanie trój-n-butylovym, ogrzewanym do temperatury 70–80°C i całość mieszając ogrzewa się do temperatury 110°C w czasie 15–20 minut.