



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

259321

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

G 01 N 15/08

(22) Přihlášeno 27 02 86

(21) PV 1370-86.0

(40) Zveřejněno 15 02 88

(45) Vydáno 14 04 89

(75)

Autor vynálezu

SODOMKA JOSEF, PETRŮJ JAROSLAV RNDr. CSc., MIKA VRATISLAV ing., BRNO

(54) Způsob stanovení obsahu vyšších karboxylových kyselin na mikromletém vápenci

Řešení se týká stanovení obsahu vyšších karboxylových kyselin na mikromletém vápenci. Měří se doba vsáknutí kapky vodného roztoku obsahujícího 10 až 90 % objemových rozpouštědla mísitelného s vodou do povrchu práškového plniva upraveného do tvaru sférické prohlubně tlakem 10 Pa až 10 MPa a porovnává s kalibračními hodnotami.

Vynález se týká způsobu stanovení obsahu vyšších karboxylových kyselin a jejich derivátů na mikromletém vápenci.

Povrchově upravené mikromleté vápence jsou používány jako plniva organických polymerů. Jedním ze způsobů úpravy mikromletého vápence je úprava pomocí vyšších karboxylových kyselin nebo jejich derivátů, většinou esterů nebo solí.

Způsob a kvalita povrchové úpravy je důležitým znakem rozhodujícím o výsledných vlastnostech plněného polymeru.

Pro stanovení obsahu vyšších karboxylových kyselin jsou popsány četné chemické nebo fyzikálně-chemické metody, jako např. alkalimetrická titrace vyšších karboxylových kyselin po rozpuštění vápence v kyselině solné a následující extrakci vyšší karboxylové kyseliny chloroformem, nebo chromatografická analýza rovněž po rozpuštění vápence v kyselině solné a po extrakci chloroformem. Tyto metody jsou přesné, jsou však vždy přístrojově a časově náročné. Naopak např. stanovení olejového čísla nebo způsob kontroly hydrofobizace práškových plniv podle AO 211 968 poskytují jen velice hrubou základní orientaci spíše kvalitativní povahy.

Předmětem vynálezu je způsob stanovení obsahu vyšších karboxylových kyselin s C_{10} až C_{40} na mikromletém vápenci, při kterém se na vzorek práškového plniva, upraveného tlakem 10 Pa až 10 MPa do tvaru sférické prohlubně, nanese kapka vodného roztoku obsahujícího 10 až 90 % objemových rozpouštědla mísitelného s vodou, změří se doba jejího vsáknutí do povrchu plniva a porovná s kalibračními hodnotami.

Pro posouzení množství vyšších karboxylových kyselin s 10 až 40 uhlíkovými atomy včetně jejich derivátů na mikromletém vápenci lze využít měření rychlosti vsakování činidla, kterým je směs vhodného rozpouštědla s vodou. Čas, za který se kapka vsákne, je závislý na množství vyšší karboxylové kyseliny nebo jejího derivátu na vápenci. Za definovaných podmínek zkoušky se srovnává čas vsáknutí kapky činidla u vzorku se standardy o známém obsahu stanovené látky a hledaný obsah se vyhodnocuje interpolací nebo pomocí grafu.

Rychlost vsakování činidla v mikromletém vápenci je určena zejména kapilárními silami a povrchovým napětím. Vrstvička vyšší karboxylové kyseliny nebo jejího derivátu brání vsakování, ke kterému dochází teprve po jejím narušení nebo rozpouštění. Tím dochází k diferencování času vsakování závislého na množství vyšší karboxylové kyseliny nebo jejího derivátu na povrch vápence.

Vsakování je ovlivněno rovněž kvalitou a způsobem zpracování samotného vápence. Proto je pro určitý druh vápence nutno připravit odpovídající srovnávací standardy o známém obsahu stanovené látky.

Volbou činidla a jeho koncentračního složení lze rychlost vsakování podstatně ovlivnit tak, aby měřené časy byly z hlediska přesnosti metody optimální. Podle vynálezu lze např. pro vápenec o velikosti částic 2 mikrometrů s nánosem stearinu použít roztok etanolu o koncentraci 50, 60, resp. 80 % objemových podle obsahu stearinu. K činidlu je vhodné přidat 0,5 % hmotnostních barviva např. alizarinsulfonanu sodného, který umožňuje přesnější určení okamžiku vsáknutí činidla.

Nutným předpokladem pro dosažení správných výsledků je dodržení podmínek zkoušky. Povrch vápence je nutno upravit definovaným způsobem. Vhodným postupem, který umožňuje produktivní provedení paralelních zkoušek, je použití např. zařízení sestávajícího z kovové destičky s několika prohlubněmi o průměru 16 mm a hloubce 8 mm, s vodicí lištou s otvory o stejném průměru fixovanými soustředně nad prohlubněmi v destičce, dále z válcového tělíska o průměru 15 mm, výšce 30 mm, s půlkulovým výčnělkem o průměru 5 mm v jeho základně a ze zatěžovacího tělíska o hmotnosti 150 g. Do prohlubně se vsype 1 g vzorku naváženého s přesnos-

tí $\pm 0,1$ g, povrch se srovná do roviny, válcovité tělíčko se opatrně položí na povrch vzorku a zatíží se zatěžovacím tělískem na 15 s. Tělíčko se odstraní, do prohlubně se nadávkuje pipetou 1 kapka činidla a měří se čas, za který se kapka vsákne. Koncentrace organického rozpouštědla v činidle se volí pro určité rozmezí nánosu na mikromletém vápenci tak, aby se dosáhlo citlivého rozlišení obsahu nánosu a přiměřené hranice dosaženého času do několika desítek sekund max. do 90 sekund.

Jako rozpouštědla mísitelného s vodou lze použít metanolu, etanolu, propanolu, isopropanolu, acetonu apod.

Vynález osvětluje následující příklady. % v příkladech jsou hmotnostní, není-li uvedeno jinak.

P ř í k l a d 1

Uhličitán vápenatý charakterizovaný průměrnou velikostí částic 2 mikrometrů a 94 % podílem částic menších než 10 mikrometrů byl impregnován do různého stupně stearinem v roztoku chloroformu. Vysušené plnivo bylo upraveno pro zkoušky způsobem uvedeným výše. Jako činidlo byl použit vodný roztok obsahující 60 % objemových etanolu. Výsledky jsou sestaveny v tabulce 1.

T a b u l k a 1

Obsah stearinu (%)	Doba vsakování (s)			Průměr (s)
0	3,8	4,3	4,7	4,3
0,1	5,4	5,3	5,4	5,4
0,2	8,4	8,5	8,5	8,5
0,3	16,2	18,2	17,3	17
0,4	36,2	38,5	30,0	35
0,5	92,3	93,2	75,2	87
0,6	nad 3 minuty			

P ř í k l a d 2

Postupovalo se jako v příkladě 1, pouze jako činidlo byl použit vodný roztok s 80 % objemových etanolu. Výsledky jsou uvedeny v tabulce 2.

Obsah stearinu (%)	Doba vsakování (s)			Průměr (s)
0	3,2	4,0	3,5	3,6
0,1	5,4	5,2	5,5	5,4
0,2	7,5	7,0	6,8	7,1
0,3	9,2	9,7	8,5	9,1
0,4	12,0	12,0	11,2	12
0,5	14,8	16,0	14,6	15
0,6	24,1	22,5	21,3	23
0,7	39,6	41,0	42,0	41
0,8	64,5	54,8	65,2	61
0,9	nad 2 minuty			

P ř í k l a d 3

Stearinem byl impregnován mikromletý vápenec československého původu. Jako činidlo byl použit vodný roztok obsahující 50 % objemových etanolu. Výsledky jsou uvedeny v tabulce 3.

T a b u l k a 3

Obsah stearinu (%)	Doba vsakování (s)			Průměr (s)
0,1	5,2	5,0	5,2	5,1
0,2	6,0	7,2	7,5	6,9
0,3	9,0	9,8	9,0	9,3
0,4	27,2	29,8	32,2	30
0,5	105	98	95	99
0,6	nad 3 minuty			

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob stanovení obsahu vyšších karboxylových kyselin s C_{10} až C_{40} na mikromletém vápenci vyznačený tím, že na vzorek práškového plniva upraveného tlakem 10 Pa až 10 MPa do tvaru sférické prohlubně se nanese kapka vodného roztoku obsahujícího 10 až 90 % objemových rozpouštědla mísitelného s vodou, změří se doba jejího vsáknutí do povrchu plniva a porovná s kalibračními hodnotami.