



GRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

230310

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 33/32

(22) Přihlášeno 02 12 81
(21) (PV 8902-81)

(40) Zveřejněno 28 10 83

(45) Vydáno 15 10 86

(75)

Autor vynálezu

GEMZOVÁ IVA ing., PARDUBICE

(54) Způsob určení barevného odstínu a čistoty ve vodě nerozpustných organických barviv

1

Vynález řeší problém určení barevného odstínu a čistoty (jasu) ve vodě nerozpustných organických barviv, která mohou být k určení dodána jako prášek, vodná pasta nebo vodná suspenze.

Barevným odstínem je míněn rozdíl ve vnímání barvy sledovaného organického barviva a standardního typu tohoto barviva. Čistotou (jasem nebo kalností) barviva je míněn rozdíl ve vnímání čistoty barvy sledovaného barviva a standardního typu tohoto barviva.

Odstín a čistota organických barviv se určuje subjektivní metodou. První metoda spočívá v subjektivním porovnání barevného odstínu a čistoty nátěru (nebo vybarvení) barviva a standardního typu barviva. Objektivní hodnocení spočívá ve zjištění barevných souřadnic proměřením emisního spektra nátěrového filmu nebo vybarvení. K provedení je nutný přesný spektrofotometr. Ani subjektivní ani objektivní metoda nemůže říci nic o dalších vlastnostech barviv, eventuálně o příčinách změn barevného odstínu a čistoty. Oběma metodami se dají vyhodnotit jen pigmenty vysušené.

Výše uvedené nedostatky jsou řešeny způsobem podle tohoto vynálezu. Předmětem tohoto vynálezu je nová metoda určování barevného odstínu a čistoty ve vodě neroz-

2

pustných organických barviv, založená na porovnání experimentálně stanovené distribuce velikostí částic organického barviva s experimentálně stanovenou distribucí velikostí částic standardních typů tohoto barviva, tj. barviva, jehož barevný odstín byl vybrán jako srovnávací a barviv, jejichž barevný odstín byl předem stanoven subjektivní metodou, stanovených centrifugální metodou.

Distribuce velikostí částic barviva se stanoví ve vodné suspenzi, obsahující dispergátor centrifugální metodou, popsanou v literatuře. K zajištění reprodukovatelnosti výsledků a tím i reprodukovatelnosti určení barevného odstínu a čistoty je nutno experimentální práce provádět za konstantní a stejné teploty. Projevem nedokonalého suspendování a teploty je stanovení aglomerátů vzniklých sekundárně při přípravě suspenze barviva. Významnou roli při realizaci způsobu podle tohoto vynálezu proto hraje příprava odpovídající suspenze barviva.

S výhodou lze používat přípravy suspenze podle autorského osvědčení č. 217 250. Suspenze pak obsahuje pouze ty primární částice a agregáty částic, které obsahuje původní barvivo. Suspenze ale obsahuje poměrně značné množství povrchově aktivních látek, k čemuž musí být přihlíženo při vy-

hodnocení výsledků centrifugální analýzy. Vyhodnocení experimentálních výsledků centrifugální metody se provádí graficky, vynášením experimentálně zjištěných procentických obsahů částic menších než zvolené velikosti V_1 až V_n do grafů logaritmického-normálního rozdělení a spojováním vynešených bodů čarou nebo lomenou čarou (linearizace kumulativní křivky). Spojení bodů lomenou čarou je novým prvkem a vyjadřuje skutečnost, že pro stanovení distribuce velikostí částic organických barviv nerozpustných ve vodě nelze použít všech popsanou centrifugační analýzou experimentálně stanovených hodnot v rozsahu velikostí od $0,03 \mu\text{m}$ do 2 až $5 \mu\text{m}$. Distribuce barviv jsou poměrně velmi úzké, protože při izolaci jemných polydisperzních barviv z vodného prostředí, obsahujícího prakticky vždy malé množství solí, dojde k proběhnutí rychlé preferenční agregace nejmenších částic přibližně do velikosti částic $1 \mu\text{m}$. Při stanovení obsahu částic menších než 1 až $2 \mu\text{m}$ nutno počítat s chybou stanovení, kterou lze přičíst na vrub právě vysokému obsahu povrchově aktivních látek v suspenzi.

Srovnání distribuce velikostí částic barviva, jehož barevný odstín a čistota jsou určovány, s distribucí velikostí částic standardního typu barviva je realizováno jako porovnání směrnice jedné, u spojování lomenou čarou jedné nebo dvou až tří kumulativních přímk příslušných barviva se směnicí jedné až tří kumulativních přímk standardního typu. Shoda směrnice přímk příslušných barviva a standardního typu znamená zároveň shodu barevných odstínů a čistoty porovnávaných barviv.

V literatuře je popsáno ovlivnění barevného odstínu modifikací, prostředím, krystalovým tvarem, velikostí částic (uvažována střední velikost částic). Je rovněž diskutován vliv distribuce velikostí částic stanovené elektronovou mikroskopií (stanovení kumulativní relativní četnosti) na čistotu odstínu. Dílčí působení těchto vlivů není napadáno uváděním distribuce velikostí částic a barevného odstínu a čistoty do souvislosti. Částice jakéhokoliv tvaru jsou vyhodnocovány při centrifugální metodě jako kulové a jejich rozdílný tvar a vlastnosti povrchu se odrazí v určení velikosti částic.

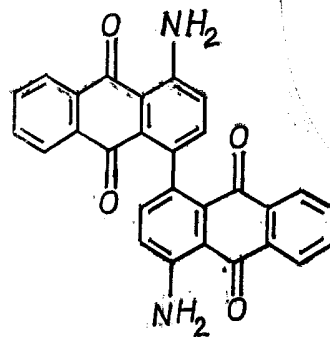
Výhodou nového postupu je zejména okolnost, že k hodnocení barevného odstínu a čistoty nemusí být dodán suchý produkt, ale je možno použít i vodnou pastu nebo vodnou suspenzi barviva. Další předností před ostatními metodami je, že kromě vlastního určení barevného odstínu a čistoty se získá i informace o dalších vlastnostech barviva, eventuálně o příčinách změn barevného odstínu a čistoty. Další výhoda spočívá v tom, že postup lze realizovat za použití nenáročného zařízení jako je například centrifuga Jenetzki T 23 a kolorimetr.

Obr. 1 znázorňuje kumulativní přímky v grafu logaritmického normálního rozdělení,

získané při vyhodnocování výsledků centrifugačního stanovení velikostí částic menších než zvolené velikosti V_1 až V_n ftalocyaninových pigmentů různých odstínů a čistoty; tyto odstíny byly určeny subjektivní metodou.

Částice byly oddělovány odstřeďováním (centrifugačně) z vodné suspenze obsahující kationaktivní dispergátor na bázi alkylaminopolyetylenglykolu obchodního názvu Berol Visco. Vydátnost analyzovaných pigmentů byla přibližně stejná.

Lomenou čarou 1 se prezentují ftalocyaninové pigmenty, jejichž odstín je podle subjektivní metody hodnocení (SMH) žlutý a jasný (distribuce standardního typu žlutého jasného odstínu). Stejnou lomenou čarou se ale prezentují také antrachinové pigmenty konstituce



stejně hodnocené jako žluté a jasné; lomenou čarou 2 prezentují ftalocyaninové pigmenty, jejichž odstín podle SMH je žlutý a kalný (distribuce standardního typu žlutého a kalného); čarou 3 se prezentuje standardní typ ftalocyaninového pigmentu, jehož odstín je SMH hodnocen jako červený, ale také základní standardní typ výše uvedeného červeného antrachinonového pigmentu (odstín 0, jas — kal 0); lomenou čarou 4 se prezentuje základní standardní typ beta-modifikace ftalocyaninového pigmentu (odstín 0, jas — kal 0); čarou 5 se prezentuje základní standardní typ alfa-modifikace ftalocyaninového pigmentu.

Obr. 2. Vliv teploty na výsledky centrifugačního stanovení procentického obsahu částic

- 1 — menších než $2 \mu\text{m}$ (pro názornost spojeno přímkami)
- 2 — menších než $1 \mu\text{m}$
- 3 — menších než $0,5 \mu\text{m}$
- 4 — menších než $0,2 \mu\text{m}$.

Příklad experimentálního provedení centrifugální metody: $0,1$ g prášku nebo $0,2$ g 50% vodné pasty ftalocyaninového pigmentu bylo ve váženec tyčinkou rozmícháno s 1 g kationaktivního dispergátoru na bázi alkylaminopolyglykolu a vzniklé těsto bylo dále rozmícháno do vody. Objem suspenze

byl upraven destilovanou vodou na 250 ml. Příprava a centrifugace suspenze byla provedena při teplotě 22,4 °C. Centrifugace byla prováděna na centrifuze Janezki T 23. Výpočet dob centrifugování pro stanovení obsahu částic menších než zvolená velikost byl proveden podle známého vztahu. Po odcentrifugování částic zvolené velikosti V byl odebrán z kyvet 1 ml suspenze z hloubky

1 cm, rozpuštěn v koncentrované kyselině sírové (v odměrné baňce 50 ml) a koncentrace vzniklého roztoku byla zjištěna kolorimetricky. Z nalezené koncentrace bylo vypočteno procento částic menších než velikost V. Hodnoty stanovení pro různé velikosti V byly vyneseny do grafu logaritmického-normálního rozdělení.

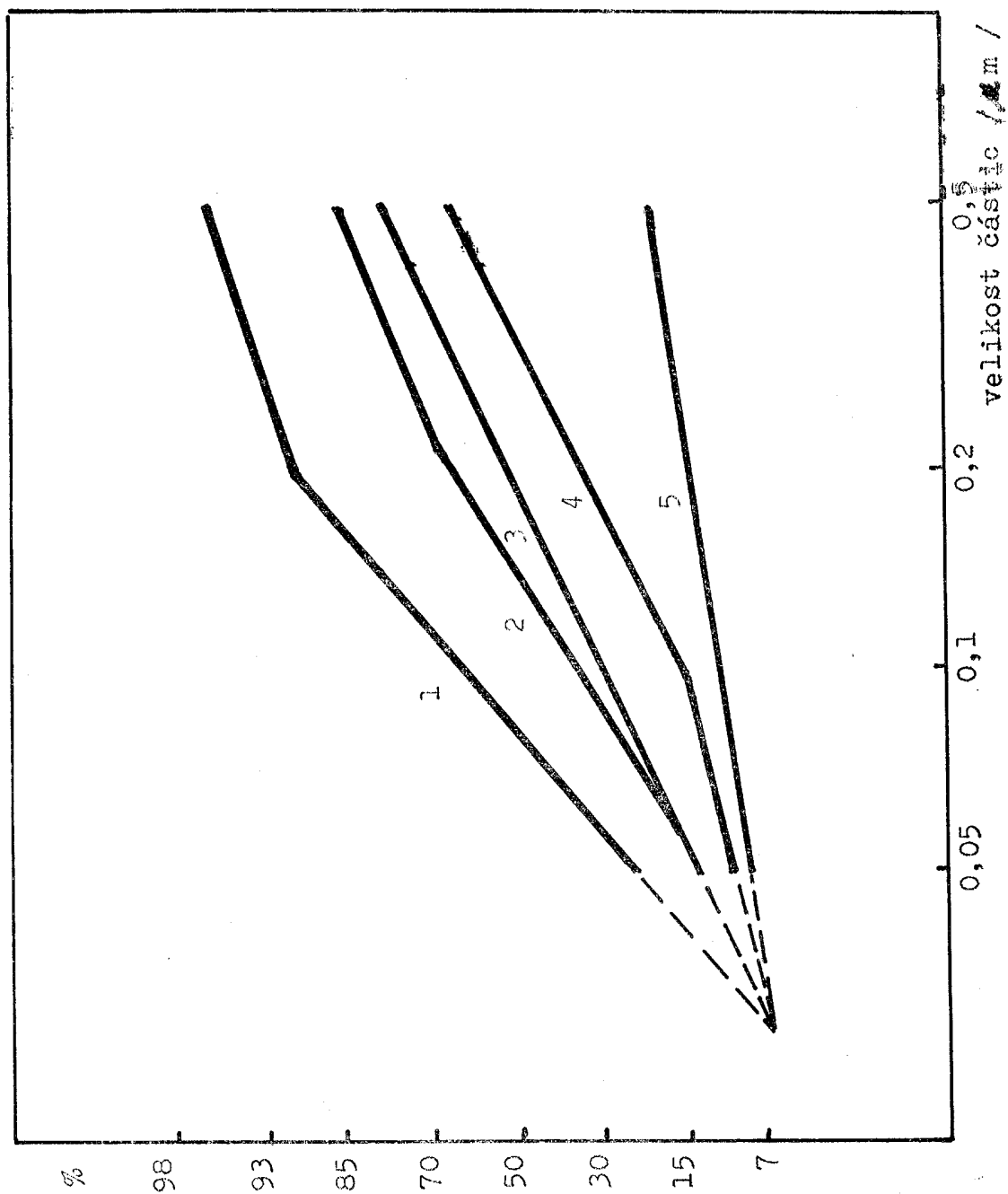
PREDMET VYNÁLEZU

Způsob určení barevného odstínu a čistoty ve vodě nerozpustných organických barviv ze srovnání barviv a standardních typů těchto barviv, vyznačený tím, že určení barevného odstínu a čistoty se provádí jako

srovnání distribuce velikostí částic barviva a distribuce velikostí částic standardního typu tohoto barviva, stanovených centrifugální metodou.

2 listy výkresů

Obr. 1



Obr. 2

