



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

211770

(11)

(B1)

/22/ Přihlášeno 10 04 80
/21/ /PV 2470-80/

(51) Int. Cl.³
C 09 B 67/46
C 07 D 207/26

(40) Zveřejněno 31 07 81

(45) Vydáno 15 05 83

(75)

Autor vynálezu

NEPRAŠ MILOŠ ing. CSc., NOVÁK ANTONÍN RNDr., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy disperze nerozpustných organických pigmentů

Použití N-metylpyrolidonu jako dispergačního činidla pro přípravu disperzí nerozpustných organických pigmentů pro analýzu za eventuálního přídavku vody nebo alkoholu.

Vynález se týká dispergačního činidla pro analýzu výroby nerozpustných organických pigmentů.

Studium fyzikálně chemických vlastností nerozpustných organických pigmentů představuje důležitou oblast v problematice organických barviv.

Vzhledem k praktické nerozpustnosti pigmentů v běžných organických rozpouštědlech provádí se zkoumání některých důležitých charakteristik pigmentů ve stavu disperze, např. olejové nátěry, vybarvené fólie z polymerních materiálů, zředěné vodné disperze.

Při zkoumání vlastností pigmentů v kapalných disperzích pomocí analytických metod je často značným problémem připravit reprodukovatelně disperzi o určité distribuci částic.

K přípravě kapalných vodných disperzí se dosud používá různých dispergačních prostředků typu Slovasol. Jejich nevýhodou bývá, v závislosti na typu a na fyzikálním stavu zkoumaného pigmentu, nereprodukovatelnost přípravy, pokud jde o kvalitu disperze, což vede nutně k získávání nereprodukovatelných výsledků měření charakteristik disperze. Důvod je zřejmě v tom, že vedle tuhé fáze - pigmentu je v soustavě přítomna látka dispergační a ve velkém nadbytku voda, tedy třífázová směs.

Nyní byl nalezen způsob přípravy disperze nerozpustných organických pigmentů pro analýzu, který podle vynálezu spočívá v tom, že se jako dispergační činidlo použije N-methylpyrrolidon, popřípadě jako směs s vodou nebo nižším alkoholem v poměru 1:1 až 2:1.

N-methylpyrrolidon je bezbarvá kapalina o teplotě varu 204 °C. Zjištění jeho překvapivě mimořádné dispergační mohutnosti bylo úspěšně použito především při zkoumání vlastností disperzí metodami spektrofotometrickými a metodami disperzoidní analýzy. To umožňuje provádět objektivní měření barevnosti pigmentu, na základě průběhu spektra činit kvalitativní výpovědi o charakteru částic (modifikace) a stanovovat reprodukovatelně koncentraci disperze. Co do reprodukovatelnosti měření se obzvláště osvědčilo používat pigment ve formě pasty, což je výhodné i z hlediska kontroly technologie.

Ftalocyaninové pigmenty vykazují podle svého fyzikálního stavu byť velmi malou, přesto však rozdílnou a dobře měřitelnou rozpustnost v N-methylpyrrolidonu za tvorby pravého roztoku s charakteristickým absorpčním pásem ve viditelné části spektra, což umožňuje stanovit podíl pigmentu v disperzi a v pravém roztoku; tento podíl je charakteristický pro fyzikální stav pigmentu. Vzhledem k mísitelnosti N-methylpyrrolidonu s řadou rozpouštědel lze v případě potřeby podíl pravého roztoku v soustavě zcela potlačit jejich vhodným přídavkem (s výhodou lze použít alkoholy, vodu).

Dispergační mohutnosti N-methylpyrrolidonu, popřípadě jeho směsí s jinými rozpouštědly, s výhodou s isopropanolem nebo vodou, lze využít též k přípravě preparátů pro elektronovou mikroskopii. Preparáty připravené odpařením disperzí vzorků v uvedených rozpouštědlech vykazují výrazně menší zastoupení aglomerátů, což usnadňuje provedení analýzy distribuce velikostí primárních částic.

Kromě toho lze možnost přípravy disperzí N-methylpyrrolidonu, případně ve směsích s jinými rozpouštědly, s výhodou použít i pro další metody disperzoidní analýzy, pro které jsou požadovány disperze vzorků v kapalném prostředí, jako je centrifugační analýza a metoda stanovení měrného povrchu v suspendovaném stavu.

Dále jsou uvedeny příklady použití N-methylpyrrolidonu pro přípravu disperzí nerozpustných organických pigmentů.

P ř í k l a d 1

Dispergováním 10 mg dobře umletého pigmentu typu Cu-ftalocyaninu ve 100 ml N-methylpyrrolidonu se získá velmi stabilní disperze, vykazující ve viditelné části světa charakteristické spektrum pro jednotlivé modifikace Cu-ftalocyaninu.

P ř í k l a d 2

3 až 5 mg tuhého vzorku nebo pasty ftalocyaninu mědi rozetřeme v třecí misce nejprve s několika kapkami a poté s 1 ml směsí N-methylpyrrolidonu s isopropanolem 1:1. Suspenzi nanese štětečkem na mikroskopickou sítku opatřenou uhlíkovou blánou a ponecháme ve vakuu při teplotě laboratoře odpařit do sucha. U takto připraveného preparátu pozorujeme v elektronovém mikroskopu jen malý stupeň aglomerace. Fotografické záznamy jsou s výhodou použity pro analýzu distribuce velikostí primárních částic.

P ř í k l a d 3

3 až 5 mg vzorku versálové stálé červeně A3B se rozetře nejprve s několika kapkami, poté s 1 ml směsí N-methylpyrrolidonu s ethanolem 2:1. Suspenze se nanese na mikroskopickou sítku a ponechá se ve vakuu odpařit do sucha. Preparát se použije pro elektronové mikroskopické snímkování s následným vyhodnocením distribuce velikostí primárních částic.

P ř í k l a d 4

Dispergováním 10 mg vzorku versálové stálé červeně A3B ve směsí N-methylpyrrolidon-voda v poměru 2:1 se získá stabilní disperze, umožňující spektrofotometrické hodnocení pigmentu.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy disperze nerozpustných organických pigmentů pro analýzu vyznačený tím, že se jako dispergační činidla použije N-methylpyrrolidonu, popřípadě jeho směsí s vodou nebo alkoholem s 1 až 6 atomy uhlíku v poměru 1:1 až 2:1.