

ČESKOSLOVENSKÁ  
SOCIALISTICKÁ  
REPUBLIKA  
( 19 )



FEDERÁLNÍ ÚŘAD  
PRO VYNÁLEZY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

265 342

(11) (B1)

{13}

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>

G 01 N 33/36

(22) Prihlášené 21 01 88

(21) PV 397-88.R

(40) Zverejnené 12 01 89

(45) Vydané 15 12 89

(75)

Autor vynálezu

MITTERPACHOVÁ MAGDA ing., POPRAD, DIAČIK IVAN ing. DrSc., SVIT

(54) **Spôsob hodnotenia stárnutia polyesterov, najmä nedížených polyesterových vlákien metódou indukovanej kryštalizácie**

(57) Riešenie sa týka spôsobu hodnotenia stárnutia polyesterov, hlavne nedížených polyesterových vlákien a fólií, ktorých dĺžiteľnosť pri ďalšom spracovaní závisí od stupňa zostarnutia polyméru. Riešenie spočíva vo vyvolaní sférolitov v polymére pôsobením chloroformu na polymér a v meraní veľkosti takto vyvolaných sférolitov pomocou elektronomikroskopických obrázkov. Čím je zotrvanie nedížených polyesterových vlákien medzi zvlákňovaním a dĺžením väčšie, tým sú väčšie vyvolané sférolity a tak je zhoršená dĺžiteľnosť.

Vynález sa týka spôsobu hodnotenia starnutia polyesterov, najmä nedížených polyesterových vlákien a fólií.

V procese prípravy polyesterových technických vlákien klasickým - diskontinuálnym postupom medzi zvlákňovaním a dĺžením zotrávajú vlákna v nedíženom stave určitý čas daný technologickým postupom, čo môže vplývať na zmeny niektorých štruktúrnych parametrov, a tým ovplyvniť proces dĺženia.

Hodnotenie vplyvu doby zotrvania medzi zvlákňovaním a dĺžením týchto vlákien na zmeny štruktúrnych parametrov sa robí využitím fyzikálnych metód.

V literatúre nie sú vôbec známe práce so zameraním na hodnotenie starnutia polyesterov, najmä však polyesterových vlákien metódou indukovanej kryštalizácie chloroformom.

Podstata hodnotenia starnutia polyesterov najmä polyesterových vlákien a fólií podľa tohoto vynálezu spočíva vo vyvolaní sférolitov v polymére pôsobením chloroformu na polymér po dobu minimálne 5 minút a v meraní veľkosti takto vyvolaných sférolitov pomocou elektro-nomikroskopických obrázkov.

Výsledky fyzikálnych metód hodnotenia vplyvu doby zotrvania nedížených vlákien medzi zvlákňovaním a dĺžením vykazujú malé zmeny hodnôt štruktúrnych parametrov (stupeň kryštalinity, orientácie, štruktúrna modifikácia a pod.). Výhoda navrhovaného spôsobu hodnotenia starnutia nedížených vlákien spočíva v zaznamenaní podstatnej zmeny veľkosti morfológických útvarov - sférolitov, a vysvetlení príčin zhoršenej dĺžiteľnosti vlákien vplyvom starnutia.

#### P r í k l a d 1

Nedížené polyetyléntereftalátové vlákna, zvláknené pri teplote 295 °C a navíjané rýchlosťou 500 m/min. s logaritmickým viskozitným číslom polyméru 95 ml/g, boli uložené v klimatizovaných podmienkach pri teplote 22 °C a relatívnej vlhkosti 65 % po dobu 30 dní. V určitých časových intervaloch, ako je uvedené v tabuľke, boli odoberané vzorky vlákien a hodnotené zmeny veľkosti sférolitov spôsobené starnutím. Na vyvolanie sekundárnej kryštalizácie boli vzorky nedížených vlákien ponorené do chloroformu po dobu 5 minút. Zmeny veľkosti sférolitov s dobou uloženia nedížených vlákien a vplyv na dĺžiteľnosť sú uvedené v tabuľke:

T a b u ľ k a

| Vzorka<br>číslo | Doba skladovania<br>(h) | Veľkosť sférolitov<br>d (μm) | Prírastok<br>d (%) | Dĺžiteľnosť |
|-----------------|-------------------------|------------------------------|--------------------|-------------|
| 1               | 1                       | 2,6                          | -                  | dobrá       |
| 2               | 96                      | 3,7                          | 42                 | dobrá       |
| 3               | 720                     | 5,0                          | 92                 | zhoršená    |

Vyhodnotenie: Dĺženie polyesterových vlákien v priebehu zotrvania po zvlákňovaní do 96 hodín prebiehalo bez ťažkostí. Po uplynutí 30 dní medzi zvlákňovaním a dĺžením dochádzalo hlavne na začiatku dĺženia k pretrhávaniu kapilár, pričom boli zaznamenané i pretrhy. Tento nedostatok súvisí so zväčšením kryštalických zoskupení v polymérnom systéme medzi zvlákňovaním a dĺžením, v čom je aj pôvod väčších rozmerov sekundárne vykryštalizovaných sférolitov. Zhodným postupom sa pôsobilo na vlákna chloroformom po dobu 15 a 20 minút a získali sa rovnaké hodnoty, čo značí, že doba pôsobenia neovplyvňuje veľkosť sférolitov. Pri pôsobení chloroformu len 3 minúty sférolity neboli dobre vyvinuté.

## P r í k l a d 2

Boli použité komerčne vyrábané polyesterové fólie o hrúbke 30  $\mu\text{m}$ , 60  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ . Na vyvolanie sekundárnej kryštalizácie bol použitý postup uvedený v príklade 1 s tým rozdielom, že na fólie sa pôsobilo chloroformom 10 minút.

Zmeny veľkosti sférolitov v závislosti na hrúbke použitých fólií sú uvedené v tabuľke:

T a b u l k a

| Vzorka<br>číslo | Hrúbka fólie<br>( $\mu\text{m}$ ) | Veľkosť sférolitov<br>d ( $\mu\text{m}$ ) |
|-----------------|-----------------------------------|-------------------------------------------|
| 1               | 30                                | 5,1                                       |
| 2               | 60                                | 4,9                                       |
| 3               | 100                               | 5,2                                       |

Vyhodnotenie: Veľkosť sférolitov vyvolaných sekundárnou kryštalizáciou chloroformom nie je závislá na hrúbke fólií.

## P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob hodnotenia starnutia polyesterov, najmä nedížených polyesterových vlákien a fólií metódou indukovanej kryštalizácie vyznačujúci sa tým, že sférolity sa v polymérech vyvolajú pôsobením chloroformu po dobu viac ako 3 minúty, a ich veľkosť sa stanoví pomocou elektrónovej mikroskopie.