



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU 217 137

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 06 03 81  
(21) FV 1640 - 81

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup> C 03 C 25/00

(40) Zveřejněno 26 02 82  
(45) Vydáno 01 09 84

(75)

Autor vynálezu SAUER VLADIMÍR ing., ROHOZNÁ U POLIČKY,  
KÁBRT JAROMÍR,  
ROTHSCHEIN KAREL RNDr. CSc, LITOMYŠL

(54) Přímá lubrikace

Přímá lubrikace určená k povrchové úpravě nekonečných skleněných vláken zejména jemných titrů, obsahuje jako filmotvorné složky škrob a jeho deriváty v kombinaci s vysokomolekulárním epoxiesterem, jako mazací složky hydrogenované tuky či oleje, vosky a jejich etylenoxidované deriváty, případně též kondenzační produkty mastných kyselin s tetraetylenpentaminem, dále polyetylen glykol jako změkčovaadlo, organosilany jako vazné prostředky a další pomocné látky. Podstatou je kombinace složek lubrikace a využití jejich vzájemných reakcí. Výsledkem je kvalitní úprava skleněných vláken, použitelných přímo k výrobě sklopřízí s nízkým počtem jednosměrných zákrutů, které lze pak běžně dále textilně zpracovat i do tkanin určených k přímému armování kompozitů, např. elektroplastů.

Vynález se týká lubrikace skleněných vláken umožňující jejich přímé použití k armování elektroplastů či jiných kompozitů bez úpravy, zahrnuje její složení, přípravu a vlastnosti.

Skleněná vlákna i tkaniny z nich určené k výrobě a konstrukci různých kompozitů či plastů musí zaručit dobrý styk a vazbu povrchů vláken a použitou laminační pryskyřicí, mají-li ji vyztužovat. Před tím je však třeba nejprve vlákna vytvarovat ze skloviny v tažírnu a tato potom textilně zpracovat a upravit na potřebnou formu - přízi, útek, osnovu až tkaninu. Aby skleněná vlákna splňovala všechny tyto požadavky, musí být opatřena vhodnou povrchovou úpravou - lubrikací, apretací či šlichtou, která je na ně nanášena již při jejich tvarování v tažírnu.

Rozdílné požadavky a nároky na kvalitu i vlastnosti vláken a jejich povrchů při výrobě, zpracování i užití, vedly k vývoji a použití speciálních povrchových úprav, které můžeme rozdělit na přímé a nepřímé. Rozdíl mezi nimi je v tom, že lubrikace přímé tvoří funkční složku vláken i výrobků z nich, kdežto lubrikace nepřímé chrání vlákna během jejich textilního zpracování a potom jsou z nich odstraněny vypráním či vypálením, neboť neumožňují vazbu pryskyřic na povrch skla. Oba typy lubrikací jsou na vlákno aplikovány v tažírnách ve formě vodných roztoků či disperzí, obsahujících složky filmotvorné, vazné, mazací a měkčící nebo tužící, smáčedla a emulgátory, stabilizátory, konzervační i antimigrační prostředky a jiné látky. V lubrikaci jich je obsaženo co do hmotnosti celkem 4 až 8 %, nános na vlákne je potom 0,5 až 2 %.

Znamé a používané přímé lubrikace obsahují jako základní látky škroby, disperze PVAC, akrylátů, a epoxidů či polyesterů v kombinaci s dalšími složkami, jako jsou mazadla, vosky, oleje, silany často specifického složení a vlastností. Tyto kombinace se však nedají použít k výrobě lehkých tkanin s plošnou hmotností 100 až 200 g/m<sup>2</sup>, používaných k armování elektroplastů - nosičů tištěných spojů a podobně. Zde se stále ještě používá nepřímých lubrikací.

Textilní zpracování slabých vláken druhů 6/50 až 6/200 t.j. : 3,4 až 17 tex, nebo 5/100 až 5/400 t.j. 5,6 až 22 tex je prováděno tak, že skaní osnovních přízí se děje běžně kroucením v obou směrech a u útkových přízí v obou či v jednom směru při počtu zákrutů 40 až 220 a je k tomu třeba dvou typů skacích strojů. Ke skaní i následnému snování osnov a tkaní jemných tkanin s plošnou hmotností 100 až 150 g/m<sup>2</sup> jsou užívány nepřímé textilní lubrikace, které však neumožňují dobré smáčení povrchů vláken či tkanin elektroizolačními hmotami a laminačními pryskyřicemi, často působí i jako separátory a proto musí být z jejich povrchů odstraněny. Nejčastěji se to děje tepelně-koronizací. Po vypálení dochází často u jemných tkanin k jejich znehodnocení, porušení tvaru a vazeb. Tkaniny nejsou bílé, ale pruhovité či skvrnité a vykazují až 40%ní ztrátu pevnosti. Část této ztráty se získává zpět tím, že koronizovanou tkaninu finišujeme, napouštíme silanovými či chromitými preparáty, které hlavně působí jako mezifázové vazební látky, ovlivňující příznivě vazbu laminačních pryskyřic na povrch skla. Jelikož finišování tkanin je prováděno z vodných roztoků, musí být potom tkaniny zase vysušeny. Všechny tyto procesy a postupy se vyznačují technikou, energetickou i ekonomickou nákladností se značnou potřebou pracovních ploch a manipulací. Přímá lubrikace, která by umožnila výrobu jemných vláken i tkanin z nich a současně zabezpečila vazby mezi povrchem sklovláken a laminačními pryskyřicemi, není dosud známa.

Uváděné nedostatky odstraníme použitím přímé lubrikace podle vynálezu, která obsahuje jako filmotvorné složky škrob a jeho deriváty, nebo vysokomolekulární epoxiester či jejich kombinaci, jako mazací složky hydrogenované tuky či oleje, vosky a jejich etylenoxidované deriváty nebo též kondenzační produkty mastných kyselin a tetraetylenpentaminem a polyetylen glykol jako změkčovadlo a organosilany jako vazební prostředky, zejména epoxisilan, pomocné tenzidy, které ovlivňují vlastnosti lubrikace a charakter filmu na vlákne. Podstatou vynálezu je kombinace epoxisilanu se substituovanými imidazolinovými sloučeninami, přičemž se jejich vzájemný hmotnostní poměr pohybuje v rozmezí 2:1 až 1:1. Hmotnostní poměr mezi epoxisilanem a všemi mazacími a měkčícími látkami se pohybuje v rozmezí 1:2 až 1:3,5.

Vynález využívá vzájemných reakcí mezi škrobovými molekulami a imidazolinovými mazadly, které podstatně ovlivňují sesíťování molekul škrobu a spolu s kyselinou octovou i tvorbu vodíkových můstků. Kvalita filmu lubrikace na vlákne je rozhodujícím způsobem ovlivněna

dalšími vzájemnými reakcemi mezi epoxisilanem a případně i vysokomolekulárním epoxiesterem s imidazolinovými mazadly, což zpětně zase ovlivňuje kvalitu a vlastnosti lubrikačního filmu včetně kontaktu a vazby na povrch sklovláken. Ukazuje se, že značně závisí na vzájemných poměrech všech složek přímé lubrikace, především však filmotvorných a mazacích spolu se silany a tenzidy. Použitím malého množství silanového polyglykoleterového či jiného pomocného tenzidu ovlivňujeme charakter lubrikace a její vlastnosti. I malá změna vzájemných poměrů složek vede ku značným změnám v kvalitě nánosu a filmu lubrikace, což se projeví i změnou vlastností finálního výrobku ze sklovláken a současně umožňuje široké využití přímé lubrikace.

Kombinace epoxisilanu s imidazolinovými sloučeninami a dále se škrobem a jeho deriváty, nebo ještě v kombinaci s vysokomolekulárním epoxiesterem a mazacími imidazolinovými a měkčícími složkami v přímé lubrikaci podle vynálezu, jsou výsledkem celé řady dlouhodobých zkoušek. Podařilo se vyvinout nový typ přímé lubrikace ze které při jednoduchém postupu přípravy i aplikace vzniká na sklovláknech kvalitní a odolný film umožňující jejich tažení, textilní zpracování i tkaní.

Při textilním zpracování - skaní, stačí z vlákna vyrobit přízi s nízkým počtem jedno-  
směrných zákrutů, např. 30 až 60 Z a tuto přímo použít ke snování osnov i tkaní. Odpadá tedy operace opačných zákrutů. Osnovy je možno šlichtovat. Při tkaní lze s úspěchem a výhodou použít tryskových pneumatických i hydraulických stavů. Tkaniny můžeme přímo použít k armování kompozitů, např. elektroplastů, koronizace i finišování odpadá. Zejména se tyto výhody projeví u jemných tkanin s plošnou hmotností 30 až 200 g/m<sup>2</sup>. K výrobě silnějších typů vláken, jakož i tkanin s vyšší hmotností lze přímou lubrikaci podle vynálezu rovněž použít. Při koronizaci se současně zlepšuje bělost tkanin.

Nejlépe můžeme charakterizovat složení přímé lubrikace podle vynálezu na příkladech v následující tabulce, ve které je uvedeno i její obecné složení. Do tabulky nejsou zahrnuty konzervační antostatické, odorační, značkovací a jiné pomocné složky, které přidáváme do lubrikace podle speciálních a místních či technologických potřeb.

## TABULKA

Hmotnostní koncentrace (%)

| S l o ž k a                                     | Příklad 1 | Příklad 2 | Příklad 3 | obecné složení |
|-------------------------------------------------|-----------|-----------|-----------|----------------|
| Škrobové složky                                 | -         | 1         | 3         | 0 až 4         |
| Epoxidester vysokomolekulární<br>40%ní disperze | 8         | 8         | -         | 4 až 8         |
| Tukové či voskové mazadlo                       | 0,3       | 0,4       | 0,4       | 0,2 až 0,5     |
| Polyethylenglykol                               | -         | -         | 0,3       | 0 až 0,4       |
| Imidazolenový derivát                           | 0,1       | 0,2       | 0,35      | 0,1 až 0,5     |
| Epoxisilan                                      | 0,2       | 0,4       | 0,4       | 0,1 až 0,5     |
| Pomocný tenzid                                  | 0,02      | 0,01      | 0,01      | 0,0 až 0,1     |
| Kyselina octová ledová                          | -         | 0,05      | 0,02      | 0,0 až 0,05    |
| Filmotvorný silan                               | 0,2       | -         | -         | 0,0 až 0,3     |
| Voda deionizovaná                               | 91,18     | 89,94     | 95,51     | 85,65 až 96,60 |

Přímá lubrikace podle vynálezu uvedená v příkladě 1. tabulky se připravuje velmi jednoduše pouhým postupným smícháváním vodných roztoků jednotlivých složek za studena, přičemž množství vody je voleno tak, aby nebylo překročeno požadované celkové množství. Emulzi vysokomolekulárního epoxiesteru připravujeme pomocí homogenizačního stroje. Silanové roztoky hydrolysuje před použitím asi 10ti násobným množstvím deionizované vody po dobu alespoň 10ti minut. Roztoky či emulze mazadel připravujeme rozpouštěním za intenzivního míchání v deionizované vodě 70 °C teplé tak, aby vznikl 6,3% vodný roztok či dispenze. U připravené přímé lubrikace kontrolujeme pH, které upravíme na hodnotu 4,0 až 5,5 přidávkou zředěné kyseliny octové ležové. Kontrolujeme povrchové napětí, index lomu a viskozitu či fluiditu i sušinu.

Lubrikaci v provozu tažení vláken aplikovat z cirkulačních míchaných okruhů při použití běžných aplikátorů při teplotě 20 až 35 °C teploty. Upravovat a lubrikovat můžeme všechny typy vláken. U navinutí vláken je třeba co nejdříve odvinout silné konce. Další zpracování může být pak již provedeno běžným způsobem, s výhodou však lze u slabých vláken použít pouze jednoduchého skaní na malý počet 30 až 60 zákrutů. Přímá lubrikace podle vynálezu o složení podle příkladu I. je vhodná zejména pro úpravu vláken určených k vyztužení polyesterové, epoxidové, fenolické, melaminové pryskyřice.

V 2. příkladu přímé lubrikace podle vynálezu je její filmotvorná složka vytvořená z kombinace vysokomolekulárního epoxiesteru a škrobových složek s obsahem emulze. Přípravu lubrikace provádíme, že si připravíme vodné roztoky jednotlivých složek obdobně jako v příkladu 1. pouze s tím, že škrobový roztok připravujeme za teplot kolem 80 °C a do tohoto teplého roztoku přidáme nejprve polyethylenglykol, potom roztok neionogenního mazadla, aby se mohly vytvořit potřebné vazby. Škrobový roztok po 10ti minutové prodlevě ochladíme přidávkou studené deionizované vody na teplotu kolem 40 °C a vmícháme roztoky dalších složek, obdobně jako u příkladu 1. Skleněná vlákna i tkaniny z nich s přímou lubrikací podle 2. příkladu můžeme s výhodou použít bez koronizace k přímému vyztužení celé řady kompozitů, především polyesterových a epoxidových.

U příkladu 3 je uvedeno složení teplé přímé lubrikace, kterou připravujeme tak, že při teplotě 75 až 85 °C připravíme z deionizované vody škrobový roztok a do tohoto přidáme polyethylenglykol a 6,3% roztok kationického mazadla a po 10ti minutové prodlevě přidáme do horkého roztoku ostatní mazací a další složky. Jejich příprava je obdobná jako u příkladu 1. Lubrikaci aplikujeme z cirkulačních okruhů za teplot 45 až 65 °C. Vyrobené vlákno je třeba připravit ke zpracování a zpracovat ještě ve vlhkém stavu. S výhodou lze tuto lubrikaci použít k výrobě nízkozákrutových jemných přízí a tkanin s plošnou hmotností 30 až 200 g/m<sup>2</sup>, a tyto přímo k vyztužení kompozitů především epoxidových a elektroplastů.

## P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Přímá lubrikace k povrchové úpravě vláken, zejména skleněných, obsahující jako filmotvorné složky škrob a jeho deriváty i vysokomolekulární epoxiester, jako mazací složky hydrogenované tuky a oleje a jejich etylenoxidované deriváty i různé vosky v kombinaci s kationaktivními imidazolinovými mazadly, s polyestenglykolem jako změkčovadlem a organosilanovými monomery jako vazebnými prostředky vyznačující se tím, že obsahuje epoxisilan v kombinaci se substituovanými imidazolinami ve vzájemném hmotnostním poměru 2 : 1 až 1 : 1.

2. Přímá lubrikace k povrchové úpravě vláken podle bodu 1., vyznačující se tím, že vzájemný hmotnostní poměr epoxisilanu a všech mazacích i změkčících složek se pohybuje v rozmezí 1 : 2 až 1 : 3,5 a jejich hmotnostní koncentrace od 0,3 do 1,5 %.

3. Přímá lubrikace k povrchové úpravě vláken podle bodů 1. a 2., vyznačené dále tím, že jako filmotvorné složky obsahuje směs škrobu a jeho derivátů v kombinaci s vysokomolekulárním epoxiesterem ve vzájemném hmotnostním poměru 1 : 4 až 1 : 8.

4. Přímá lubrikace k povrchové úpravě vláken podle bodů 1. a 2., vyznačené dále tím, že obsahuje až 5 % hmotnosti vysokomolekulárního epoxiesteru jako filmotvornou a mezifázovou složku.

5. Přímá lubrikace k povrchové úpravě vláken podle bodů 1 a 2., vyznačující se dále tím, že obsahuje až 4 % hmotnosti škrobu a jeho derivátů jako filmotvornou a stabilizační složku.

6. Přímá lubrikace k povrchové úpravě vláken podle bodů 1., 2., 3., 4. a 5. , vyznačené dále tím, že obsahuje 0,01 až 0,1 % hmotnosti pomocného tenzidu.