

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

246153

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 03 09 84
(21) PV 6604-84

(51) Int. Cl.⁴
D 01 F 6/06

(40) Zveřejněno 13 02 86

(15) Vydáno 15 09 87

(75)

Autor vynálezu

MARCIAN VÁCLAV ing.; HURT VRATISLAV ing. CSc., SVIT

(54) Vysokoelastické vlákno z izotaktického polypropylenu se zlepšenými elastickými vlastnostmi a způsob jeho výroby

Řešení se týká vysokoelastického vlákna z izotaktického polypropylenu se zlepšenou elastickou deformovatelností při deformacích do přetrhu, sníženou závislostí elastického zotavení na počtu deformačních cyklů a vysokou rovnoměrností hodnot elastického zotavení. Způsob výroby vlákna spočívá v použití polymeru s úzkou distribucí molekulárních hmotností a nalezení technologických parametrů zvláknování i tepelné úpravy pomocí parametrů nadmolekulární struktury, především jeho nekrytalických oblastí.

Vynález se týká vlákna z izotaktického polypropylenu, vykazujícího zlepšenou elastickou deformovatelnost při deformacích do přetrhu, hodnocenou parametrem elastické zotavení EZ, zlepšenou závislost EZ na počtu cyklů deformace - uvolnění napětí a způsobu jeho výroby.

V průběhu posledních dvaceti let se vyvíjí značné úsilí připravit z různých syntetických semikrystalických polymerů vlákna, která by vykazovala elastické vlastnosti podobné elastomerním vláknům - vysokou elastickou deformovatelnost, zachování vysokého procenta elastického zotavení po uvolnění napětí a zachování původního elastického zotavení po opakovaných deformacích. Současně se požadují základní mechanické vlastnosti - pevnost a modul elasticity - na úrovni textilních vláken. Taková vlákna byla s dobrými výsledky připravena z řady syntetických vláknotvorných polymerů vyznačujících se vysokou krystalizační rychlostí. Např. Belgický patent 650 890 popisuje přípravu a vlastnosti elastických vláken z polyoximetylenů, Americký patent 3 299 171 vlákna z polypivalolaktinu, Americký patent 3 081 519 elastická vlákna z polyetylenů, Britský patent 962 231 elastická vlákna z acetalového kopolymeru Celcon atd. Jsou známa elastická vlákna z dalších polymerů, např. poly-3-metylbutenu, polyetylen-sulfidu a polyetylen-tereftalátu.

Významným představitelem polymerů schopných vytvářet elastická vlákna je polypropylen. Zjištěné elastické charakteristiky vláken z izotaktického polypropylenu, připravených mechanismem orientované krystalizace z taveniny pod napětím, jsou podobné elastomerním polyuretanovým vláknům typu Spandex. Elastická polypropylenová vlákna připravená různými postupy nacházejí využití jak v textilním průmyslu tak i v technických aplikacích - např. výroba oděvů s požadovaným vyšším stupněm elastické deformovatelnosti jako spodní prádlo, sportovní oděvy, elastické punčochy, ponožky, výrobky u kterých se požaduje proměnná porozita jako padákové hedvábí, dále koberce se zlepšenými zotavovacími vlastnostmi, elastické sítě, sítky na vlasy, elastické nitě, výrobky pro zdravotnické účely atd.

Patentová literatura uvádí elastická vlákna z izotaktického polypropylenu a řadu postupů jejich přípravy zvlákněním z taveniny. Americký patent 3 256 258 uvádí postup přípravy elastického polypropylenového vlákna zvlákněním polymeru s indexem toku $IT = 0,1$ až 200 g/10 min , při teplotě 289°C , odtahové rychlosti 45 m/s a následnou tepelnou úpravou návinu vlákna na cívkách bez možnosti smrštění při teplotě 105 až 160°C v sušárně. Při deformaci o 25% vlákno vykazuje elastické zotavení větší než 82% , deformaci do přetrhu od 100 do 700% a pevnost aspoň $0,8 \cdot 10^8 \text{ N.m}^{-2}$. Ze strukturního hlediska je vlákno s vysokou elastickou deformovatelností kvalitativně charakterizované vysokou krystalinitou a vysoce uspořádanou lamelární strukturou, kvantitativně orientací krystalických oblastí v rozmezí úhlů 10 až 30° a tzv. gama-intenzitou větší než jedna, což je poměr intenzit difraktovaného rtg. záření krystalickými rovinami $(022, 122)$ a rovinou (110) na meridiánu širokoúhlého röntgenogramu.

Americký patent 3 323 190 uvádí elastické polypropylenové vlákno s elastickým zotavením při deformaci o 50% EZ_{50} větším než 90% a postup jeho přípravy dloužením výchozího vlákna v cyklech o 10 až 50% ale celkově nejvýše o 150% a následnou tepelnou úpravou při 135 až 150°C po dobu 3 až 30 min a dalším dloužením na 40 až 80% .

Další patenty uvádějí postupy přípravy vysokoelastických polypropylenových vláken zaměřené na získání výrobků s různými mechanickými vlastnostmi - pevností a modulem elasticity. Jsou známy postupy přípravy elastických polypropylenových vláken určených pro další zpracování na speciální vlákna pro technické účely, např. vlákna se zvýšenou pevností nebo porézní vlákna, cílem kterých je získání co nejvyšší elasticity charakterizované elastickým zotavením při deformacích o 50 až 100% . Americký patent 4 055 696 popisuje přípravu vysokoelastického polypropylenového vlákna, určeného pro další zpracování, zvlákněním polymeru s viskozitou $\eta = 1,40$, při teplotě 230°C a odtahové rychlosti 610 m/min , čemu odpovídá průtah $44\,500\%$, následnou termofixací při teplotě 140°C po dobu 30 minut v sušárně.

Japonský patent 23 722 uvádí přípravu elastických, dutých polypropylenových vláken určených pro další zpracování na porézní vlákna, zvlákněním z taveniny při odtahových rychlostech 4 000 až 6 000 m/min, Japonský patent 137 026 uvádí výrobu zvlákněním polypropylenu s $IT = 1,0$ při teplotě 230 °C, odtahové rychlosti 70 m/min a průtahu 54 000 %, Německý patent 3 003 400 uvádí výrobu dutého elastického vlákna z izotaktického polypropylenu pro další zpracování, s indexem toku IT menším než jedna, při teplotě zvláknění nad 230 °C.

Společným znakem známých postupů získání elastických vláken s EZ_{100} větším než 90 % je použití speciálních polymerů s velmi vysokými molekulárními hmotnostmi, charakterizovanými nízkým IT a zvlákněním při nízkých zvlákněvacích teplotách od 200 do 260 °C. I když uváděné rozpětí použitelnosti IT je v rozpětí 0,1 až 200 g/10 min s přednostním rozsahem 0,5 až 30 g/10 min, jsou výhradně používány polymery s IT menším než 1 g/10 min, vyjímecně vyšší do $IT = 15$ až 20 g/10 min. Omezené použití vyšších IT souvisí s potřebou extrémně vyšších odtahových rychlostí, vyžadovaných pro vyvolání vysokých napětí v tavenině. Vysoké zvlákněvací napětí je nezbytné k vytvoření nukleačních center z vypřimených řetězců makromolekul, které jsou podmínkou pro iniciaci následné epitaxiální krystalizace polymeru do vysoce uspořádaných lamel velkých rozměrů, orientovaných kolmo na osu vlákna. Nízkým IT odpovídají relativně nízké odtahové rychlosti $v = 40$ až 600 m/min, zajišťující vysoký průtah pod hubicí $p = 10\ 000$ až 60 000 % a dobrou zvlákněvací jistotu. Použití nízkých IT při nízkých zvlákněvacích teplotách a odpovídajících odtahových rychlostech sebou nese nevýhodu nízké produkce vlákna s požadovanou výchozí strukturou. Další zvyšování odtahových rychlostí zvyšuje nerovnoměrnost vlákna, zhoršuje zvlákněvací jistotu a v konečném důsledku ovlivňuje jeho elastické a ostatní mechanické vlastnosti.

Pro zdokonalení lamelární struktury vlákna a tím zlepšení jeho elastických vlastností je potřebné výchozí vlákno tepelně upravovat na vzduchu nebo v inertním prostředí. Uvádí se rozsah teplot 100 až 160 °C ve volném nebo napnutém stavu, přednostně 130 až 140 °C ve stavu nedovolujícím smrštění vlákna. Uvedený způsob tepelné úpravy má za následek nestejněměrné profixování vnitřních vrstev návinnu a tím postupné zhoršení elastických a ostatních mechanických vlastností směrem dovnitř cívky. V závislosti na tloušťce návinnu se prodlužuje doba potřebná k tepelné úpravě na 1,5 až 2 hodiny. Při větších tloušťkách návinnu vlákna vykazují vnitřní vrstvy i po této době tepelné úpravy poněkud nižší hodnoty EZ .

Podstatou vynálezu je vysokoelastické vlákno z izotaktického polypropylenu se zlepšenými elastickými vlastnostmi, různých jemností a způsob jeho výroby, spočívající ve vysoko-rychlostním postupu zvlákněním, nalezení technologických parametrů zvlákněním na základě stanovení strukturních parametrů výchozího vlákna a zvýšení účinnosti tepelné úpravy.

Tato vlákna vykazují pevnost do $2,5 \cdot 10^8 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$, tažnost do 300 %, krystalinitu β_{rtg} větší než 0,65, obsah α^- -osvě orientovaných krystalitů větší než 10 %, faktor orientace kry krystalických oblastí f_c větší než 0,9, faktor orientace nekystalických oblastí f_{am} menší než 0,1, relativní podíl vypřimených řetězců v nekystalických oblastech n/N menší než 0,1, rozptyl malouhlové periody $\Delta MP/MP$ menší než 0,2, objemový podíl interfibrilárních spojovacích řetězců v nekystalických oblastech p_p větší než 0,02, diferenci hustot mezi krystalickými a nekystalickými oblastmi ve směru osy větší než 150 kg/m^3 .

Uvedené strukturní parametry vysokoelastického vlákna zaručují jeho elastické zotavení EZ_{25} větší než 98 % a EZ_{MAX} větší než 80 %, takže rozdíl mezi EZ_{25} a EZ_{MAX} nepřevyšuje 20 %. Zlepšené elastické vlastnosti těchto vláken připravených za uvedených podmínek spočívají jednak ve vysokých EZ do přetrhu, jednak ve velmi malé závislosti elastického zotavení na počtu deformačních cyklů. Mírný pokles hodnot EZ_{50} , nejvíce o 5 %, je po prvních pěti cyklech, po dalších patnácti cyklech poklesne o dalších 1 až 3 % a v závislosti na dalším růstu počtu cyklů se mění jen nepatrně. Hodnota EZ_{100} v závislosti na počtu cyklů deformace - uvolnění napětí poklesne do ustálené hodnoty nejvýše o 20 %. Vysoká rovnoměrnost EZ v celém návinnu vlákna je charakterizována variačním koeficientem v menším než $\pm 1\%$. Zjištěná teplotní závislost EZ je velmi malá až do teploty tání polymeru - přibližně 160 °C.

Podstatou vynálezu je dále vyvinutý postup výroby vysokoelastických vláken z izotaktického polypropylenu, zajišťující dosažení strukturních parametrů a elastických vlastností uvedených výše. Výchozí nedloužené, vysoce předorientované vlákno s dobře vyvinutou lamelární strukturou se vyrobí zvlákňováním z taveniny polymeru s úzkou distribucí molekulárních hmotností, charakterizovaného parametrem Q v rozsahu od 1 do 4, při teplotách zvlákňování 200 až 310 °C, rychlosti ofuku 0,1 až 2 m/s vzduchem teplým 20 °C a při odtahové rychlosti 500 až 7 000 m/min. Parametr Q je definován poměrem M_w/M_n , kde M_w je hmotnostní molekulární hmotnost a M_n je číselná molekulární hmotnost. Vysokoelastické vlákno se zlepšenou elasticitou a vysokou rovnoměrností hodnot EZ se vyrobí z výchozího nedlouženého vlákna za podmínek termofixace se zlepšenou účinností, použitím nasycené vodní páry při zvýšeném tlaku, nebo kontinualizací postupu tepelné úpravy na vřduchu v tenké vrstvě, zaručující rovnoměrné prohrátí vlákna a tím získání pravidelných lamelárních oblastí s vysokou uspořádaností, jakož i optimální strukturou nekystalických oblastí.

Stanovení technologických parametrů přípravy výchozího vlákna nutných pro získání nejlepších elastických charakteristik spočívá v určení dávkování polymeru, teploty zvlákňování, intenzity chlazení vlákna pod hubicí a odtahové rychlosti. Kontrolu těchto parametrů je možné zajistit sledováním vhodných parametrů nadmolekulární struktury vlákna. Pro určení technologických parametrů výroby vysokoelastických polypropylenových vláken uvedeným postupem zvlákňování jsou dříve navržené metody hodnocení struktury nepostačující a je nutné je rozšířit o údaje charakterizující především uspořádání řetězců makromolekul v nekystalických oblastech. Za uvedeným účelem se ukázalo potřebné doplnit metody hodnocení struktury o stanovení:

- obsahu α -osově orientovaných krystalitů X_a , ze širokoúhlové difrakce rtg. záření
- faktoru orientace nekystalických oblastí f_{am} , kombinací měření rychlosti zvuku a širokoúhlové rtg. difrakce
- distribuce velikostí maloúhlové periody MP/MP, z maloúhlového rozptylu rtg. záření
- relativního podílu vypříměných spojovacích řetězců v nekystalických oblastech n/N , z měření rychlosti zvuku
- objemového podílu spojovacích řetězců makromolekul v interfibrilárních oblastech μ_p , z měření dynamických viskoelastických vlastností
- difference hustot mezi krystalickými a nekystalickými oblastmi vytvářejícími periodicitu $\Delta\rho$, z maloúhlové rtg. difrakce
- porozity vlákna v průběhu elastické deformace v_p , z maloúhlového rozptylu rtg. záření

Vhodné mechanické vlastnosti - pevnost, tažnost a vysoká elasticita výchozího vlákna - pro dosažení EZ_{100} větších než 95% tepelně ustalovaného vlákna, jsou podmíněné dosažením uvedených strukturních parametrů před termofixací:

- krystalinita vlákna měřená širokoúhlovou difrakcí rtg. záření β_{rtg} větší než 50 %
- obsah α -osově orientovaných krystalitů X_a , větší než 10 %
- faktor orientace krystalických oblastí f_c větší než 0,9
- maximum na křivce závislosti faktoru orientace nekystalických oblastí na průtahu $f_{am} = f/p$
- distribuce velikostí maloúhlové periody $\Delta MP/MP$ menší než 0,3
- relativní podíl vypříměných spojovacích řetězců v nekystalických oblastech n/N větší než 0,05
- maximum na křivce závislosti relativního podílu vypříměných spojovacích řetězců v nekystalických oblastech na průtahu
- objemový podíl interfibrilárních spojovacích řetězců v nekystalických oblastech μ_p větší než 0,01
- difference hustot mezi krystalickými a nekystalickými oblastmi ve směru osy vlákna $\Delta\rho$ větší než 120 kg/m³

- porozita vlákn elasticky deformovaného o 50% v_p větší než 0,08
- faktor orientace nekystalických oblastí f_{am} menší než 0,4

Použití libovolného typu polymeru s užší distribucí molekulárních hmotností, např. chemicky nebo termicky degradovaného, kladně ovlivňuje dokonalost krystalické struktury lamel, rovnoměrnost jejich tloušťky ve směru osy vlákna a rovnoměrnost periodicity střídání hustot krystalických a nekystalických oblastí ve směru osy vlákna. Dokonalejší uspořádání lamel se odráží i v mírném zvětšení obsahu α -osově orientovaných krystalitů, v porovnání s vlákny z běžného polymeru, jako následek zvětšeného orientujícího účinku povrchu lamel. Velikost krystalických oblastí před tepelnou úpravou, hodnocená širokoúhlovou difrakcí rtg. záření, se pohybuje okolo hodnoty 10 nm, v porovnání s 6 až 8 nm u vláken připravených z běžného polymeru. Rozptyl velikosti malouhlové periody $\Delta MP/MP$ vykazuje hodnoty 0,25 až 0,27 v porovnání s 0,3 až 0,35 pro vlákna z běžného polymeru.

Zlepšená účinnost tepelné úpravy, oproti fixaci v sušárně uváděné patentovou literaturou, spočívá v použití nasycené vodní páry při tlaku 0,2 až 0,5 MPa, čemu odpovídají teploty přibližně 120 až 150 °C, respektive v použití kontinuálního postupu tepelné úpravy vlákna v tenké vrstvě návinu na galetách, což zaručuje vysokou rovnoměrnost struktury a tím i elastických charakteristik a ostatních mechanických parametrů. Doba tepelné úpravy nasycenou vodní parou za uvedených podmínek, potřebná k dosažení maximálních EZ_{100} rovnoměrných v celé tloušťce návinu na cívce je 10 až 30 min. doba úpravy kontinuálním postupem je 3 až 20 min.

P ř í k l a d 1

Krystalický izotaktický polypropylen, termicky degradovaný na $Q = 2,24$, byl zvlákněn při teplotě 280 °C. Zvláknovací hubice byla šestnáctiotvorová s průměrem otvorů 0,5 mm a poměrem $L/D = 4$. Dávkování polymeru bylo 40 g/min, odtahová rychlost 3 000 m/min, čemu odpovídal průtah $p = 16\ 000\ %$. Chlazení vlákna bylo zajišťováno ofukem vzduchu 20 °C teplým, rychlostí 0,3 m/s. Výchozí předorientované vlákno, získané za těchto podmínek zvláknování mělo krystalinitu $\beta_{rtg} = 0,56$, velikost MP = 12,5 nm, obsah α -osově orientovaných krystalitů $X_{\alpha} = 12,5\ %$, $f_c = 0,92$, $f_{am} = 0,36$, relativní podíl vypřimených řetězců v nekystalických oblastech $n/N = 0,05$, objemový podíl interfibrilárních spojovacích řetězců $\mu_p = 0,02$, $\Delta MP/MP = 0,27$, $\Delta \rho = 155\ kg/m^3$, porozitu při deformaci o 50% $v_p = 0,085$. Elastické zotavení vlákna bylo $EZ_{25} = 78\ %$, $EZ_{50} = 71\ %$, $EZ_{100} = 65\ %$, po pěti deformačních cyklech poklesla hodnota EZ_{50} na 54%, po 20 cyklech na 51%. Vlákno bylo tepelně upravováno v autoklávu při teplotě 140 °C a tlaku 0,4 MPa, navinuté na kovových cívkách bez možnosti smrštění. Doba tepelné úpravy byla 15 minut. Sledované strukturální parametry se změnily na uvedené hodnoty: $\beta_{rtg} = 0,65$, MP = 18 nm, $X_{\alpha} = 10,5\ %$, $f_c = 0,96$, $f_{am} = 0$, $n/N = 0,046$, $\mu_p = 0,02$, $\Delta MP/MP = 0,19$, $\Delta \rho = 170\ kg/m^3$, $v_p = 0,09$.

Elastické zotavení vysokoelastického vlákna bylo $EZ_{25} = 98\ %$, $EZ_{50} = 96\ %$, $EZ_{100} = 95,5\ %$, $EZ_{MAX} = 84\ %$. Po pěti cyklech deformace pokleslo elastické zotavení EZ_{50} na hodnotu 92 %, po dvaceti cyklech na 89 % a dále se v závislosti na počtu cyklů neměnilo. V závislosti na tloušťce návinu nevykazovalo elastické zotavení pokles hodnot.

P ř í k l a d 2

Krystalický izotaktický polypropylen chemicky degradovaný na hodnotu $Q = 1,8$ byl zvlákněn za stejných podmínek jako v příkladu 1. Dávkování polymeru bylo 30 g/min, odtahová rychlost 3 500 m/min čemu odpovídal průtah $p = 25\ 700\ %$. Vlákno bylo chlazeno vzduchem teplým 20 °C rychlostí 0,3 m/s. Výchozí vlákno mělo parametry nadmolekulární struktury: $\beta_{rtg} = 0,7$, MP = 13,5 nm, $X_{\alpha} = 12\ %$, $f_c = 0,94$, $f_{am} = 0,32$, $n/N = 0,06$, $\mu_p = 0,025$, $\Delta MP/MP = 0,26$, $\Delta \rho = 220\ kg/m^3$. Elastické zotavení výchozího vlákna bylo $EZ_{25} = 80\ %$, $EZ_{50} = 73\ %$, $EZ_{100} = 68\ %$, po pěti deformačních cyklech poklesla hodnota EZ_{50} na 64 %, po dvaceti cyklech na 60 %.

Tepelná úprava v autoklávu nasycenou vodní parou byla provedena za stejných podmínek jako v příkladu 1. Sledované parametry nadmolekulární struktury se změnily na následující hodnoty: $\beta_{rtg} = 0,75$, $MP = 19,1$ nm, $X_{a-} = 10,2$ %, $f_c = 0,96$, $f_{am} = 0,05$, $n/N = 0,042$, $\mu_p = 0,025$, $\Delta MP/MP = 0,19$, $\Delta \rho = 270$ kg/m³, $v_p = 0,11$. Elastické zotavení bylo $EZ_{25} = 98,5$ %, $EZ_{50} = 96$ %, $EZ_{100} = 95,2$ %, $EZ_{MAX} = 88$ %. Po pěti deformačních cyklech pokleslo elastické zotavení EZ_{50} na hodnotu 92,5 %, po dvaceti cyklech na 90,8 % a dále se prakticky neměnilo. Vnitřní vrstvy návínou nevykazovaly snížené hodnoty elastického zotavení v porovnání s vrstvou vnější.

P ř í k l a d 3

Krystalický izotaktický polypropylen tepelně degradovaný v průběhu zvláknování byl zvlákněn při teplotě 260 °C. Hubice byla dvacetiotvorová s průměrem otvorů 0,5 mm. Dávkování polymeru bylo 15 g/min, použitá odtahová rychlost 1 600 m/min, čemu odpovídal průtah $p = 30\ 500$ %. Vlákno se ochlazovalo vzduchem 20 °C teplým rychlostí 0,1 m/s. Hodnota Q polymeru byla 3,4. Předorientované vlákno mělo následující parametry nadmolekulární struktury: $\beta_{rtg} = 0,72$, $MP = 13$ nm, $X_{a-} = 21$ %, $f_c = 0,94$, $f_{am} = 0,38$, $n/N = 0,064$, $\mu_p = 0,03$, $\Delta MP/MP = 0,25$, $\Delta \rho = 190$ kg/m³. Porozita vlákna při deformaci o 50 % byla $v_p = 0,15$. Elastické zotavení předorientovaného vlákna bylo $EZ_{25} = 85$ %, $EZ_{50} = 78$ %, $EZ_{100} = 72$ %, po pěti deformačních cyklech poklesla hodnota EZ_{50} na 62 %, po dvaceti cyklech na 59 %. Vlákno navinuté na kovové cívice tepelně upravované v autoklávu při teplotě 120 °C a tlaku nasycené vodní páry 0,2 MPa po dobu 30 min vykazovalo následující hodnoty sledovaných strukturních parametrů: $\beta_{rtg} = 0,78$, $MP = 19,5$ nm, $X_{a-} = 16,6$ %, $f_c = 0,97$, $f_{am} = -0,02$, $n/N = 0,044$, $\mu_p = 0,031$, $\Delta MP/MP = 0,18$, $\Delta \rho = 240$ kg/m³. Porozita vlákna elasticky deformovaného o 50 % byla $v_p = 0,18$. Elastické zotavení tepelně upraveného vlákna bylo $EZ_{25} = 99,5$ %, $EZ_{50} = 98,5$ %, $EZ_{100} = 96$ %, $EZ_{MAX} = 90,5$ %, po pěti deformačních cyklech pokleslo EZ_{50} na hodnotu 95 %, po dvaceti cyklech na 93 %. Vnitřní vrstvy návínou nevykazovaly snížené hodnoty elastického zotavení v porovnání s vnější vrstvou. Rovnoměrnost EZ_{100} vyjádřená variačním koeficientem byla $v = \pm 0,8$ %.

P ř í k l a d 4

Krystalický izotaktický polypropylen tepelně degradovaný v průběhu zvláknování, s Q hodnotou 3,65 byl zvlákněn při teplotě 240 °C. Hubice byla desetiotvorová s průměrem otvoru 1 mm, dávkování polymeru bylo 12 g/min, použitá odtahová rychlost 500 m/min, čemu odpovídal průtah $p = 23\ 800$ %. Vlákno se ochlazovalo vzduchem 20 °C teplým rychlostí 0,2 m/s. Předorientované vlákno mělo následující parametry nedmolekulové struktury: $\beta_{rtg} = 0,70$, $MP = 12,5$ nm, $X_{a-} = 17$ %, $f_c = 0,93$, $f_{am} = 0,31$, $n/N = 0,059$, $\mu_p = 0,026$, $\Delta MP/MP = 0,29$, $\Delta \rho = 200$ kg/m³. Porozita vlákna při elastické deformaci o 50 % byla $v_p = 0,21$. Elastické zotavení předorientovaného nedlouženého vlákna bylo $EZ_{25} = 82$ %, $EZ_{50} = 77$ %, $EZ_{100} = 71$ %, po pěti deformačních cyklech poklesla hodnota EZ_{50} na 61 %, po dvaceti cyklech na 56 %. Vlákno navinuté na kovové cívice tepelně upravované v autoklávu při teplotě 150 °C a tlaku 0,5 MPa po dobu 10 min vykazovalo následující hodnoty sledovaných strukturních parametrů: $\beta_{rtg} = 0,75$, $MP = 19$ nm, $X_{a-} = 14,6$ %, $f_c = 0,95$, $f_{am} = 0,01$, $n/N = 0,07$, $\mu_p = 0,035$, $\Delta MP/MP = 0,16$, $\Delta \rho = 205$ kg/m³. Porozita vlákna při jeho deformaci o 50 % byla $v_p = 0,26$. Elastické zotavení bylo $EZ_{25} = 99$ %, $EZ_{50} = 97$ %, $EZ_{100} = 97$ %, $EZ_{MAX} = 92$ %. Po pěti deformačních cyklech pokleslo elastické zotavení EZ_{50} na hodnotu 94 %, po dvaceti cyklech na 91 % a dále se prakticky neměnilo. Vnitřní vrstvy návínou nevykazovaly snížené hodnoty EZ oproti vnější vrstvě. Rovnoměrnost hodnot EZ_{100} vyjádřená variačním koeficientem byla $v = \pm 0,9$ %.

P ř í k l a d 5

Předorientované vlákno z izotaktického polypropylenu připravené postupem podle příkladu 3 a vykazující strukturní parametry i elastické vlastnosti jako v příkladu 3, bylo tepelně ustalované kontinuálním postupem na kovových galetách vyhřívaných na teplotu 130 °C.

Vlákno bylo na galetách uloženo v tenké vrstvě pomocí ukládacího válečku, závit vedle závitu, takže celková doba setrvání vlákna ve fixační zóně byla 20 minut. Po průchodu přes fixační zónu bylo vlákno navíjeno na cívky. Vysokoelastické vlákno po tepelné úpravě vykazovalo následující hodnoty sledovaných parametrů: $\beta_{rtg} = 0,75$, $MP = 20$ nm, $X_a^- = 17$ %, $f_c = 0,96$, $f_{am} = 0,02$, $n/N = 0,05$, $\mu_p = 0,03$, $\Delta MP/MP = 0,15$, $\Delta \varphi = 260$ kg/m³. Porozita vlákna elasticky deformovaného o 50 % byla $v_p = 0,24$. Elastické zotavení kontinuálně termofixovaného vlákna bylo $EZ_{25} = 99,5$ %, $EZ_{50} = 99$ %, $EZ_{100} = 98$ %, $EZ_{MAX} = 92$ %. Po pěti deformačních cyklech pokleslo EZ_{50} na hodnotu 96 %, po dvaceti cyklech na 94 %. Vnitřní vrstvy návinnu nevykazovaly snížené hodnoty elastického zotavení. Rovnoměrnost hodnot elastického zotavení EZ_{100} vyjádřená variačním koeficientem byla $v = \pm 0,5$ %.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Vysokoelastické vlákno z izotaktického polypropylenu se zlepšenými elastickými vlastnostmi, různých jemností, pevnosti do 2,5 cN/dtex, tažnosti do 300 %, vyznačující se tím, že má vysokokrystalickou strukturu s krystalinitou β_{rtg} větší než 0,65, obsah a^- -osově orientovaných krystalitů větší než 10 %, faktor orientace krystalických oblastí f_c větší než 0,9, faktor orientace nekystalických oblastí f_{am} menší než 0,1, relativní podíl vypříměných řetězců v nekystalických oblastech n/N menší než 0,1, rozptyl velikostí malouhlové periody $\Delta MP/MP$ menší než 0,2, objemový podíl interfibrilárních spojovacích řetězců v nekystalických oblastech μ_p větší než 0,02, diferenci hustot mezi krystalickými oblastmi ve směru osy vlákna $\Delta \varphi$ větší než 150 kg/m³ a dále tím, že má elastickou deformovatelnost při deformacích do přetrhu charakterizovanou parametrem elastické zotavení EZ_{25} větší než 98 %, EZ_{MAX} větší než 80 %, závislost EZ na počtu deformačních cyklů vyjádřenou poklesem hodnoty EZ_{100} nejvýše o 20 %, rovnoměrnost hodnot EZ v celém návinnu vlákna charakterizovanou variačním koeficientem v do ± 1 %, přičemž hodnota EZ_{100} není závislá na teplotě deformace až do teploty tání polymeru.

2. Způsob výroby vysokoelastického vlákna z izotaktického polypropylenu podle bodu 1, vyznačující se tím, že výchozí nedloužené, vysoce předorientované vlákno s dobře uspořádanou lamelární strukturou, zvlákněné z taveniny polymeru charakterizovaného distribucí molekulárních hmotností v rozsahu parametru Q od 1 do 4, s krystalinitou β_{rtg} větší než 50 %, obsahem a^- -osově orientovaných krystalitů X_a^- - větším než 10 %, faktorem orientace krystalických oblastí f_c větším než 0,9, rozptylem velikostí malouhlové periody $\Delta MP/MP$ menší než 0,3, faktorem orientace nekystalických oblastí f_{am} menším než 0,4, relativním podílem vypříměných řetězců v nekystalických oblastech n/N větším než 0,05 a objemovým podílem interfibrilárních řetězců v nekystalických oblastech μ_p větším než 0,02, se tepelně upravuje navinuté na nedeformovatelné cívce nasycenou vodní parou při teplotě 120 až 150 °C, tlaku 0,2 až 0,5 MPa po dobu 10 až 30 min anebo kontinuálním postupem na galetách při teplotě 120 až 150 °C po dobu 1 až 20 minut.