



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 09.II.1968 (P 125 138)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.I.1971

Kl. 42 1, 13/04

MKP G 01 n, 33/44

UKD

Współtwórcy wynalazku: Aleksandra Ogorzałek, Jerzy Cypryk, Maria Mirosławska

Właściciel patentu: Instytut Włókien Sztucznych i Syntetycznych, Łódź (Polska)

Sposób oznaczania makroniejednorodności poliamidów

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania makroniejednorodności poliamidów włóknotwórczych szczególnie polikaproamidu.

Makroniejednorodność poliamidu włóknotwórczego wpływa zakłócająco na przebieg procesu formowania oraz na proces rozciągania włókna. Makroniejednorodność poliamidu oznacza obecność w nim cząstek różniących się od przeważającej masy polimeru, a tym samym zakłócających jego jednorodność. Cząstkami takimi są zwykle zanieczyszczenia mechaniczne pochodzące z aparatury lub surowców, cząstki polimeru usieciowane np. pod wpływem tlenu lub długiego okresu czasu przebywania w wysokiej temperaturze cząstki polimeru bardzo wysoko spolimeryzowanego lub grudki bieli tytanowej.

Znane dotychczas metody oznaczania tych cząstek w krańce polimeru ograniczały się do wykrywania pod mikroskopem zanieczyszczeń mechanicznych różniących się barwą od reszty polimeru. W tych warunkach cząstki usieciowane i bardzo wysoko spolimeryzowane pozostawały niewykrywalne.

W przemyśle wiskozowym znana jest metoda oznaczania makroniejednorodności wiskozy oparta na zliczaniu zgrubień w strumieniu roztworu wiskozowego, a mianowicie żelowatych cząstek będących spęszczalnymi fragmentami niedosiarczowanych włókienek celulozy. Próby zaadaptowania tej metody do oznaczania makroniejednorodności poliamidów nie dały jednak pozytywnych rezultatów, ponieważ obserwacja cząstek różniących się rozmi-

2

rami od przeważającej masy polimeru w strumieniu stopionego poliamidu jest prawie niemożliwa z uwagi na zbyt małe rozmiary tych cząstek oraz ze względu na trudności techniczne wynikające z konieczności stosowania wysokich temperatur rzędu 200—300°C.

Celem wynalazku jest opracowanie prostej metody oznaczania makroniejednorodności poliamidów pozbawionej wyżej wymienionych wad, przez zastosowanie takiego rozpuszczalnika polimeru poliamidowego i stworzenie takich warunków aby rozpuszczeniu uległ polimer, a pozostałe cząstki zostały tylko spęczone, dzięki czemu ich rozmiary zwiększyłyby się w stopniu umożliwiającym ich obserwację.

Stwierdzono, że wymaganiom tym odpowiada trójkrezol techniczny będący mieszaniną krezoli. Rozpuszczalnik ten należy jednak przed użyciem predestylować odbierając frakcję wrzącą w granicach temperatur 190—203°C.

Roztwór poliamidu w trójkrezolu otrzymuje się przez rozpuszczenie próbki poliamidu np. krajanki polikaproamidowej lub włókna poliamidowego (po uprzednim usunięciu preparacji) we wspomnianej frakcji trójkrezolu.

Proces rozpuszczania prowadzi się w temperaturze 50—100°C, korzystnie w temperaturze 70°C przez okres kilku do kilkunastu godzin. Stwierdzono doświadczalnie, że okres ten dla krajanki wynosi około 5 godzin, dla włókna spod filiiery 10 godzin, a dla gotowego włókna 15 godzin.

Sposób według wynalazku polega na tym, że określona objętość 15–30%-owego roztworu poliamidu we frakcji trójkrezolu wrzącej w temperaturze 190–203°C przetłacza się w temperaturze 30–100°C przez kapilarę o średnicy 0,2–0,6 mm z prędkością 0,1–0,3 ml/min do wodnego roztworu zawierającego około 70% objętościowych metanolu lub etanolu. Ciężar właściwy wodnego roztworu metanolu oraz jego zdolność koagulacyjna są tak dobrane aby wpływający do niego strumień roztworu polimeru ulegał stopniowo pocienieniu na drodze co najmniej 15 cm pozostając przy tym nadal w stanie ciekłym.

Zgrubienia strumyka roztworu polimeru wypływającego z kapilary zlicza się, a następnie znając objętość badanego roztworu przelicza się ilość zgrubień na 1 ml roztworu poliamidu.

Dla uzyskania powtarzalnych wyników, należy zachować stały wpływ roztworu poliamidu z kapilary w granicach $\pm 10\%$ w stosunku do ustalonej szybkości wypływu 0,1–0,3 ml/min. Osiąga się to przez odpowiednią regulację ciśnienia nad roztworem poliamidu.

Oznaczanie makroniejednorodności poliamidu sposobem według wynalazku przeprowadza się w znanym zestawie aparaturowym przedstawionym przykładowo na rysunku.

Roztwór polimeru wlewa się do szklanej kalibrowanej w mililitrach rurki 1 zakończonej kapilarą 2. Rurka 1 umieszczona jest w płaszczu termostatuja-cym 3, w którym cyrkuluje woda o temperaturze 30–100°C. Koniec kapilary 2, zanurzony jest w wodnym roztworze metanolu lub etanolu, znajdującym się w naczyniu szklanym 4.

Przykład. Do kolby okrągłodennej z mieszadłem i chłodnicą zwrotną wprowadzono 20 g krajan-

ki polikaproamidowej i 80 g przedestylowanego trójkrezolu. Całość mieszano w temperaturze 70°C przez okres 5 godzin. Następnie pobrano próbkę w ilości około 10 ml, którą umieszczono w kalibrowanej rurce. Próbkę odpowietrzano i termostatowano przez okres 30 minut w temperaturze 40°C, po czym 5 ml tego roztworu wytłaczano z kapilary przy użyciu sprężonego powietrza z prędkością 0,11 ml/min. do wodnego roztworu metanolu, gdzie stosunek metanolu do wody wynosił jak 7 : 3 i zliczano zgrubienia widoczne w wypływającym z kapilary strumyku roztworu polikaproamidu.

Zliczono 3 zgrubienia przeliczone na 1 ml roztworu polikaproamidu. Ilość tę porównano z ilością zgrubień oznaczoną dla wzorcowego polikaproamidu i stwierdzono, że badana krajanka poliamidowa nadaje się do produkcji jedwabiu poliamidowego, ponieważ 3 zgrubienia występujące w 1 ml roztworu mieszczą się w dopuszczalnej ilości zgrubień (stwierdzonej doświadczalnie) dla krajanki poliamidowej przeznaczonej do produkcji włókien poliamidowych.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oznaczania makroniejednorodności poliamidów włóknotwórczych metodą zliczania zgrubień w strumieniu roztworu, **znamienny tym**, że 15–30%-owy roztwór poliamidu we frakcji trójkrezolu wrzącej w granicach temperatur 190–203°C przetłacza się w temperaturze 30–100°C przez kapilarę o średnicy 0,2–0,6 mm z prędkością 0,1 do 0,3 ml/min. do wodnego roztworu zawierającego około 70% objętościowych metanolu lub etanolu.

