

(19) DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
zum Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

ISSN 0433-6461

(11)

160 421

Int.Cl.³

3(51) G 01 N 13/04

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 N/ 2228 19

(22) 23.07.80

(44) 27.07.83

- (71) ADW DER DDR, INSTITUT FÜR TECHNOLOGIE DER FASERN DRESDEN, DRESDEN; DD;
(72) JACOBASCH, HANS-JOERG, DR. RER. NAT. DIPL.-CHEM.; GROSSE, INGRID, DR. RER. NAT. DIPL.-CHEM.;
THIEL, BARBARA, DIPL.-CHEM.; DD;
(73) siehe (72)
(74) DIPL.-ING. F. BENNEMANN, ADW DER DDR, INST. F. TECHNOLOGIE D. FASERN, 8010
DRESDEN, HOHE STR. 6

(54) VERFAHREN ZUR BESTIMMUNG DER VERARBEITBARKEIT VON FASERSTOFFEN

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Bestimmung der Verarbeitbarkeit von Faserstoffen zu Garnen oder textilen Flächengebilden, bei dem nach an sich bekannten elektrokinetischen, insbesondere elektroosmotischen Meßverfahren erhaltene Meßwerte des elektrokinetischen Potentials als Maß für die Verarbeitbarkeit verwendet werden. Dadurch kann die Bestimmung der Verarbeitbarkeit material- und zeitsparender durchgeführt werden.

Verfahren zur Bestimmung der Verarbeitbarkeit von Faserstoffen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Bestimmung der Oberflächenparameter von Faserstoffen, die die Verarbeitbarkeit von Fasern oder Elementarfäden zu Garnen oder textilen Flächengebilden beeinflussen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, daß eine Verarbeitung von Faserstoffen zu Garnen und textilen Flächengebilden auf hochproduktiven Maschinen nur bei Anwendung spezieller Verarbeitungshilfsmittel, die z. B. die elektrostatische Aufladung der Faserstoffe verhindern und die Einstellung bestimmter Haft-Gleit-Eigenschaften der Faserstoffe gewährleisten, möglich ist. Sowohl die elektrostatische Aufladbarkeit als auch das Haft-Gleit-Verhalten hängen u. a. ab von

- der chemischen und physikalischen Struktur der Faserstoffe,
- der Art und Menge der aufgetragenen Hilfsmittel,
- den Aufbringungsparametern (Konzentration, Temperatur, Zeit u. a.),
- der thermischen Behandlung der Faserstoffe nach dem Aufbringen der Hilfsmittel.

Da alle diese genannten Parameter über längere Erspinnungsperioden gewissen Schwankungen unterliegen, ändern sich auch die Verarbeitungseigenschaften der Faserstoffe, insbesondere der Chemiefaserstoffe. Hieraus resultieren u. a. Fehlchargen und Produktivitätsverluste, letztere bedingt durch die Verringerung der Verarbeitungsgeschwindigkeit.

Zur Charakterisierung sowohl der aufzubringenden Hilfsmittel als auch der damit behandelten Faserstoffe werden eine Reihe von Methoden herangezogen, die jedoch alle keine sichere Korrelation zur Verarbeitbarkeit ergeben.

Die zur qualitativen und quantitativen Analyse von Hilfsmitteln angewendeten Methoden sind sehr zeitaufwendig und gestatten auch nur grobe Aussagen über die Wirksamkeit der untersuchten Produkte als Verarbeitungshilfsmittel (Präparationen, Avivagen, Antistatika). Die gravimetrische Bestimmung eines Textilhilfsmittels nach der Extraktion der Faserstoffe mit einem organischen Lösungsmittel ergibt nur Aussagen über die aufgenommene Substanzmenge und nicht deren Wirksamkeit.

Es ist bekannt, über Strömungspotential-Messungen an präparierten Faserstoffen Aussagen über die Ionogenität und Auflagemenge der angewendeten Hilfsmittel sowie deren Löslichkeit in Wasser zu erhalten (P. Ehrler: "Neue Prüfverfahren zur Beurteilung der Verarbeitungseigenschaften von Stapelfasern"; Melliand Textilber. 58 (1977) 5, S. 355-363; P. Ehrler, A. Rizk u. a.: "Elektrokinetische Messung von Präparations- und Präparierungsunterschieden bei Chemiefasern, Melliand Textilber. 59 (1978) 11, S. 864-869).

Die Bestimmung einzelner textilphysikalischer Parameter, wie z. B. von Reibungskoeffizienten, gestattet noch keine komplexe Beschreibung des Verarbeitungsverhaltens.

Die sichersten Erkenntnisse über die Verarbeitbarkeit von Chemiefaserstoffen können also zur Zeit nur über kleintechnische Verarbeitungsversuche erhalten werden. Da der zeitliche und apparative Aufwand für diese Untersuchungen sehr groß ist und relativ große Mengen an Faserstoffen benötigt werden, lassen sich Schwankungen in der Verarbeitbarkeit von Faserstoffen hiermit nur stark verzögert beheben.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein zeit- und materialsparendes Verfahren zur Bestimmung der Verarbeitbarkeit von Faserstoffen zu schaffen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Technische Aufgabe

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die Beurteilung der Verarbeitbarkeit von Faserstoffen auf neuartige Weise zu lösen.

Merkmale der Erfindung

Es wurde gefunden, daß die durch elektroosmotische oder andere elektrokinetische Messungen erhaltenen Meßwerte direkt mit dem Verarbeitungsverhalten korrelieren.

Bei der Messung des elektrokinetischen Potentials aus der elektroosmotischen Flüssigkeitsüberführung durch ein mit einer wäßrigen Lösung getränktes Faserstoff-Diaphragma entsprechend dem in Fig. 1 dargestellten Schema werden Aussagen über

- die Höhe und das Vorzeichen des an der Faserstoffoberfläche sich einstellenden Potentials (Zeta-Potential)
- die Oberflächenleitfähigkeit der Faserstoffe in der Flüssigkeit erhalten.

Diese Parameter werden sowohl durch die chemische und physikalische Struktur des Faserstoffs als auch durch die Ionogenität und Auf-lagemenge an grenzflächenaktiven Stoffen, wie sie in Präparations-mitteln vorkommen, beeinflußt. Es lassen sich also durch elektrokinetische Messungen Änderungen der Parameter erfassen, die die Verarbeitbarkeit von Faserstoffen bedingen. Die erhaltenen Meß-ergebnisse korrelieren direkt mit dem Verarbeitungsverhalten.

So werden über elektrokinetische Messungen nach dem Prinzip der Elektroosmose in verdünnten Elektrolytlösungen (vorwiegend 10^{-5} bis 10^{-2} normale Alkalihalogenide) tendenzmäßige Aussagen über die Höhe des Reibungskoeffizienten Faser/Faser und die Haftkraft im Faserband (Haftlänge) erhalten. Je höher das negative elektrokinetische Potential (Zeta-Potential) in einer 10^{-4} n KCl-Lösung ist, desto höher sind Reibung und Haftkraft. Diese Größen beeinflussen beispielsweise die Verarbeitungsgeschwindigkeit am Flyer und an der Ringspinnmaschine sowie die Reißfähigkeit von Reißkonverterkabel.

Eine weitere Größe, die die Verarbeitbarkeit, insbesondere von Synthesefaserstoffen beeinträchtigt, ist die Neigung zur elektrostatischen Aufladung. Zur Verminderung der elektrostatischen Aufladbarkeit werden Antistatika auf Basis grenzflächenaktiver Stoffe, die den spezifischen elektrischen Widerstand auf Werte $< 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ bei einer relativen Luftfeuchte von 65 % senken sollen, auf die Faserstoffe aufgebracht.

Es wurde gefunden, daß die spezifische Oberflächenleitfähigkeit, die zur Berechnung des ζ -Potentials gemessen werden muß, mit dem spezifischen elektrischen Widerstand der Faserstoffe bei 65 % relativer Luftfeuchte korreliert.

Beschreibung des Meßvorganges:

Die Messung des ζ -Potentials von Faserstoffen nach dem Prinzip der Elektroosmose kann mit einer üblichen Apparatur, wie sie in Fig. 1 dargestellt ist, erfolgen (Prinzip der Elektroosmose nach v. Stackelberg, Kling, Benzel, Wilke; Kolloid-Z. 135 (1954) S. 67-80). Dabei wird, wie im folgenden beschrieben, vorgegangen: Das über Schliffverbindungen in die Glasapparatur einzubauende Diaphragma 2 wird mit ca. 5 mm langen Fasern der zu untersuchenden Faserstoffprobe dicht gestopft. Zur Vermeidung von Luftblasen wird das Stopfen in einem Becherglas, das mit einer Lösung (im allgemeinen 10^{-4} n Kaliumchloridlösung) gefüllt ist, vorgenommen. Für das Erhalten vergleichbarer Meßergebnisse ist es erforderlich, daß die Packungsdichte im Diaphragma 2, die Menge der im Becherglas befindlichen Lösung und die Verweilzeit der Faserprobe in der

Meßlösung für zu vergleichende Faserproben konstant gehalten werden. Nach dem Einbauen des Diaphragmas und dem Füllen der Apparatur mit der Meßlösung wird über die Kalomelelektroden 5 eine Gleichspannung an das Diaphragma 2 angelegt, die zu einer Wanderung der Flüssigkeit durch das Diaphragma 2 führt. Diese Flüssigkeitsüberführung gibt sich durch eine Verschiebung des Flüssigkeitsmeniskus in der graduierten Meßkapillare 3 zu erkennen. Es ist also erforderlich, die Apparatur so mit der Meßflüssigkeit zu füllen, daß der Flüssigkeitsmeniskus sich innerhalb der Graduierung befindet. Aus der Wanderungsrichtung kann das Vorzeichen des ζ -Potentials bestimmt werden. Die gebräuchlichsten Faserstoffe zeigen in destilliertem Wasser und verdünnten Lösungen 1-1-wertiger Elektrolyte ($< 10^{-2}$ n) ein ζ -Potential zwischen -20 und -60 mV, durch die Präparation mit anionaktiven Tensiden tritt eine Erhöhung des negativen ζ -Potentials ein, kationaktive Tenside führen bei höheren Anwendungskonzentrationen zur Vorzeichenumkehr, nichtionogene Tenside beeinflussen das ζ -Potential nur wenig. Das ζ -Potential errechnet sich nach der Beziehung:

$$\zeta = \frac{V \cdot 4 \pi \eta \cdot \kappa}{I \cdot \epsilon}$$

V = Volumenstrom in der Meßkapillare

κ = spezifische elektrische Leitfähigkeit im Diaphragma

η = Viskosität der Meßlösung

I = Stromstärke

ϵ = Dielektrizitätskonstante

Zur Berechnung des ζ -Potentials muß die spezifische elektrische Leitfähigkeit im Inneren des Diaphragmas 2 ermittelt werden. Dazu wird über verschiebbare Platinelektroden 4 der Widerstand des Diaphragmas 2 in der Meßlösung und in $\frac{n}{10}$ Kaliumchloridlösung gemessen und aus den Meßwerten in bekannter Weise die spezifische elektrische Leitfähigkeit des Diaphragmas 2 bestimmt.

Dieser Wert stellt eine komplexe Größe dar, da er von der spezifischen Leitfähigkeit der reinen Meßlösung, z. B. von destilliertem Wasser oder einer 10^{-4} n Kaliumchloridlösung,

- der Oberflächenleitfähigkeit der Faserstoffe, die durch das Vorhandensein von Ladungsträgern in einer Oberflächenquellschicht der Faserstoffe bedingt ist,
- der Löslichkeit ionogener Substanzen in bzw. auf dem Faserstoff in der Meßflüssigkeit

abhängt.

Da die Leitfähigkeit der reinen Meßlösung im Vergleich mit der Oberflächenleitfähigkeit hygroskopischer und/oder präparierter Faserstoffe gering ist und durch die Ablösung ionogener Präparationskomponenten oder Faserverunreinigungen, die insgesamt für die verringerte elektrostatische Aufladung verantwortlich sind, erhöht wird, gestattet die Messung der spezifischen Leitfähigkeit des Faserdiaphragmas Aussagen zur elektrostatischen Aufladung der trockenen Faserstoffe.

Um mit Hilfe der elektroosmotischen Meßmethode aussagekräftige Meßwerte zu erhalten, ist die Beachtung folgender Meßbedingungen erforderlich:

- konstante Menge der zum Stopfen des Diaphragmas sowie für die Messung erforderlichen Flüssigkeit und Feststoffs,
- gleiche Verweilzeit der Probe in der Meßflüssigkeit,
- gleiche Meßstrecke für die Flüssigkeitsüberführung in der Meßkapillare.

Vergleichende Aussagen über die Verarbeitbarkeit von Faserstoffen lassen sich unter Anwendung des geschilderten Prinzips auch dann gewinnen, wenn andere Größen, die mit dem ζ -Potential bzw. der Oberflächenleitfähigkeit im Zusammenhang stehen, gemessen werden. Dies bedeutet, daß auch andere elektrokinetische Meßverfahren wie die Messung des Strömungspotentials, der elektroosmotischen Steighöhen oder des elektroosmotischen Druckes angewendet werden können.

Ausführungsbeispiele:

Nachstehend soll die Erfindung an mehreren Beispielen näher erläutert werden:

Beispiel 1

An Proben nativer und synthetischer Faserstoffe mit jeweils unterschiedlichem dynamischem Reibungskoeffizienten bzw. unterschiedlicher Haftkraft im Faserband werden elektroosmotische Messungen durchgeführt. Wie aus Tabelle 1 hervorgeht, drücken sich die Unterschiede beider Größen auch im ζ -Potential in 10^{-4} n KCl-Lösungen aus.

Tabelle 1: ζ -Potential in 10^{-4} n KCl-Lösungen, Reibung und Haftkraft von Faserstoffen

Faserstoffe	ζ [mV]	Reibungskoeffi- zient μ_d Faser-Faser	Haftkraft [p/tex]
Wolle I	-62	0,21	3,24
Wolle II	-87	0,61	5,47
Baumwolle I	-35	0,20	12,9
Baumwolle II	-49	0,52	16,3
Polyester I	-85	0,26	20,3
Polyester II	-80	0,27	17,5
Polyacrylnitril I	-73	0,32	15,4
Polyacrylnitril II	-83	0,44	21,2
Viskose I	-40	0,58	9,22
Viskose II	-36	0,56	9,15

Beispiel 2

An Polyesterfaserstoffen, die eine unterschiedliche Reißfähigkeit im Reißkonverter zeigen, wird das ζ -Potential in KCl-Lösungen gemessen. Es zeigte sich, daß die Proben in 10^{-4} n KCl-Lösungen ein ζ -Potential von -52 mV aufweisen, während das der nicht reißfähigen Faserstoffe bei -26 mV liegt.

Beispiel 3

Polyacrylnitrilversuchsfasern, die bei der Verarbeitung in den Stufen Karde - Strecke - Flyer - Ringspinnmaschine eine gute Verarbeitbarkeit zeigen, weisen in 10^{-3} n KCl-Lösungen ein ζ -Potential von -35 mV auf; Versuchsfasern mit schlechter Verarbeitbarkeit zeigen dagegen ein ζ -Potential von -48 mV.

Beispiel 4

An Polyamidfasern, die strahlenchemisch mit Acrylsäure gepfropft wurden und an denen zum Teil das Natriumsalz bzw. das Calciumsalz des Pfropfproduktes gebildet wurde, zeigen Leitfähigkeitsmessungen im Faserdiaphragma gemäß Fig. 1 in bidestilliertem Wasser im Vergleich mit Widerstandsmessungen an den trockenen Fasern bei 65 % relativer Luftfeuchte, daß die im Wasser gemessene Leitfähigkeit mit der Abnahme der elektrostatischen Aufladbarkeit korreliert.

Tabelle 2: Leitfähigkeit modifizierter Polyamidfaserstoffe in bidestilliertem Wasser im Vergleich mit dem elektrischen Widerstand ρ_A daraus hergestellter Flächengebilde bei 65 % relativer Luftfeuchte

Modifizierung	α [$\Omega^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$]	ρ_A [$\Omega \cdot \text{cm}$]
unmodifiziert	$8 \cdot 10^{-6}$	$3,0 \cdot 10^{14}$
6 % Acrylsäure	$9 \cdot 10^{-6}$	$2,0 \cdot 10^{14}$
6 % Acrylsäure, Na-Form	$1,8 \cdot 10^{-4}$	$2,8 \cdot 10^{10}$
6 % Acrylsäure, Ca-Form	$1,4 \cdot 10^{-5}$	$1,9 \cdot 10^{14}$

Beispiel 5

Polyesterfeinseide wurde teilweise mit folgenden Präparationen beaufschlagt:

- I Oxäthylierter Fettalkohol mit Emulgator und Weißöl
- II Oxäthylierter Fettalkohol mit Emulgator und Paraffinöl sowie Zusatz eines Phosphorsäureesters als Antistatikum

Die wegen der hohen elektrostatischen Aufladung nicht verarbeitbare Partie I zeigt in 10^{-5} n KCl-Lösung eine spezifische elektrische Leitfähigkeit von $1,1 \cdot 10^{-5} \Omega^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$, wenn in der Apparatur entsprechend Fig. 1 gemessen wurde.

Die nicht zur elektrostatischen Aufladung neigende Partie II zeigt dagegen bei Messungen unter den gleichen Bedingungen eine spezifische elektrische Leitfähigkeit von $1 \cdot 10^{-4} \Omega^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Bestimmung der Verarbeitbarkeit von Faserstoffen zu Garnen oder textilen Flächengebilden, gekennzeichnet durch die Verwendung eines an sich bekannten elektrokinetischen, insbesondere elektroosmotischen Meßverfahrens, derart, daß die erhaltenen Meßwerte des elektrokinetischen Potentials ein Maß für die Verarbeitbarkeit darstellen.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet durch die Verwendung der Messung des Zeta-Potentials, derart, daß mit steigendem Zeta-Potential in einer 10^{-4} n KCl-Lösung Reibung und Haftkraft ebenfalls zunehmen.
3. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet durch die Verwendung der Messung der spezifischen Oberflächenleitfähigkeit, derart, daß die spezifische Oberflächenleitfähigkeit mit dem elektrischen Widerstand der Faserstoffe bei 65 % relativer Luftfeuchte korreliert.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen

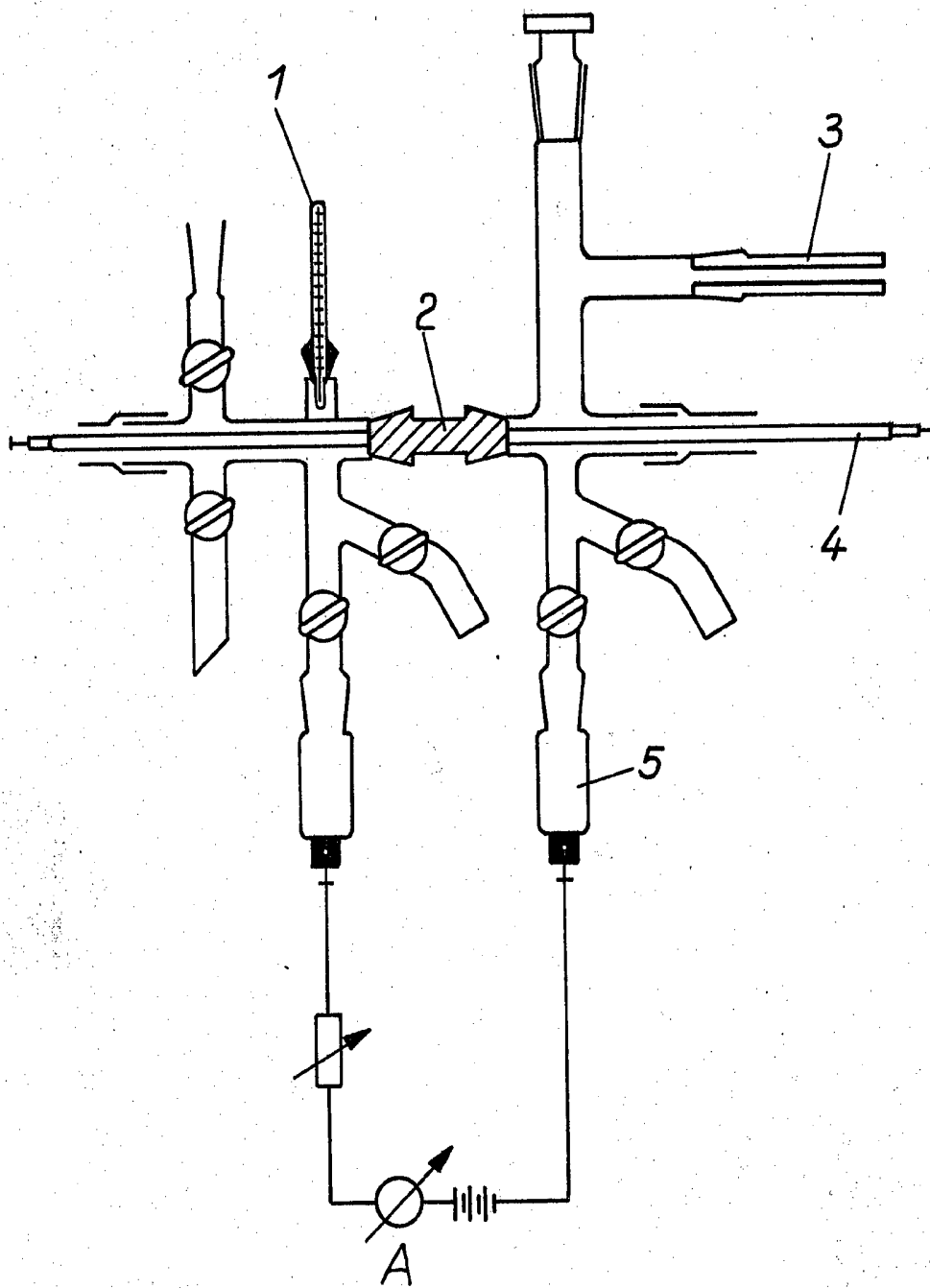


Fig. 1