ČESKOSLOVENSKÁ SOCIALISTICKÁ REPUBLIKA
(19)

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

242178
(11) (B1)

(51) Int. Cl.[4]
G 01 N 21/41
(G 01 N 21/41, 21/47, 21/49)

(22) Prihlásené 26 09 84
(21) (PV 7231-84)

(40) Zverejnené 22 08 85

(45) Vydané 15 09 87

(75)
Autor vynálezu ĎURČOVÁ OLGA ing. CSc., POPRAD; JAMBRICH MARTIN prof. ing. DrSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob hodnotenia morfologickej štruktúry polyesterových vláken

1

Riešenie sa týka spôsobu hodnotenia morfologickej štruktúry polyesterových vláken. Podstata riešenia je použitie imerznej kvapaliny pozostávajúcej zo zmesi izotaktického polystyrénu s molekulovou hmotnosťou od 100 000 do 600 000 a monochlórbenzénu v hmotnostnom pomere od 1 : 1 až 1 : 3 s výsledným indexom lomu svetla 1,5411 až 1,5574 na zväzok vláken a zaznamenanie rozptylového obrázku v H_v geometrii optického difraktografu s laserovým zdrojom svetla a/alebo polarizačnomikroskopického obrázku. Hodnotením polyesterových vláken podľa tohoto riešenia možno rýchlo rozlíšiť sferolitickú, lamelárnu alebo fibrilárnu vnútornú morfologickú štruktúru, a na základe tejto kontrolovať technologický proces prípravy predorientovaných vláken.

2

Vynález sa týka spôsobu hodnotenia morfologickej štruktúry polyesterových vláken, na základe čoho je možné regulovať proces ich prípravy tak, aby vzniklé vlákno malo optimálnu štruktúru vhodnú pre ďalšie technologické spracovanie.

Predorientované polyesterové vlákna sa vyrábajú rýchlostným postupom zvlákňovania pri navíjacích rýchlostiach v rozsahu 1500 až 6000 $m.min^{-1}$. Zvyšovaním navíjacích rýchlostí pri zvlákňovaní polyesterových vláken vzrastá axiálne pnutie vo vláknach, ktoré má za následok vzrast priemernej orientácie a čiastočnú kryštalizáciu. Z odbornej literatúry je známe, že kryštalizácia polyesterových vláken s dvojlomom $\Delta n \approx 20.10^{-3}$ sa riadi trojrozmerným rastovým mechanizmom, ktorý je typický pre sferolitickú morfologickú štruktúru. Zvyšovaním priemernej orientácie u polyesterových vláken na hodnotu dvojlomu $\Delta n \approx 28.10^{-3}$ nastáva výrazná zmena v rastovom mechanizme kryštalizácie.

Trojrozmerný sferolitický rast prechádza na dvojrozmerný. Po dosiahnutí priemernej orientácie charakterizovanej dvojlomom $\Delta n \approx 39.10^{-3}$ sa vyskytuje jednorozmerný rastový mechanizmus, ktorý je typický pre fibrilárnu morfologickú štruktúru vláken. Vyššie uvedené medzné úrovne dvojlomom charakterizovanej primernej orientácie polyesterových vláken závisia od použitého polyméru, zvlákňovacieho zariadenia a jemnosti vyrábaného vlákna. Z týchto príčin stanovené hodnoty dvojlomu jednoznačne neurčujú kvalitu vznikajúcej morfologickej štruktúry predorientovaného polyesterového vlákna. Z technologického hľadiska vzrast priemernej orientácie polyesterových vláken má priaznivý dopad na chod zvlákňovania.

Doterajšie postupy hodnotenia štruktúry predorientovaných polyesterových vláken zahŕňajú merania dvojlomu, rýchlosti zvuku, hustoty a kryštalinity. Tieto štruktúrne parametre vláken v závislosti od navíjacích rýchlostí majú stúpajúcu tendenciu, ale nie sú citlivé na kvalitatívne zmeny morfologickej štruktúry vláken. Súčasné postupy prípravy predorientovaných polyesterových vláken sa riadia na základe empirických poznatkov a nie sú vždy optimálne.

Podstata hodnotenia morfologickej štruktúry predorientovaných polyesterových vláken podľa tohoto vynálezu spočíva v tom, že zväzok vláken sa vloží do imerznej kvapaliny pozostávajúcej zo zmesi izotaktického polystyrénu s molekulovou hmotnosťou od 100 000 do 600 000 a monochlórbenzénu v hmotnostnom pomere od 1 : 1 do 1 : 3, s výsledným indexom lomu svetla 1,5411 až 1,5574, z ktorého sa pomocou laserového lúča zaznamená rozptylový obrázok v H_v geometrii optického difraktografu a/alebo pomocou polarizovaného svetla sa zaznamená polarizačnomikroskopický obrázok hodnoteného zväzku vláken.

Vlákna so sferolitickou morfologickou štruktúrou poskytujú štvorlístkový H_v rozptylový obrázok a zároveň v polarizovanom svetle možno v takomto vlákne pozorovať anizotropné oblasti so sférickou symetriou, ktoré svietia vo forme maltézských krížov. Vlákna s lamelárnou morfologickou štruktúrou poskytujú H_v rozptylový obrázok v podobe dvoch diskrétnych rozptylových reflexov, ktoré sa nachádzajú v smere paralélnom s osou meraného vlákna. Tomu odpovedajúce rozptyľujúce morfologické útvary sú orientované kolmo na os vláken, ako to potvrdzujú polarizačnomikroskopické pozorovania. U polyesterových vláken s fibrilárnou morfologickou štruktúrou sa nepozoruje žiaden mimocentrálny diskrétny rozptyl v H_v rozptylových obrázkoch. Podobne, v polarizovanom svetle sú takéto vlákna priesvitné a nesvietia.

Výhodou hodnotenia morfologickej štruktúry polyesterových vláken podľa tohto vynálezu je určenie konkrétneho typu rastúcich morfologických štruktúrnych útvarov. To následne dovoľuje kontrolovať a optimalizovať proces prípravy tak, aby výsledné vlákno malo požadovanú fibrilárnu morfologickú štruktúru, ktorá zabezpečuje vhodné fyzikálno-mechanické vlastnosti.

Príklad 1

Hodnotené polyesterové vlákno pripravené z granulátu polyetylentereftalátu $[\eta] = 68{,}23\ ml.g^{-1}$ o vlhkosti 0,01 % hmot., a 0,5 % kysličníku titaničitého, ktorý sa taví v extruderi s päťzónovým ohrevom pri teplotách 285 °C. Pre zvlákňovanie sa použila obvyklá hubica, cez ktorú sa pretláča tavenina polyméru a vytvorené vlákno sa navíja rýchlosťou 1500 $m.min^{-1}$. Pevnosť takto pripraveného vlákna je 1,3 $cN.dtex^{-1}$, ťažnosť 270 %, rýchlosť zvuku 1,48 $km.s^{-1}$, dvojlom $\Delta \approx = 11{,}26.10^{-3}$ a hustota 1342 $kg.m^{-3}$. Pri prechode laserového lúča v H_v usporiadaní optického difraktografu cez zväzok vláken, ktorý sa nachádza medzi mikroskopickými sklíčkami v imerznej kvapaline pripravenej zo zmesi 25 % hmot. polystyrénu s molekulovou hmotnosťou 285 000 a 75 % hmot. monochlórbenzénu s výsledným indexom lomu 1,5411 vzniká štvorlístkový H_v rozptylový obrázok. To svedčí o sferolitickej morfologickej štruktúre hodnoteného vlákna. Pri polarizačnomikroskopickom pozorovaní tohoto vlákna v pripravenej imerznej kvapaline možno vidieť anizotropné oblasti s kruhovou symetriou svietiace vo forme maltézskych krížov. Z výsledkov hodnotenia morfologickej štrukúry vlákna pomocou obidvoch použitých metód vyplýva, že za vyššie uvedených technologických podmienok zvláknené polyesterové vlákna majú sferolitickú štruktúru, ktorá nie je vhodná z hľadiska ďalšej technologickej spracovateľnosti ako aj z hľadiska fyzikálnomechanických vlastností.

Príklad 2

Hodnotí sa vlákno pripravené podľa postupu ako v príklade 1 so zvýšenou rýchlosťou navíjania, a to 3000 $m.min^{-1}$. Polyesterové vlákno navíjané pri tejto navíjacej rýchlosti má pevnosť 1,9 $cN.dtex^{-1}$, ťažnosť 128 %, rýchlosť zvuku 1,69 $km.s^{-1}$, dvojlom $\Delta n = 47{,}88.10^{-3}$ a hustotu 1342 $kg.m^{-3}$. Pri prechode laserového lúča v H_v usporiadaní optického difraktografu cez zväzok vláken, ktorý sa nachádza medzi mikroskopickými sklíčkami v imerznej kvapaline pripravenej zo zmesi 50 % hmot. polystyrénu s molekulovou hmotnosťou 579 000 a 50 % hmot. monochlórbenzénu s výsledným indexom lomu svetla 1,5574 vzniká H_v rozptylový obrázok s dvoma symetrickými reflexami orientovanými rovnobežne s osou vláken. Z polarizačnomikroskopického pozorovania toho istého preparátu vláken v pripravenej imerznej kvapaline možno identifikovať prítomnosť anizotropných oblastí vo forme vrstiev orientovaných kolmo na os vláken. Z uvedeného vyplýva, že morfologická štruktúra polyesterových vláken pripravených pri navíjacej rýchlosti 3000 $m.min^{-1}$ je lamelárna. Spracovateľnosť vláken s lamelárnou morfologickou štruktúrou je lepšia ako vláken so sferolitickou štruktúrou. Podobne, lepšie sú aj fyzikálno-mechanické vlastnosti polyesterových vláken ako v príklade 1.

Príkad 3

Polyesterové vlákna pripravené ako v príklade 1 ale pri rýchlosti navíjania 3500 $m.min^{-1}$. Pevnosť takto pripraveného vlákna je 2,3 $cN.dtex^{-1}$, ťažnosť 111 %, rýchlosť zvuku 1,88 $km.s^{-1}$, dvojlom $\Delta n = 60{,}12.10^{-3}$. Pri prechode laserového lúča v H_v usporiadaní optického difraktografu cez zväzok vláken, ktorý sa nachádza medzi mikroskopickými sklíčkami v imerznej kvapaline pripravenej zo zmesi 40 % hmot. polystyrénu s molekulovou hmotnosťou 347 000 a 60 % hmot. monochlórbenzénu s výsledným indexom lomu svetla 1,5508 sa v H_v rozptylovom obrázku nepozoruje žiaden mimocentrálny rozptyl svetla. Podobne, pri polarizačnomikroskopickom pozorovaní zväzku vláken v pripravenej imerznej kvapaline nemožno identifikovať prítomnosť sferolitických alebo lamelárnych morfologických útvarov, vlákna sú priesvitné a nesvietia. To nasvedčuje skutočnosti, že vlákna majú fibrilárnu morfologickú štruktúru, ktorá zabezpečuje dobrú technologickú spracovateľnosť ako aj vyhovujúce fyzikálno-mechanické vlastnosti.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob hodnotenia morfologickej štruktúry polyesterových vláken, vyznačený tým, že hodnotený zväzok vláken sa vloží do imerznej kvapaliny pozostávajúcej zo zmesi izotaktického polystyrénu s molekulovou hmotnosťou od 100 000 do 600 000 a monochórbenzénu v hmotnostnom pomere 1 : 1 až 1 : 3 s výsledným indexom lomu svetla 1,5411 až 1,5574, z ktorého sa pomocou laserového lúča zaznamená rozptylový obrázok v H_v geometrii optického difraktografu a/alebo pomocou polarizačného svetla sa zaznamená polarizačný mikroskopický obrázok hodnoteného zväzku vláken.