

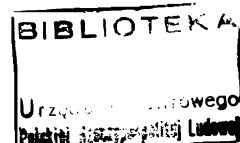
POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48891



Kl. 42 I, 13/03

MKP G 01 n 25/04

UKD

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 22.VI.1963 (P 101 952)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 19.XII.1964

Współtwórcy wynalazku: mgr Janina Majewska, mgr Scholastyka Urbanowicz

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

Sposób oznaczania temperatury mięknięcia włókien z poli-(alkoholu winylowego)

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania temperatury mięknięcia włókien z poli-(alkoholu winylowego) na mokro.

Otrzymywanie włókna z poli- (alkoholu winylowego) o odpowiedniej temperaturze mięknięcia jest jednym z najistotniejszych zagadnień w procesie technologicznym. Temperatura mięknięcia włókien zależy od ich struktury, a więc od warunków otrzymywania włókien. Temperaturę mięknięcia włókna z poli- (alkoholu winylowego) bada się w czasie jego termicznej i chemicznej obróbki.

Znane metody oznaczania temperatury mięknięcia włókien na sucho posiadają tę wadę, że wykazują punkt mięknięcia wyższy od rzeczywistego, ponieważ ogrzewanie próbki w czasie pomiaru powoduje dodatkową krystalizację włókna.

Znany jest ponadto sposób oznaczania temperatury mięknięcia włókien w wodzie w skali makro, który polega na ogrzewaniu włókien w naczyniu z wodą i obserwowaniu temperatury, w której zachodzą zmiany w włóknach. Taśmę włókien długości około 10 cm umieszczano w naczyniu zawierającym około 200 — 250 g wody i ogrzewano, obserwując jednocześnie zachodzące we włóknach zmiany.

Podstawowym warunkiem otrzymania jak najbardziej prawdziwych danych o temperaturze mięknięcia włókien, było zachowanie tych samych parametrów dla całego szeregu badań. Parametra-

2

mi tymi były: ilość wody i badanego włókna, równy wzrost temperatury, to samo źródło ciepła itp.

Dla włókien o temperaturze mięknięcia w granicach 80°C do 100°C należało ogrzewać wodę od 80°C do temperatury bliskiej wrzeniu, w zależności od właściwości włókien. Podgrzewanie wody wraz z włóknem przeprowadzało się bardzo powoli w czasie około jednej godziny, podwyższając stopniowo temperaturę o około 1°C/1 minutę, by nie przeoczyć momentu mięknięcia włókien. Moment ten obserwowało się gołym okiem i polegał on na zauważeniu zmiany w długości rozluźnionej w wodzie taśmy, względnie na obserwacji organoleptycznej, polegającej na stwierdzeniu za pomocą dotyku palcami zjawiska „sklejania się włókna”.

Trudność w dokładnym oznaczeniu temperatury mięknięcia włókna polegała przede wszystkim na zaobserwowaniu jego skurczu z równoczesnym dokładnym stwierdzeniem, w jakiej odbywał się on temperaturze. Niewidoczne dla oka kurczenie się włókna, było dla niego momentem krytycznym. Dalsze podwyższenie temperatury o kilka stopni dawało dopiero skutki możliwe do zaobserwowania nieuzbrojonym okiem, jednak chwila ta następowała już po przekroczeniu momentu krytycznego.

Większość jednak włókien charakteryzuje się rzeczywistą temperaturą mięknięcia w granicach 110° — 120°C i dla nich nie można było w sposób dokładny określić żądanej temperatury. Badania

tego rodzaju włókien przeprowadzało się podobnie jak dla włókien o temperaturze mięknięcia do 100°C, to znaczy w otwartym naczyniu z wodą. W takich warunkach było niemożliwością doprowadzić wodę do temperatury powyżej 100°C, a zachodzenie zmian we włóknie można było zaobserwować dopiero po bardzo długim czasie ich podgrzewania, wynoszącym kilka godzin. Można było wtedy jedynie stwierdzić, jako wynik badania, że przykładowo temperatura mięknięcia wynosiła 98°C przy czasie ogrzewania wynoszącym 3 godziny, co oznaczało, że właściwa temperatura mięknięcia wynosiła na pewno powyżej 100°C z dokładnością do 20°C.

Z tych względów ten niedoskonały dla wymogów technologii sposób należało zarzucić, zastępując go prostym, szybkim i bardzo dokładnym sposobem oznaczania temperatury mięknięcia włókien z poli-(alkoholu winylowego) na mokro, polegającym na stopniowym ogrzewaniu włókna w zatopionej kapilarze napełnionej wodą i obserwowaniu momentu mięknięcia włókna, polegającego na zauważeniu charakterystycznych drgań włókna i zaobserwowaniu temperatury, w której te drgania zachodzą. Badane włókna z poli-(alkoholu winylowego) długości kilku mm umieszcza się w kapilarze, wykonanej z łatwo topliwego szkła, o średnicy wewnętrznej od 2 mm do 3 mm i długości od 30 mm do 40 mm.

Kapilarę napełnia się wodą do $\frac{3}{4}$ jej pojemności. Po zatopieniu końca kapilary, umieszcza się ją w podgrzewanej płytce, na przykład w znanym powszechnie aparacie Boëtius'a typu M lub w innym podobnym aparacie, w którym istnieje możliwość regulowania dowolnego wzrostu temperatury.

Aparat, wraz ze znajdującą się w nim kapilarą, umieszcza się pod szkłem powiększającym, na przykład pod mikroskopem. Po włączeniu ogrzewania i nagrzaniu kapilary, wytwarza się w niej w sposób samoistny podwyższone ciśnienie. Jednocześnie uzyskuje się wewnątrz kapilary temperaturę wyższą od 100°C bez wywołania wrzenia wody. W czasie dokonywania obserwacji, w chwili

dojścia do momentu krytycznego dla włókna, dają się zauważyć charakterystyczne ostre i wyraźne drgania włókna zachodzące przy jednoczesnym jego kurczeniu się, a niewidoczne gołym okiem. Odczytana w tym momencie z dokładnością do 0,1°C temperatura, jest temperaturą mięknięcia włókna.

Aparat, w którym umieszczona jest kapilara, podgrzewa się za pomocą mikropalnika lub elektrycznie, regulując temperaturę podgrzewania za pomocą opornicy suwakowej.

Obserwacja może być przeprowadzona przy pomocy lupy, albo przy pomocy mikroskopu.

Aparat do oznaczania temperatury mięknięcia włókien z poli-(alkoholu winylowego) może posiadać kilka otworów na kapilary, co umożliwia jednoczesne wykonanie kilku pomiarów.

Sposób oznaczania temperatury mięknięcia włókien z poli-(alkoholu winylowego) według wynalazku, pozwala na bardzo dokładne określenie poszukiwanej temperatury, która w zależności od wyskalowania użytego do niniejszego sposobu termometru, można oznaczać z dokładnością do około 0,1°C. Stopniowe ogrzewanie niewielkiej masy wody rzędu 0,2 g, znajdującej się w kapilarze łącznie z napełnieniem i zatopieniem jej, trwa zaledwie kilka minut, co bardzo przyspiesza wykonanie pomiaru i przeprowadzenie badania.

Sposób oznaczania temperatury mięknięcia włókien z poli-(alkoholu winylowego) według wynalazku może być również stosowany do oznaczania temperatury mięknięcia innych włókien syntetycznych o niepełnej strukturze krystalicznej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oznaczania temperatury mięknięcia włókien z poli-(alkoholu winylowego) na mokro, **znamienny tym**, że oznaczanie prowadzi się w zatopionej, kapilarze szklanej napełnionej do $\frac{3}{4}$ pojemności wodą, w środowisku której umieszczone jest badane włókno, którą to kapilarę włożoną w płytkę grzejną podgrzewa się, przy czym obserwacji zmian zachodzącym we włóknie dokonuje się przy pomocy szkła powiększającego.

