



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

258223

(11) (B1)

(22) Prihlášené 19 06 86
(21) PV 4534-86.H

(40) Zverejnené 12 11 87

(45) Vydané 14 04 89

(51) Int. Cl.⁴

D 01 F 1/10
D 01 F 6/06

(75)
Autor vynálezu

MICHLÍK PETER ing., POPRAD, KNOTEK ĽUBOMÍR ing. CSC., SVIT,
KARNÍŠ JOZEF ing. CSC., POPRAD, JAMBRICH MARTIN ing. DrSc., BRATISLAVA

(54) Kompozitné vlákno na báze izotaktického polypropylénu a spôsob jeho výroby

Ťelom riešenia je kompozitné vlákno na báze izotaktického polypropylénu s regulovateľnou hustotou, s časticami vápenca uloženými v dutinách pretiahnutých v axiálnom smere vlákna, s pórmi a trhlinami v povrchu vlákna a spôsob jeho výroby. Vlákno je vhodné ako prísada do silikátových stavebných hmôt a do papiera, do filtračných a separačných olejofilných vrstiev, do textilií pre tepelnú a zvukovú izoláciu, do výrobkov s ohmatom prírodných a živočíšnych vlákien. Uvedeného účelu sa dosiahne zvláknovaním zmesi izotaktického polypropylénu a vápenca pri definovaných reologických podmienkach daných vzťahom:

$$\ln (\eta / b_g) = \sum_{i=1}^3 b_i \cdot (\ln / b_g \cdot D)^{i-1},$$

kde η je zdánlivá viskozita v Pa.s, $b_g = \exp(b_6 \cdot c) \cdot \exp(b_4 + b_5/T)$, pričom $b_1 = -0,37244$, $b_3 = -0,041112$, $b_4 = -18,212$, $b_5 = 6254$, $b_6 = 1,2900$, D je nekorigovaná šmyková rýchlosť v s^{-1} , T je teplota zvláknovania v $^{\circ}K$ a c je hmotnostný zlomok vápenca, a dĺžnim vlákna pri definovaných technologických podmienkach podľa vzťahu:

$$\rho = a_1 + a_2 \cdot c + a_3 \cdot c^2 + \lambda \cdot (a_4 \cdot c + a_5 \cdot t + a_6 \cdot c \cdot t),$$

kde c je hmotnostný zlomok vápenca v nedĺženom vlákne, λ je celkový dĺžiaci pomer, t je teplota dĺženia v $^{\circ}C$, $a_1 = 893,3$, $a_2 = 638,6$, $a_3 = 843,8$, $a_4 = -167,4$, $a_5 = 0,0230$, $a_6 = 0,2974$ a ρ je regulovateľná hustota v $kg \cdot m^{-3}$ v rozsahu od 893,9 do 1 114,4 $kg \cdot m^{-3}$. Hmotnostný zlomok vápenca c je v rozsahu od 0,001 do 0,300.

Predmetom vynálezu je kompozitné vlákno na báze izotaktického polypropylénu s regulovateľnou hustotou pre použitie najmä ako prísady do papierenských zmesí, silikátových stavebných výrobkov, textilných materiálov najmä pre technické aplikácie a spôsob jeho výroby.

Sú známe polypropylenové vlákna duté, pórovité, porézne, plnené.

Duté polypropylenové vlákna obsahujú jednu alebo viac nepretržitých dutín v axiálnom smere vlákna, ako je to uvedené napr. v Pat. JP 66 113/82. Nie sú známe vlákna tohto typu, ktoré by mali v týchto dutinách uložené anorganické častice.

Pórovité polypropylenové vlákna obsahujú póry orientované v radiálnom smere vlákna a súčasne kryštalickej anorganickej zlúčeniny sa rieši zlepšenie farbiteľnosti takýchto vlákien, ako to uvádza Pat. JP 105 912/75.

Špeciálnym typom je kombinácia dutého a mikro porézneho vlákna podľa napr. Pat. JP 52 123/81, ktoré sa používa napr. na delenie plynov a kvapalín.

Známe sú polypropylenové vlákna matované a plnené anorganickými látkami.

Nie sú však známe kompozitné polypropylenové vlákna s regulovateľnou hustotou, u ktorých sa kombináciou prídavku vápenca a technologickými podmienkami výroby vlákna reguluje jeho hustota a nie je známy ani postup ich výroby.

Podstatou riešenia podľa tohto vynálezu je kompozitné vlákno na báze izotaktického polypropylénu s regulovateľnou hustotou a spôsob jeho výroby. Regulácia hustoty kompozitného vlákna sa dosahuje kombináciou prídavku vápenca, ktorého veľkosť častíc je pod 10 mikrometrov, vytvárania dutín pretiahnutých v axiálnom smere vlákna v okolí častíc vápenca a pórmi a trhlinami na povrchu vlákna, ako dôsledku definovaného spôsobu výroby kompozitného vlákna s regulovateľnou hustotou podľa tohto vynálezu. Hustota kompozitného vlákna ρ v kg.m^{-3} je regulovateľná a vyhovuje vzťahu:

$$\rho = a_1 + a_2 \cdot c + a_3 \cdot c^2 + \lambda \cdot (a_4 \cdot c + a_5 \cdot t + a_6 \cdot c \cdot t) \quad (\text{I}),$$

s odchýlkou od experimentálne stanovenej hustoty max. 2 %, kde c je hmotnostný zlomok vápenca v nedíženom vlákne, λ je celkový dĺžiaci pomer, t je teplota dĺženia v $^{\circ}\text{C}$, $a_1 = 893,3$, $a_2 = 638,6$, $a_3 = 843,8$, $a_4 = -167,4$, $a_5 = 0,0230$, $a_6 = 0,2974$ a ρ dosahuje hodnoty v rozsahu od $893,9 \text{ kg.m}^{-3}$ do $1114,4 \text{ kg.m}^{-3}$. Hmotnostný zlomok vápenca v nedíženom vlákne je od 0,001 do 0,300. Podstata spôsobu výroby kompozitného vlákna na báze izotaktického polypropylénu s regulovateľnou hustotou spočíva v tom, že zmes izotaktického polypropylénu a vápenca v príslušnom hmotnostnom pomere sa zvlákňuje na nedížené vlákno pri definovaných reologických pomeroch, vyhovujúcich vzťahu:

$$\ln(\eta/b_g) = \sum_{i=1}^3 b_i \cdot (\ln/b_g \cdot D)^{i-1} \quad (\text{II}).$$

s odchýlkou od experimentálne stanovených hodnôt max. 13 %, kde η je zdánlivá viskozita v Pa.s, $b_g = \exp(b_6 \cdot c) \cdot \exp(b_4 + b_5/T)$, pričom $b_1 = 10,604$, $b_2 = -0,37244$, $b_3 = -0,041112$, $b_4 = -18,212$, $b_5 = 6254$, $b_6 = 1,2900$, D je nekorigovaná šmyková rýchlosť pri zvlákňovaní v s^{-1} , T je teplota zvlákňovania v $^{\circ}\text{K}$ a nedížené vlákno sa dĺži pri teplote a na celkový dĺžiaci pomer podľa požadovanej hustoty vlákna podľa vzťahu rovnice I.

Vynález rieši nový typ vlákna na báze izotaktického polypropylénu kompozitného charakteru s regulovateľnou hustotou a spôsob jeho výroby. Tento typ vlákna umožňuje rozšírenie aplikačných možností vlákien na báze polypropylénu najmä v oblastiach technických aplikácií.

Kompozitné vlákno na báze izotaktického polypropylénu podľa tohto vynálezu sa vyznačuje viacnásobným technickým účinkom. Môže sa použiť v aplikačných oblastiach, kde sa vyžaduje

zvýšená alebo určitá hustota vlákna na báze polypropylénu, napr. pri aplikácii do papiera mokrou cestou. Môže sa uplatniť v oblastiach, kde sa vyžaduje zväčšený povrch vlákna, póry a trhliny v povrchu vlákna, napr. v kompozitoch so silikátovou matricou, filtračných a separačných materiáloch pre látky olejevitého charakteru. Povrchové charakteristiky a dutiny v hmote vlákna umožňujú difúziu plynov a kvapalín do podpovrchových dutín vlákna, spojených s povrchom pórmi a trhlínami, ako i interakciu difundujúcich látok s časticami vápenca, ktoré sú uložené v týchto dutinách.

Kompozitné polypropylénové vlákno s regulovateľnou hustotou podľa tohto vynálezu je tvorené matricou z izotaktického polypropylénu, v ktorej sú rozdispergované častice vápenca, ktorých veľkosť nepresahuje 10 mikrometrov, pri hmotnostnom zlomku vápenca od 0,001 do 0,300. Častice vápenca sú uložené v dutinách rozvolnenej fibrilárnej štruktúry vlákna, ktoré sú pretiahnuté v axiálnom smere vlákna. Na povrchu vlákna sú póry a trhliny.

Rozsah pretiahnutia dutín v axiálnom smere vlákna, ako i veľkosť a početnosť pórov a trhlín v povrchu vlákna, je regulovateľná spôsobom výroby podľa tohto vynálezu, najmä podmienkami procesu dĺženia. Zvyšujúci sa dĺžiaci pomer vyvoláva zvýšenie pretiahnutia dutín v axiálnom smere vlákna, zvýšenú početnosť pórov a trhlín v povrchu vlákna. Početnosť dutín vo vlákne a pórov a trhlín na jeho povrchu je možné ovplyvňovať koncentráciou pridaného vápenca do hmoty vlákna.

Znižujúca sa teplota dĺženia napomáha tvorbe dutín v hmote vlákna a pórov a trhlín v jeho povrchu. Kombináciou uvedených základných parametrov prípravy vlákna, pri dodržaní definovaných reologických pomeroch v procese prípravy nedĺženého vlákna, je možné regulovať hustotu kompozitného polypropylénového vlákna, jeho vnútornú štruktúru a povrchovú charakteristiku.

Kompozitné polypropylénové vlákno podľa tohto vynálezu je možné použiť ako prísadu do silikátových stavebných hmôt, papiera, zvukovo a tepelne izolačných vrstiev, filtračných a separačných olejofilných vrstiev, textilných výrobkov s ohmatom prírodných alebo živočíšnych vlákien.

Vzťahy I. a II. boli určené metódou nelineárnej regresie počítačovým spracovaním 80 experimentálnych výsledkov pre vzťah I. a 149 experimentálnych výsledkov pre vzťah II.

P r í k l a d 1

Východiskovou požiadavkou bolo modifikované polypropylenové vlákno so zvýšeným povrchom a hustotou na úrovni klasických polypropylenových vlákien pre aplikáciu do vláknových zásobníkov písacích tekutín.

Vlákno bolo pripravené zo zmesi izotaktického polypropylénu a mikromletého vápenca s priemernou veľkosťou častíc 2,8 mikrometra, hustotou $2\,620\text{ kg.m}^{-3}$ a hmotnostným zlomkom častíc veľkosti pod 10 mikrometrov 0,96, ktorá sa zvlákňovala pri teplote $230\text{ }^{\circ}\text{C}$ a nekorigovanej šmykovej rýchlosti 172 s^{-1} . Hmotnostný zlomok vápenca bol 0,01. Stanovená zdanlivá viskozita zmesi bola 158 Pa.s a zdanlivá viskozita podľa vzťahu II. bola 156 Pa.s. Bola zvolená hustota kompozitného vlákna $896,5\text{ kg.m}^{-3}$, čomu podľa vzťahu I. zodpovedá pri teplote dĺženia $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ dĺžiaci pomer 1:3,25.

Pri uvedených technologických podmienkach sa získalo vlákno jednotkovej dĺžkovej hmotnosti 4,4 dtex, relatívnej pevnosti do pretrhu $3,7\text{ cN.dtex}^{-1}$, ťažnosti 46 %, ktoré malo častice vápenca uložené v dutinách, pretiahnutých v axiálnom smere vlákna, s pórmi a trhlínami v povrchu vlákna a ktorého experimentálne stanovená hustota bola $896,9\text{ kg.m}^{-3}$. Uplatnením tohto vlákna vo vláknových zásobníkoch písacích tekutín došlo, v porovnaní s nemoifikovaným polypropylénovým vláknom pripraveným za rovnakých technologických podmienok, k zvýšeniu afinity písacích tekutín k povrchu vlákna o 101 %.

To isté nedížené vlákno sa dížilo na džíaci pomer 1:1,5 pri teplote dženia 120 °C, získalo sa vlákno jednotkovej džíkovej hmotnosti 9,4 dtex, relatívnej pevnosti do pretrhu 1,8 cN.dtex⁻¹, ťažnosti 231 %, ktoré malo častice vápenca uložené v dutinách, pretiahnutých v axiálnom smere vlákna, s pórami a trhlinami v povrchu vlákna a ktorého experimentálne stanovená hustota bola 902,0 kg.m⁻³. Hustota podľa vzťahu I. je 902 kg.m⁻³.

P r í k l a d 2

Východiskovou požiadavkou bolo modifikované polypropylénové vlákno so zvýšenou členitosťou povrchu a hustotou vyššou ako u klasických polypropylénových vlákien, pre aplikáciu do filtračného papiera.

Vlákno bolo pripravené zo zmesi izotaktického polypropylénu a mikromletého vápenca s rovnakou charakteristikou ako v príklade 1., zvlákňovaním za rovnakých podmienok ako v príklade 1., až na hmotnostný zlomok vápenca, ktorý bol 0,10. Stanovená zdanlivá viskozita zmesi bola 174 Pa.s a zdanlivá viskozita podľa vzťahu II. bola 169 Pa.s. Bola zvolená hustota kompozitného vlákna 932 kg.m⁻³, čomu podľa vzťahu I. zodpovedá pri teplote dženia 120 °C džíaci pomer 1:3,25.

Pri uvedených technologických podmienkach sa získalo vlákno jednotkovej džíkovej hmotnosti 5,2 dtex, relatívnej pevnosti do pretrhu 3,1 cN.dtex⁻¹, ťažnosti 32 %, ktoré malo častice vápenca uložené v dutinách, pretiahnutých v axiálnom smere vlákna, s pórami a trhlinami v povrchu vlákna a ktorého experimentálne stanovená hustota bola 939,0 kg.m⁻³. Uvedené kompozitné vlákno bolo bez problémov aplikované na konci mlecieho procesu do holandru pri príprave filtračného papiera a mierne zvýšilo pevnosť a priepustnosť vzduchu papiera. Súčasne má kompozitné vlákno ohmat prírodných a živočíšnych vlákien.

To isté nedížené vlákno sa dížilo pri teplote dženia 120 °C na džíaci pomer 1:2,0. Získalo sa vlákno jednotkovej džíkovej hmotnosti 7,3 dtex, relatívnej pevnosti do pretrhu 1,9 cN.dtex⁻¹, ťažnosti 102 %, ktoré malo častice vápenca uložené v dutinách, pretiahnutých v axiálnom smere vlákna, s pórami a trhlinami v povrchu vlákna a ktorého experimentálne stanovená hustota bola 950,0 kg.m⁻³. Hustota podľa vzťahu I. je 944,8 kg.m⁻³.

P r í k l a d 3

Východiskovou požiadavkou bolo modifikované polypropylénové vlákno s čo najväčším podielom dutín vo vlákne a pórov a trhlín v povrchu vlákna, pri koncentrácii mikromletého vápenca 15 % hmotnostných, pre použitie do zvukovo a tepelne izolačných vláknitých vrstiev.

Vlákno bolo pripravené zo zmesi izotaktického polypropylénu a mikromletého vápenca s rovnakou charakteristikou ako v príklade 1., ktorá sa zvlákňovala pri teplote 270 °C a nekorigovanej šmykovej rýchlosti 115 s⁻¹. Hmotnostný zlomok vápenca bol 0,15. Stanovená zdanlivá viskozita zmesi bola 96 Pa.s a zdanlivá viskozita podľa vzťahu II. je 102 Pa.s. Bola zvolená teplota dženia 100 °C a džíaci pomer 1:3,1, čomu podľa vzťahu I. zodpovedá hustota 951,2 kg.m⁻³.

Pri týchto technologických podmienkach sa získalo vlákno jednotkovej džíkovej hmotnosti 23,2 dtex, relatívnej pevnosti do pretrhu 2,0 cN.dtex⁻¹, ťažnosti 143 %, ktoré malo častice vápenca uložené v dutinách, pretiahnutých v axiálnom smere vlákna, s pórami a trhlinami v povrchu vlákna a ktorého experimentálne stanovená hustota bola 942,4 kg.m⁻³.

To isté nedížené vlákno sa dížilo pri teplote dženia 100 °C na džíaci pomer 1:5,0. Získalo sa vlákno jednotkovej džíkovej hmotnosti 15,8 dtex, relatívnej pevnosti 3,1 cN.dtex⁻¹, ťažnosti 24 %, ktoré malo častice vápenca uložené v dutinách, pretiahnutých v axiálnom smere vlákna, s pórami a trhlinami v povrchu vlákna a ktorého experimentálne stanovená hustota bola 913,5 kg.m⁻³. Hustota podľa vzťahu I. je 916,2 kg.m⁻³.

Vrstvené izolačné textilie s podielom kompozitných polypropylénových vlákien sa vyznačujú, v porovnaní s izolačnými textíliami rovnakej konštrukcie a technológie prípravy z klasických polypropylénových vlákien, zvýšenou schopnosťou zvukovej pohltivosti v rozsahu frekvencie zvuku 100 až 4 000 Hz.

P r í k l a d 4

V tomto príklade sú uvedené možnosti zvýšenia hustoty polypropylénových vlákien prídavkom mikromletého vápenca v hmotnostnom zlomku 0,30.

Zmes izotaktického polypropylénu vápenca, s rovnakou charakteristikou ako v príklade 1., sa zvlákňovala za rovnakých podmienok ako v príklade 1., až na hmotnostný zlomok vápenca, ktorý bol 0,30. Stanovená zdanlivá viskozita zmesi bola 193 Pa.s a zdanlivá viskozita podľa vzťahu II. je 200 Pa.s. Regulovateľnosť hustoty je dokumentovaná v nasledujúcej tabuľke:

t °C	Dížiaci pomer	Hustota, kg.m ⁻³	
		experim. stanovená	podľa vzťahu I.
25	2,0	1 068,6	1 066,0
25	2,5	1 049,0	1 042,3
25	3,25	996,0	1 006,7
120	2,0	1 084,7	1 087,3
120	2,5	1 060,0	1 068,9
120	3,25	1 048,5	1 041,4

Získali sa vlákna, ktoré mali častice vápenca uložené v dutinách, pretiahnutých v axiálnom smere vlákna, s pórmi a trhlinami v povrchu vlákna, ktoré sú vhodné na zachytávanie olejovitých látok.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Kompozitné vlákno na báze izotaktického polypropylénu vyznačené tým, že je tvorené maticou z izotaktického polypropylénu v hmotnostnom zlomku od 0,700 do 0,999, časticami vápenca v hmotnostnom zlomku od 0,001 do 0,300, veľkosti do 10 mikrometrov, uloženými v dutinách pretiahnutých v axiálnom smere vlákna a pórmi a trhlinami v povrchu vlákna, pričom hustota ρ vlákna v kg.m⁻³ je regulovateľná podľa vzťahu:

$$\rho = a_1 + a_2 \cdot c + a_3 \cdot c^2 + \lambda \cdot (a_4 \cdot c + a_5 \cdot t + a_6 \cdot c \cdot t) \quad (\text{I.})$$

v ktorom c je hmotnostný zlomok vápenca v nedíženom vlákne, λ je celkový dížiaci pomer, t je teplota díženia v °C, $a_1 = 893,3$, $a_2 = 638,6$, $a_3 = 843,8$, $a_4 = -167,4$, $a_5 = 0,0230$, $a_6 = 0,2974$ a ρ dosahuje hodnoty v rozsahu od 893,9 kg.m⁻³ do 1 114,4 kg.m⁻³.

2. Spôsob výroby kompozitného vlákna podľa bodu 1, vyznačený tým, že zmes izotaktického polypropylénu a vápenca sa zvlákňuje pri zdanlivej viskozite η v Pa.s podľa vzťahu:

$$\ln(\eta/b_g) = \sum_{i=1}^3 b_i \cdot (\ln/b_g \cdot D)^{i-1} \quad (\text{II.})$$

v ktorom $b_g = \exp(b_6 \cdot c) \cdot \exp(b_4 + b_5/T)$, pričom $b_1 = 10,604$, $b_2 = -0,37244$, $b_3 = 0,041112$, $b_4 = 18,212$, $b_5 = 6 254$, $b_6 = 1,2900$, D je nekorigovaná šmyková rýchlosť pri zvlákňovaní v s⁻¹, T je teplota zvlákňovania v °K a získané nedížené vlákno sa dĺži pri teplote t na celkový dížiaci pomer λ v závislosti od požadovanej hustoty kompozitného vlákna podľa rovnice I.

