



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

263672

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>

D 01 F 6/66,

D 01 D 5/24

(22) Přihlášeno 27 12 86

(21) PV 9949-86.J

(40) Zveřejněno 16 09 88

(45) Vydáno 14 08 89

(75)

Autor vynálezu

PECHOČOVÁ MARIE ing. CSc., PECHOČ VLADIMÍR ing. CSc.,  
MRAVČÁK STANISLAV ing., SVIT, RUFUS JÁN, POPRAD,  
ŠTEFANIČÁKOVÁ ALENA ing., SVIT

(54) Dutá polyfenylenoxidová vlákna a způsob jejich přípravy

Dutá polyfenylenoxidová vlákna na bázi nativního nebo modifikovaného polyfenylenoxidu, vhodná na separační účely. Vlákná mají porézní stěny s vnějším průměrem 0,08 až 2 mm a s tloušťkou stěny 0,02 až 0,5 mm a jsou vhodná na mikrofiltraci, ultrafiltraci, dialýzu, reverzní osmózu a další separační procesy. Vlákná se připravují z roztoku polyfenylenoxidu ve směsi dobrého a špatného rozpouštědla, který se protlačuje mezikružím trysky a zvláknuje suchomokrým způsobem průchodem vrstvou vzduchu do vnější koagulační lázně, přičemž se do středu vlákna přivádí vnitřní koagulační lázeň.

Dutá polyfenylenoxidová vlákna na separační účely na bázi nativního nebo modifikovaného polyfenylenoxidu a způsob jejich přípravy.

Polyfenylenoxid - poly(2,6-dimetyl-1,4-fenylenoxid) - je známý polymer používaný jako konstrukční materiál v elektrotechnice, na přípravu speciálních nástrojů, např. chirurgických apod., ale i na přípravu plochých membrán, využívaných na separační procesy. Polymer má vynikající stálost v kyselinách i zásadách, vysokou tepelnou odolnost a výborné mechanické vlastnosti.

Znamé postupy přípravy plochých membrán z nativního i modifikovaného polyfenylenoxidu není možné použít pro přípravu dutých vláken z těchto materiálů.

Předmětem vynálezu jsou dutá vlákna z nativního nebo modifikovaného polyfenylenoxidu ve formě trubiček vnějšího průměru 0,08 až 2 mm s tloušťkou stěny 0,02 až 0,5 mm s pórovitými stěnami s asymetrickou strukturou, tj. s tenkou vrstvou tloušťky od 0,01 mm s velikostí pórů od 1 nm do 100 nm a silnou podpurnou vrstvou s velikostí pórů délky až 0,1 mm, s porézními přepážkami. Tato silná vrstva s velkými póry zajišťuje mechanickou pevnost vlákna bez nutnosti další speciální podpory.

Polyfenylenoxid nebo modifikovaný polyfenylenoxid s molekulovou hmotností  $\bar{M}_w = 74\ 000$  až  $350\ 000$  se rozpustí ve směsi dobrého a špatného rozpouštědla při teplotě 20 až 50 °C. Při přípravě roztoku se může použít též směs dobrých nebo špatných rozpouštědel. Zvláknovací roztok se skládá z polyfenylenoxidu nebo modifikovaného polyfenylenoxidu v množství 5 až 20 hmot. %, dobrého rozpouštědla v množství 55 až 90 hmot. % a špatného rozpouštědla v množství do 25 hmot. %.

Dobrá rozpouštědla jsou ta, která rozpouštějí více než 7,5 hmot. % polymeru, špatná ta, která ho rozpouštějí méně. Jako dobrá rozpouštědla se používají chlorované uhlovodíky nebo toluen. Špatná rozpouštědla jsou např. alifatické alkoholy.

Připravený roztok se filtruje a při teplotě 20 až 50 °C se protlačí tryskou s kruhovým mezikružím s vnějším průměrem 0,12 až 3,0 mm a s tloušťkou mezikruží 10 až 35 % vnějšího průměru. Do středu trysky se přivádí vnitřní koagulační činidlo - metanol, etanol nebo jiné alifatické alkoholy. Vlákně před vstupem do vnější koagulační lázně prochází vzduchem, kde se částečně odpaří rozpouštědlo. Délka dráhy ve vzduchu se pohybuje od 2 do 120 cm. Vnější strana vlákna je koagulována stykem s alifatickým alkoholem, přednostně metanolem nebo etanolem při 20 °C.

Po průchodu koagulační lázni je vlákně buď navíjeno na vzduchu a pak zušlechťováno, nebo je zařazeno zušlechťování po průchodu koagulační lázni jako druhá lázeň. Při zušlechťování ve druhé lázni se používá etanol s glycerinem s koncentrací glycerinu do 25 hmot. %. Zušlechťování po předchozím navíjení se provádí ve vodní lázni se 40 hmot. % glycerinu.

Odtahová rychlost se pohybuje od 2 do 50 m/min. Délka koagulační dráhy je 50 až 400 cm, zušlechťovací lázně 200 až 400 cm. Vlákně se navíjí do přáden navíjáku.

Podrobněji je postup popsán v následujících příkladech.

#### Příklad 1

Polyfenylenoxid s mol. hmotností  $\bar{M}_x = 74\ 000$  se rozpustí ve směsi chloroformu a oktanolu na roztok o složení 19 hmot. % polyfenylenoxidu, 66 hmot. % chloroformu a 15 hmot. % oktanolu. Po filtraci se zvláknuje tryskou s kruhovým mezikružím s vnějším průměrem 1 mm a tloušťkou mezikruží 0,25 mm. Zvláknovací roztok se dává tlakem 170 kPa. Vnější a vnitřní koagulační činidlo je metanol. Zvláknuje se při 20 °C. Dráha ve vzduchu je 1 cm, odtahová rychlost 30 m/min, délka koagulační lázně je 200 cm. Zušlechťování se provádí po navíjení ve 40 hmot. %

vodní glycerinové lázni. Připravené vlákno má délkovou hmotnost 45 g/km a velikost pórů na úrovni metylenové modři.

#### P ř í k l a d 2

52 g polyfenylenoxidu s mol. hmotností  $\bar{M}_w = 250\,000$  se rozpustí v 95 ml chloroformu, 95 ml trichloretylenu a 55 ml isopropanolu. Po filtraci se při 30 °C protlačuje kruhovým mezikružím s vnějším průměrem 1,8 mm a vnitřním 0,5 mm. Evaporační dráha je 22 cm. Vnitřní i vnější koagulační činidlo je etanol. Dráha koagulace je 200 cm, zušlechťování v etanolu s přídavkem 20 hmot. % glycerinu na dráze 400 cm. Dávkování zvláknovacího roztoku je 3,3 g/min na sušinu polyfenylenoxidu. Dávkování vnitřního činidla je 9 ml/min. Odtahová rychlost 16 m/min. Připravené vlákno má délkovou hmotnost 90 g/km. Průtok vody při rozdílu tlaků 100 kPa je 0,075 ml/cm<sup>2</sup>.min.

#### P ř í k l a d 3

Roztok o koncentraci 15 hmot. % sulfonovaného polyfenylenoxidu s molekulovou hmotností  $\bar{M}_w = 200\,000$  s obsahem síry 1 %, 71 hmot. % chloroformu a 14 hmot. % n-butanolu se po filtraci zvláknuje při 25 °C otvorem mezikružím s vnějším průměrem 1,4 mm a vnitřním 0,5 mm. Dráha evaporace je 8 cm. Zvláknovací roztok se dávkuje tlakem 160 kPa. dávkování vnitřního koagulačního činidla, kterým je metanol, je 6 ml/min. Vnější koagulační činidlo je etanol, koagulační dráha je 300 cm. Po pěti minutách navíjení ve vzduchu je vlákno 5 minut dokoagulováno v etanolu a zušlechtěno ve 35 hmot. % vodném roztoku glycerinu. Odtahová rychlost je 25 m/min. Připravené vlákno má vnější průměr 850 μm a tloušťku stěny 15 μm; průtok vody při rozdílu tlaků 100 kPa je 0,095 ml/cm<sup>2</sup>.min.

### P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Ž U

1. Dutá polyfenylenoxidová vlákna pro mikrofiltraci, ultrafiltraci, dialýzu, reverzní osmózu a další separační procesy, vyznačená tím, že mají porézní stěny vnější průměr 0,08 až 2 mm a tloušťkou stěny 0,02 až 0,5 mm a jsou z nativního nebo sulfonovaného polyfenylenoxidu s relativní molekulovou hmotností  $\bar{M}_w = 74\,000$  a vyšší.

2. Způsob výroby vláken podle bodu 1, vyznačený tím, že se roztok nativního nebo sulfonovaného polyfenylenoxidu ve směsi dobrého a špatného rozpouštědla protlačuje kruhovým mezikružím trysky a zvláknuje suchomokrým způsobem tak, že vlákno před vstupem do vnější koagulační lázně prochází vzduchem, přičemž zvláknovací roztok obsahuje 5 až 20 hmot. % polymeru, 55 až 90 hmot. % dobrého a do 25 hmot. % špatného rozpouštědla.

3. Způsob výroby vláken podle bodu 2, vyznačený tím, že jako dobrá rozpouštědla se používají chlorované uhlovodíky nebo jejich směsi nebo toluen, jako špatná rozpouštědla alifatické alkoholy.

4. Způsob výroby vláken podle bodu 2, vyznačený tím, že délka dráhy ve vzduchu je 1 až 120 cm.

5. Způsob výroby vláken podle bodu 2, vyznačený tím, že jako vnitřní koagulační činidlo, přiváděné do dutiny vláken, i jako vnější koagulační činidlo se používají alifatické alkoholy.

6. Způsob výroby vláken podle bodu 2, vyznačený tím, že se vlákna zušlechťují působením vodného nebo etanolového roztoku glycerinu s koncentrací do 40 hmot. % glycerinu.