

(19)



(10) **LT 3089 B**

(12) **PATENTO APRAŠYMAS**

(11) Patento numeris: **3089**

(51) Int.Cl.⁵: **D01F 6/60,
C08G 69/161,
D01D 5/08,
D01D 5/12**

(21) Paraiškos numeris: **IP621**

(22) Paraiškos padavimo data: **1993 06 04**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1994 04 25**

(45) Patento paskelbimo data: **1994 11 25**

(31,32,33) Prioritetas: **P 4218719.2, 1992 06 06, DE**

(72) Išradėjas:

**Paul Matthies, DE
Karl Hahn, DE
Karlheinz Moll, DE
Thomas Sauer, DE
Klaus Weinerth, DE
Martin Laun, DE
Herbert Haberkorn, DE**

(73) Patento savininkas:

BASF Aktiengesellschaft, Patentabteilung C6 ZSP/A, 6700 Ludwigshafen/Rhein, DE

(74) Patentinis patikėtinis:

Rita Laurinavičiūtė, 5, UAB "Metilda", Pilies g. 8/1-2, 2600 MTP Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:

Grelto verpimo siūlai polikaprolaktamo pagrindų ir jų gamybos būdas

(57) Referatas:

Piuoštas iš polikaprolaktamo santykinio klampumo RV nuo 2,0 iki 3,0 (klampumas matuotas ištirpinus 1 g pluošto 100 ml 96 svorio % sieros rūgštyje) gaunamas

(a) Ekstruduoiant daugiausiai iš polikaprolaktamo sudarytą lydalą per filjerą, taip suformuojant polikaprolaktamo gijas;

(b) Atvėsinant taip pagamintas gijas ir

(c) Atvėsintus filamentus nuimant mažiausiai [3600 + 1250, (3,0 - RV)] m/min greičiu, kada naudotas verpimui polikaprolaktamas sintetinamas dalyvaujant mažiausiai vienai dikarboninei rūgščiai, parinktai iš šių organinių rūgščių grupių:

LT 3089 B

- C_4 - C_{10} -alkandikarboninių rūgščių;
- C_5 - C_8 -cikloalkandikarboninių rūgščių;
- Benzol- ir naftalindikarboninių rūgščių, galinčių turėti iki 2 sulfo grupių, kurių molekulėse karboksilinės grupės nėra gretimos;
- N - C_1 - C_6 -alki- N,N -di(C_4 - C_{10} -alkandikarboninių rūgščių) aminių;
- 1,4-piperazin-di(C_1 - C_{10} -alkandikarboninių rūgščių), o taip pat šių siūlų panaudojimas pluoštinių medžiagų ir tekstilinių gaminių gamyboje.

Pateiktas išradimas susijęs su pluoštu iš polikaprolaktamo santykinio klampumo RV nuo 2,0 iki 3,0 (nustatoma matuojant klampumą tirpalo, gauto 1 g siūlų ištirpinus 100 ml 96 masės % sieros rūgštyje), gaunama sekančiu būdu:

(a) ekstruduoiant didžiąja dalimi iš polikaprolaktamo sudarytą lydalą per filjerą ir tokiu būdu suformuojant polikaprolaktamo filamentus;

(b) atvėsinant taip pagamintus filamentus ir

(c) priimant atvėsintus filamentus mažiausiu $[3600+1250 \cdot (3,0-RV)]$ m/min greičiu;

pluošto formavimo procese naudojamas polikaprolaktamas gaminamas

dalyvaujant mažiausiai vienai dikarbboninei rūgščiai, parinktai iš šių rūgščių šeimų:

-C₄-C₁₀-alkandikarboninės rūgštys,

-C₅-C₈-cikloalkandikarboninės rūgštys,

-benzol- ir naftalindikarboninės rūgštys, galinčios turėti iki dviejų sulfograpių, kurių molekulėse karboksilinės grupės nėra gretimos,

-N-C₁-C₆-alkil-N, N-di (C₄-C₁₀-alkankarboninių rūgščių) aminai,

-1, 4-piperazin-di (C₁-C₁₀-alkankarboninės rūgštys).

Toliau išradime aprašomas šių siūlų gamybos būdas, jo ritaikymas tekstilės gaminių gamyboje, taip pat iš šių siūlų pagaminti tekstilės gaminiai.

Bendru atveju poliamidų verpimo metu iš filjeros išėję siūlai yra nuimami didesniu nei 3000 m/min greičiu, tuo tarpu kai tipinio formavimo atveju maksimalūs verpimo greičiai yra apie 1200 m/min.

Aplamai, lyginant su tradiciniu verpimu, greitas verpimas yra pranašesnis dėl savo didesnio našumo. Kai kuriais atvejais (būtent polikaprolaktamo atveju) galima, atsižvelgiant į aplinkybes, sutaupyti vieną technologinę operaciją - siūlų pratempimą. Sekantis greitojo verpimo pranašumas yra tas, kad siūlų verpimo ir suvyniojimo į rites procesai kaip taisyklė yra mažiau priklausomi nuo drėgmės kiekio ir supančios patalpos oro temperatūros, negu verpiant tradiciniu būdu. Toliau, lyginant su tradiciniu būdu suverptais siūlais, greituoju būdu suverptų ir suvyniotų į pakuotes siūlų rodikliai sandėliuojant iki tolesnio perdirbimo išlieka geresni. Greito verpimo siūlai ypač gerai tinka pratempimui-tekstūravimui, pratempimui-metimui ir pratempimui-šlichtavimui.

Pratempimo-tekstūravimo operacija yra suprantama kaip vienalaikis siūlo pratempimas ir tekstūravimas, kada tekstūruojant dėl kryptingos makromolekulių orientacijos yra gaunama speciali pluošto struktūra. Taip yra pasiekiamas lyginant su lygiais siūlais aukštesnis siūlo elastingumas, putlumas (tūrio užpildymas) ir šiluminė izoliacija. Norint pagerinti tolimesnį perdirbimą, tokie siūlai gali būti įriebinti ir / arba susukti.

Gaminant metmeninį trikotažą arba audinius, metmeninėje mezgimo mašinoje arba audimo staklėse didelį siūlų kiekį reikia išdėstyti kaip metmenis lygiagrečiai vienas šalia kito. Tam tikslui šimtai ir tūkstančiai siūlų yra suvyniojami kartu ant vieno taip vadinamo

metimo veleno. Šalia to, siekiant pagerinti siūlų kompaktiškumą ir perdirbamumą, neretai siūlai yra susukami, ıriebinami, parafinuojami arba šlichtuojami. Toliau didinant siūlų skaičių gali būti sujungti keletas tokių metimo velenų. Metimo veleno gamyba gali būti derinama su bendru visos siūlų gniūžtės pratempimu (pratempimas-metimas), o taip pat siūlų gniūžtės šlichtavimu (pratempimas-šlichtavimas), kuomet siūlai užnešto ant jų šlichtavimo preparato apvalkalėlio dėka geriau apsaugomi mechaniškai.

Pratempimo operacija, kaip žinoma, gali būti prijungta prie verpimo operacijos arba į ją integruota.

EP-B 201, 189 patentuose yra aprašyta poliamido filamentų gamyba verpiant iš lydalo, kuri skiriasi tuo, kad polimerų mišinio lydalas, turintis mažamolekulį priedą - vandenį, su santykinio klampumų nuo 2,0 iki 3,0 (išmatuota 96%-inėje sieros rūgštyje) yra ekstruduojamas, susidarę filamentai atvesinami, atvesinti filamentai didesniu nei 3200 m/min greičiu tempiami. Čia nėra aprašyti siūlai iš polikaprolaktamo, pagaminto dalyvaujant dikarboninėms rūgštims kaip grandinės reguliatoriams.

Patentuose DE-A 4, 019, 780 yra aprašytas polikaprolaktamo gamybos būdas dalyvaujant grandinės reguliatorių funkciją atliekančioms dikarboninėms rūgštims. Iš ten aprašyto polikaprolaktamo (santykinis klampumas $RV=2,36$) greito verpimo būdu esant formavimo greičiui 4250 m/min pagaminti siūlai pasižymi standartiniu siūlų stiprumu ir trūkimo ištisa.

Greito verpimo būdu gautų pratempų arba pratempų-tekstūruotų siūlų trūkumas yra tas, kad jų trūkimo jėgos rodiklis yra žemesnis nei tradiciniu būdu suverptų ir iki tokios pat trūkimo ištisos pratempų, o

5 taipogi tekstūruotų siūlų rodiklis. Sekantis tokiu greito verpimo siūlų trūkumas yra tempimo jėgos kitimo dinamika tempiant siūlus, fiksuojama matuojant tempimo jėgą priklausomai nuo siūlo ilgio pokyčio (tempimo jėgos-ištisos kitimo kreivė). Šie pokyčiai yra nepakankamai dideli, t.y., ši kreivė paprastai yra lėkšta.

10 Lyginant su greito verpimo poliamidu 66 (poliheksametilenadipamidas), greito verpimo polikaprolaktamo siūlai, esant vienodoms siūlų ištisoms, po pratepimo-tekstūravimo operacijos įgauna dar vieną trūkumą - blogiau išlaiko putlumą.

15 Šio išradimo tikslas buvo pagaminti greito verpimo siūlus iš polikaprolaktamo, kurie neturėtų aukščiau paminėtų trūkumų. Tokie siūlai privalėtų pasižymėti didesniu tempimo jėgos kitimu deformuojant, t.y., statesne tempimo-ištisos kitimo kreive, pagerinta trūkimo jėga ir, tekstūruotų siūlų atveju, pagerintu putlumo išlaikymu.

20 Atsižvelgiant į tai ir buvo sukurti paminėtomis charakteristikomis pasižymintys siūlai.

25 Taip pat buvo sukurtas šių siūlų gamybos būdas ir rastas jų pritaikymas tekstilės gaminių gamyboje.

30 Pagal šį išradimą yra verpiamas lydalas, turintis aukščiau aptartą polikaprolaktamą, gauti ir atvėsinti filamentai formuojami mažiausiai $[3600+1250 \cdot (3,0 - RV)]$ m/min greičiu; optimalus mažiausias greitis sudaro $[3800+1250 \cdot (3,0 - RV)]$ m/min. Esant didesniems nei $[3600+1250 \cdot (3,0 - RV)]$ m/min greičiams atsiranda nelauktas trūkimo jėgos padidėjimas. Tai aiškinama tuo, kad, kuo parenkamas verpimo greitis yra aukščiau $[3600+1250 \cdot (3,0 - RV)]$ m/min greičio ribos esant

- duotajam RV rodikliui, tuo didesnis yra tokiu būdu suverptų siūlų trūkimo jėgos padidėjimo laipsnis. Mūsų patyrimas rodo, jog prekinis polikaprolaktamas arba visiškai nerodo šio efekto arba rodo tik nežymiu laipsniu (žr. palyginamąjį pavyzdį). Remiantis ligšioliniais tyrimais pastebėta, kad esant žemesniems nei $[3600 + 1250 \cdot (3,0 - RV)]$ m/min verpimo greičiams prie duoto RV, šis efektas neatsiranda.
- 10 Aukščiausia verpimo greičio riba yra ne didesnė kaip 8000 m/min ir pagrinde priklauso nuo verpiamo lydalų klampumo bei naudoto verpimo įrenginio.
- 15 Verpiamo polikaprolaktamo santykinis klampumas RV kaip taisyklė yra intervale nuo 2,0 iki 3,0 (išmatuota ištirpinus 1 g naudojamo polikaprolaktamo 100 ml 96%-nėje sieros rūgštyje, prie 25°C temperatūros); labiausiai tinkamas RV yra intervale nuo 2,3 iki 2,9. Polikaprolaktamas su didesniu nei 3,0 RV klampumu greitam verpimui yra per klampus; mažesnis nei 2,0 polikaprolaktamo RV neleidžia stabiliai verpti pluošto.
- 20 Pagal šį išradimą santykinis suverptų siūlų klampumas RV yra tarp 2,0 ir 3,0 (matuojant klampumą tirpalo, turinčio 1 g polikaprolaktamo 100 ml 96%-inės sieros rūgšties 25°C temperatūroje); tinkamiausias RV yra intervale nuo 2,3 iki 2,9.
- 25 Pagal išradimą yra naudojami polikaprolaktamai, pagaminti dalyvaujant mažiausiai vienai dikarboninei rūgščiai, atliekančiai grandinės reguliatoriaus funkciją. Tokie polikaprolaktamai yra žinomi, pvz., iš US-A 3,386, 976 ir DE-A 40 19 780 patentų aprašymų. Šiame patente aprašomo polikaprolaktamo gamyba vykdyta remiantis DE-A 40 19 780 patente aprašytu vienapakopiu būdu.
- 30
- 35

Polimerizuojant polikaprolaktamą yra tikslinga kaip iniciatorių naudoti vandenį ir atliekančias grandinės reguliatoriaus funkciją dikarbonines rūgštis esant proceso temperatūrai nuo 230°C iki 300°C, optimaliausiai nuo 240°C iki 290°C.

Polimerizacijos vykdymui pritaikyti įrenginiai yra specialistams žinomi ir aprašyti, pvz., patentuose DE-ASen 2, 448, 100, 1, 495, 198 ir EP-B 20, 946.

I reakciją įvedamo kaip iniciatorius naudojamo vandens kiekis

svyruoja tarp 0,1 ir 5 svorio %, optimaliausias kiekis - tarp 0,5 ir 3,0 svorio % (skaičiuojant nuo polikaprolaktamo masės).

Kaip dikarboninės rūgštys naudojamos tokios, kurios hidrolitinės kaprolaktamo polimerizacijos metu veikia kaip bifunkciniai grandinės reguliatoriai ir polimerizacijos bei verpimo sąlygomis neskylla, nekeičia spalvos arba su jomis nevyksta jokie kiti nepageidaujami reiškiniai. Netinkamos yra tokios dikarboninės rūgštys, kurios, pvz., dėl ciklų susidarymo gali veikti kaip grandinės nutraukėjos. Netinkamų dikarboninių rūgščių pavyzdžiais gali būti paminėtosios gintaro ir ftalio rūgštys, ciklizacijos dėka veikiančios kaip grandinės nutraukėjos.

Tinkamos dikarboninės rūgštys yra, pavyzdžiui,

C₄-C₁₀-alkandikarboninės rūgštys, kaip: adipino, pimelino, kamščio, azelaino, sebacino rūgštys, undekanodi- ir dodekanodikarboninės rūgštys; tinkamiausia yra adipino rūgštis,

C_5 - C_8 -cikloalkandikarboninės rūgštys, kaip: ciklopentan-1,3-dikarboninė rūgštis, cikloheksan-1,4-dikarboninė rūgštis; tinkamiausia cikloheksan-1,4-dikarboninė rūgštis,

5

benzolo ir naftalindikarboninės rūgštys, turinčios iki dviejų sulfogrupių, tame tarpe ir jų atitinkamų šarminių metalų druskų, kurių karboksilinės grupės nėra gretimos, kaip, pvz., tereftalio, izoftalio, naftalin-10 2,6-dikarboninė rūgštis, 5-sulfoizoftalio rūgštis; tinkamiausios yra tereftalio, izoftalio ir 5-sulfoizoftalio rūgštys bei jų mišiniai,

15

N - C_1 - C_6 -alkil- N,N -di (C_4 - C_{10} -alkankarboninių rūgščių) aminai kaip N -metil- N,N -di (kapro rūgšties) aminos, N -metil- N,N -di (acto rūgšties) aminos,

20

1,4-piperazin-di(C_1 - C_6 -alkankarboninės rūgštys), kaip 1,4-piperazin-diacto rūgštis, 1,4-piperazin-dipropiono rūgštis, 1,4-piperazin-dibutano rūgštis, 1,4-piperazin-dipentano rūgštis, 1,4-piperazin-diheksano rūgštis, geriausiai tinka 1,4-pierazin-diacto rūgštis ir 1,4-piperazin-dipropiono rūgštis.

25

Poliamidiniai siūlai su dikarboninėmis rūgštimis, turinčiomis tretinio amino grupes, gali būti lengvai nudažomi anijoniniais dažais. Tai pageidautina tais atvejais, kai norima pasiekti ypatingai intensyvias spalvas.

30

Sulfogrupes turintys pluoštai kaip taisyklė yra lengvai dažomi katijoniniais dažais. Ir priešingai, tokių pluoštų imlumas anijoniniams dažams, randamiems, pvz., maisto produktuose ir gėrimuose, sumažėja, kas, kaip taisyklė, 35 sumažina pluošto temperatūrą.

Dikarbonines rūgštis yra tikslinga pridėti polimerizacijos zonos pradžioje, kad būtų užtikrintas visiškas jų susimaišymas su besipolimerizuojančiu lydalų. Dikarbonines rūgštis taip pat galima pridėti
5 prieš arba polimerizacijos metu.

Pridedamų dikarboninių rūgščių kiekis kaip taisyklė svyruoja nuo

10 0,05 iki 0,6 ypač nuo 0,1 iki 0,5 molinių %, skaičiuojant nuo kaprolaktamo.

Be jau paminėtų dikarboninių rūgščių kaip grandinės reguliatorius galima naudoti ir N,N-di-(C₁-C₆-alkil)amino-(C₂-C₁₂-alkil)aminų priedus, jeigu norima pagerinti siūlų dažymąsi anijoniniais dažais.
15

Kaip pavyzdžius galima paminėti 2-dietilamino-1-etilaminą, 20 6-dimetilamino-1-heksilaminą, 3-dimetilamino-1-propilaminą, 3-dietilamino-1-propilaminą, labiausiai tinkamas yra 3-dimetilamino-1-propilaminas, 3-dietilamino-1-propilaminas.

Geriausiai tinka N,N-di-(C₁-C₆-alkil)amino-(C₂-C₁₂-alkil)amino tipo diaminai. Jų kiekis dažniausiai svyruoja nuo 0,05 iki 0,3, geriausiai nuo 0,1 iki 0,3 molinių %, skaičiuojant nuo kaprolaktamo. Mažesnis nei 0,05 molinių % kiekis neduoda tiek žymesnio dažymosi savybių pagerėjimo; esant didesniam nei 0,3 molinių % kiekiui, šių diaminių kaip grandinės nutraukėjų efektyvumas išauga per dideliu laipsniu.
25
30

Be paminėtų dikarboninių rūgščių kaip grandinės reguliatorius taip pat galima naudoti pirminius monoaminus, jeigu norima sumažinti karboksilinių grupių kiekį produkte ir pagerinti jo lydalo stabilumą.
35

Kaip pirminiai monoaminai tinka C_4 - C_{12} -alkilaminai ir C_6 -aril- C_1 - C_4 -alkilaminai kaip: butil-, pentil-, heksil-, heptil-, oktil-, nonil-, decil-, undecil-, dodecilaminas, fenilmetil-, feniletil-, fenilpropil- ir
5 fenilbutilaminas; geriausiai tinka heksilaminas, oktilaminas, decilaminas ir feniletilaminas.

Pridedamų pirminių monoaminų kiekis dažniausiai svyruoja nuo 0,05 iki 0,5 molinių %, tinkamiausias
10 kiekis - nuo 0,1 iki 0,4 molinių %, skaičiuojant nuo kaprolaktamo.

Aplamai polimerizaciją galima vykdyti esant nuo 100 iki 2000 kPa slėgiui. Tinkamiausia yra nepertraukiamai
15 vykdoma polimerizacija esant vienodam slėgiui intervale nuo 100 iki 190, tinkamiausiai nuo 100 iki 170 kPa (matuojant garų fazėje virš polimerizacijos zonos, kada lydinyje išlaikomas nuo 0,1 iki 0,5, tinkamiausiai nuo 0,1 iki 0,4 svorio % vandens kiekis). Tai reiškia, kad
20 viršuje, į reakcijos zoną įvestas perteklinis vandens kiekis priklausomai nuo esamo slėgio yra pastoviai nudistiliuojamas, tam kad būtų išlaikomas aukščiau paminėtas vandens kiekis.

Paprastai polimerizacijos procesas tęsiasi nuo 5 iki 20 h (tinkamiausia trukmė 8-12h), jo trukmė priklauso nuo
25 pageidaujamų produkto savybių.

Polikaprolaktamą iš polimerizacijos zonos tikslin-
30 giausia pašalinti jos apačioje.

Chemiškai surištų dikarboninių rūgščių kiekis (nustatomas hidrolizuojant polikaprolaktamą ir po to
35 analizuojant) ekstraguotame ir išdžiovintame galutiniame produkte paprastai svyruoja nuo 5 iki 60 mMol/kg optimaliausias kiekis - nuo 10 iki 50 mMol/kg). Esant žemesniam nei 5 mMol/kg kiekiui nepasiekiamas

pageidautinas greito verpimo būdu suverptų siūlų savybių pagerėjimas. Esant didesniai nei 60 mMol/kg kiekiui polimerų gavimui reikalingo santykinio klampumo ir tuo pačiu norimos molekulinės masės pasiekti 5 .. neįmanoma.

Jei galutinis produktas taip pat turi ir chemiškai surištus diaminus, jų kiekis turėtų būti intervale nuo 5 iki 30 mMol/kg (tinkamiausias kiekis - nuo 10 iki 30 10 mMol/kg), tuo tarpu kai chemiškai surištu dikarboninių rūgščių kiekis kaip taisyklė yra intervale nuo 10 iki 50, geriausiai nuo 15 iki 50 mMol/kg.

Vandenių ekstraguojamų monomerų ir oligomerų likučių 15 kiekis verpimui paruoštame polikaprolaktame parenkamas intervale nuo 0 iki 2, tinkamiausiai nuo 0 iki 1 svorio % polikaprolaktamo. Vandens kiekis verpimui paruoštame polikaprolaktame yra kaip taisyklė žemiau 0,4, geriausiai nuo 0,02 iki 0,15 svorio %.

20 Pagal išradimo aprašymą paruošti nesukti siūlai turi trūkimo ištisą nuo 30 iki 100%, tinkamiausiai nuo 40 iki 90%. Siūlų sukimo operacijos dėka trūkimo ištisą norint galima dar sumažinti.

25 Verpimui paruoštas polikaprolaktamas, o taip pat iš jo gauti siūlai gali turėti įprastus priedus ir pagalbines perdirbimo priemones. Šių medžiagų kiekis kaip taisyklė siekia 5, geriausiai iki 3 svorio %, skaičiuojant nuo 30 bendros polikaprolaktamo masės.

Įprasti priedai, pvz., yra stabilizatoriai ir 35 antioksidantai, priemonės prieš terminį skilimą ir ultravioletinius spindulius, dažai, pigmentai, matizatoriai ir antistatikai.

Antioksidantais ir termostabilizatoriais yra, pvz., steriškai blokuoti fenoliai, hidrochinonai, fosfitai ir jų dariniai bei pakeisti šių grupių atstovai, šių junginių mišiniai, taip pat vario junginiai kaip vario-(I)-jodidas ir vario-(II)-acetatas.

UV-stabilizatorių pavyzdžiais yra pakeisti rezorcinai, salicilatai, benzotriazolai ir benzofenolai, kurie gali būti pridedami kiekiais iki 1 svorio %; tam taip pat tinka ir divalenčio mangano junginiai.

Tinkamais dažais yra organiniai pigmentai ir įprasti verpimo lydalų dažymo dažai, kaip, pvz., chromo- arba vario kompleksiniai junginiai, taip pat neorganiniai pigmentai - titano dioksidas ir kadmio sulfidas, geležies oksidas arba suodžiai.

Kaip antistatikus galima naudoti įprastas medžiagas, pvz., polialkilenoksidus ir jų darinius.

Priedai gali būti pridedami kiekvienoje pagal išradimą gaminamų siūlų gamybos pakopoje, tačiau stabilizatorius tikslinga pridėti iš anksto, kad jų apsauginis veikimas pasireikštų jau pradžioje. Remiantis tuo stabilizatoriai pridedami jau polimerizacijos vykdymo metu, jei tik jie netrukdo šiam procesui.

Pagal išradimą gaminami siūlai kaip žinoma gali būti pratempti, susukti, suričiuoti, pratempti mesti (suvynioti ant mestuvų), pratempti-šlichtuoti arba pratempti-tekstūruoti.

Taip vadinamų lygių siūlų pratepimas gali būti sutapatintas su greitu verpimu arba vykdomas atskirai. Pratepimo-metimo pratepimo-tekstūravimo ir pratepimo-šlichtavimo operacijos dažniausiai yra vykdomos atskirai nuo greito verpimo operacijos.

Pagal išradimą pagaminti siūlai kaip žinia gali būti perdirbti į pluoštą. Tekstiliniai gaminiai gali būti gaminami iš jų audimo arba mezgimo būdu.

5

Pagal išradimą pagaminti greito verpimo siūlai už esamus pranašesni tuo, kad jie turi pagerintą trūkimo stiprumą, yra charakterizuojami statesne tempimo jėgos - ištisos kreive bei pasižymi stabilesniu putlumu.

10 Remiantis ligšioliniais stebėjimais, šie siūlai turi mažesnę pratamos defektų kiekį nei iki šiol žinomi greito verpimo polikaprolaktamo siūlai.

15 Sekantys tyrimai parodė, kad pagal išradimą panaudotasis polikaprolaktamas pasižymi sumažintu lydalo elastingumu, taip pat iš jo gaminamų gijų sudarymo procese pastebima specialia polimerinių kristalų morfologija. Manoma, kad pagal išradimą pagamintų siūlų pagerintos savybės yra susietos su polimero lydalo ypatingomis elastingomis savybėmis bei savita pluošto morfologija.

20

PAVYZDŽIAI

25 Polikaprolaktamo sintezei buvo naudotas VK-tipo vamzdinis reaktorius, aprašytas EP-A 20, 946 su pirmosios reakcijos zonos turinio maišymu. Reaktoriaus turis 340 l, jis apšildomas alyva.

30 Polikaprolaktamo bei iš jo suverptų siūlų santykinis klampumas RV buvo nustatytas prie 25°C ištirpinus 1g polimero 100 ml 96 svorio %-inės sieros rūgšties.

35 Drėgmės kiekis medžiagoje buvo nustatytas garų slėgio matavimo metodu, Akermano prietaiso pagalba.

Chemiškai surištos dikarboninės rūgšties ir chemiškai surišto diamino kiekis yra gautas skaičiuojant iš priedų kiekio. Jų kiekį taip pat galima nustatyti hidrolizuoiant polikaprolaktamą praskiestoje mineralinėje rūgštyje ir po to gautą hidrolizatą analizuojant.

Polikaprolaktamo lydalo elastingumą charakterizuoja pagal išradimą su dikarbonine rūgštimi pagamintų pavyzdžių elastinio lankstumo J_e santykis su propioninės rūgšties turinčio standartinio produkto lankstumu $J_{e, kontr}$ esant vienodam pavyzdžių klampumui. J_e ir $J_{e, kontr}$ nustatyti matuojant osciliacinį poslinkį.

Matavimai buvo vykdomi dinaminio reometru-spektrometru RDS2 (firma Rheometrics) prie 250°C temperatūros esant poslinkio amplitudei 0,3 ir naudojant plokštė-plokštė matavimo sistemą (diametras 25 mm, atstumas 1 mm). Buvo išmatuotas integralinis modulis G' ir nuostolių modulis G'' esant kampiniam dažniui nuo 0,3 iki 100 rad/sec. Matavimų kreivėje buvo fiksuojamas kampinis dažnis, prie kurio nuostolių modulis pasiekdavo reikšmę $G''=10^3 \text{ Pa}$. Elastingumas J_e apskaičiuojamas iš tame taške esančio integralinio modulio G' (1 lygtis):

$$J_e = G' / (G'')^2 = G' / 10^6 \text{ Pa}^2 \quad (1 \text{ lygtis}),$$

Analogiškai buvo nustatytas to paties klampumo pavyzdžio su propionine rūgštimi lankstumas. Lydalo elastingumo santykinis rodiklis R buvo apskaičiuotas kaip šių dydžių santykis (2 lygtis):

$$R = J_e / J_{e, kontr} \quad (2 \text{ lygtis}),$$

R išreiškia reologinį dydį, leidžiantį labai tiksliai nustatyti lydalo elastingumo skirtumus.

Trūkimo ištisa buvo nustatyta prietaisu Uster-Tensorapid-I, esant neorientuotų siūlų (POY) bandinio ilgiui 200 mm, pratemptų ir tekstūruotų siūlų - 500 mm. Bandymo laikas iki siūlų suirimo truko 20 ± 2 sekundžių.

5 POY bandinių atveju įtempimo prieš įtvirtinant pavyzdį jėga sudarė 0,025 cN/dtex, pratemptų siūlų atveju - 0,05 cN/dtex ir tekstūruotų siūlų atveju - 0,2 cN/dtex.

Apskaičiuojama įvertinant siūlo linijinį tankį trūkimo jėga (specifinė trūkimo jėga) randama iš 3 lygties:

10

$$R_H = F_H / Tt_v \quad (3 \text{ lygtis}),$$

kur F_H yra trūkimo jėga (cN), o Tt_v - pradinis siūlo linijinis tankis (dtex). Kaip trūkimo jėga naudojama trūkimo jėgos - ištisos matavimo eksperimento didžiausia jėgos reikšmė.

15

Trūkimo ištisa E_H buvo apskaičiuota iš 4 lygties kaip ilgio pokyčio delta I, pasiekus trūkimo jėgą, santykis su bandinio pradiniu ilgiu I:

20

$$E_H = \Delta I * 100\% / I_v \quad (4 \text{ lygtis}),$$

kur delta I yra bandinio ilgio skirtumas, esant trūkimo jėgai F_H , o I_v - pradinis bandinio ilgis.

25

Vykdamas šiuos tyrimus kartu buvo brėžiamos trūkimo jėgos-ištisos kitimo diagramos.

Siūlų metimo defektai buvo nustatomi Lindly Standard Yarn Inspector (serija 1900) esant 600 m/min metimo greičiui.

30

Tekstūruotų siūlų putlumo laipsnis buvo nustatomas pagal DIN 53 840.

Tekstūruotų siūlų putlumo stabilumas buvo nustatomas pagal DIN 53 840.

- 5 Mažų kampų rentgenografijos metodu (RKWS) buvo tiriama kai kurių atrinktų suverptų siūlų pavyzdžių morfologija. RKWS tyrimai buvo praversti naudojant žemo vakuumo Kiessig'o detektorių. Kolimatoriaus sklendės skersmuo buvo nuo 0,4 iki 0,3 mm, atstumas A tarp bandinio ir foto plokštelės (AGFA-GEVAERT, Osray M3) -
- 10 400 mm. Su grafitiniu monochromatiniu filtru buvo gautas 37 kV ir 36 mA pajėgumo spinduliuotuvo spindulys (bangos ilgis $\lambda = 0,15418$ nm). RKWS tyrimams POY siūlai buvo suvynioti ant rėmelio taip, kad būtų tiksliai išlaikytas atskirų gijų lygiagretumas. Nuo 0,7 iki 1 mm
- 15 storio pluošto gniūžtė buvo švitinama statmenai rentgeno spinduliais, esant vertikaliai pluoštų ašiai. Ekspozicijos laikas truko 20 arba 40 h.

- Iš kristalinių-amorfinių POY pluošto sričių ant RKWS
- 20 foto plokštelės atsiradę meridianiniai refleksai įvertinti fotometro (mikrodensitometras 3CS, firma Joyce Loeb) pagalba, naudojant pilką skalę su juodumo laipsniu $D=0,95$. Gautos fotometrines kreivės pusinis plotis yra dydis, išreiškiantis kristalinių fibrilų
- 25 storį statmenai pluošto ašiai. Lateralinių kristalų storį # apytikriai galima užrašyti:

$$\# = \lambda \text{ (nm)} / B \text{ (rad)} \quad (5 \text{ lygtis}),$$

- 30 kur λ yra rentgeno spindulių bangos ilgis, $B \text{ (rad)}$ yra fotometrines kreivės pusinis plotis, išmatuotas lanko vienetais. $B \text{ (rad)}$ apskaičiuojamas iš 16 lygties:

$$B \text{ (rad)} = B \text{ (mm)} / A * F \quad (6 \text{ lygtis}),$$

čia A yra atstumas tarp pluošto bandinio ir foto plokštelės, F yra fotometro pervedimo faktorius. Kai $A=400$ mm ir $F=5$, 5 lygtis transformuojasi į 7 lygtį:

$$\# = [\lambda(\text{nm}) / B(\text{mm})] * 2 * 10^3 \quad ; (7 \text{ lygtis}).$$

5

Verpiant polikaprolaktamas išlydomas ekstruderyje (firma Barmag 3E-24S, 38 mm diametro šnekas, $L/D=24$) ir išspaudžiamas per filjerą su 12 skylių (skylutės diametras 0,2 mm, kapiliaro ilgis 0,4 mm). Gautos gijos iš pradžių nukreipiamos per prapučiamą šachtą (aukštis 1600 mm, skersinis prapūtymas 22°C ir 65% santykinės drėgmės oru esant 0,4 m/s greičiui), po to per 2000 mm aukščio šachtą, priimamos į bandyminę verpimo vietą (Firma EMS-Inventa) per du 150 mm skersmens verpimo diskus ir suvyniojamos į pakuotes ričiavimo mašinoje (firma Barmag SW 46 1S-900).

15

Atstumas tarp filjeros ir iriebinimo mechanizmo sudarė 1300 mm.

20

Pratempimas buvo vykdomas šaltu būdu pratempimo-sukimo mašinoje 740 m/min greičiu (J5/10a, firma Rieter).

25

Pratempimas-tekstūravimas buvo vykdomas pratempimo-tekstūravimo mašinoje Barmag FK6L-10 nuo 600 iki 800 m/min greičiu.

A. POLIKAPROLAKTAMO SINTEZĖ

30

1 PAVYZDYS

35

Išlydytas 0,5 svorio % vandens ir 0,53 svorio % tereftalio rūgšties kaip grandinės reguliatoriaus turintis kaprolaktamas tolydžiai maišant buvo įvestas į VK-reaktoriaus pirmąją reakcijos zoną, esant normaliam slėgiui. Debitas sudarė 25 kg/h. Tuo pat metu į pirmąją

- polimerizacijos zoną 225 g/h kiekiu buvo įvestas mišinys iš 70 svorio % polikaprolaktamo ($RV=1,9$) ir 30 svorio % titano dioksido (Anatas-modifikacija). Pirmosios reakcijos zonos temperatūra buvo 252°C . Sekančiose reakcijos zonose atsiradęs polimerizacijos šilumos perteklius buvo nuvestas vėsinant vidiniais šilumokaičiais. Paskutinės reakcijos zonos temperatūra siekė 265°C .
- 10 Po ekstrakcijos verdančiu vandeniu ir džiovinimo, polimerizacijos produktas turėjo santykinį klampumą 2,39, 36 mmol/kg chemiškai surištos tereftalio rūgšties ir 0,3 svorio % titano dioksido bei 0,046 svorio % drėgmės. Elastinis lankstumas J_e sudarė $8,3 \cdot 10^6 \text{ Pa}^{-1}$, jos santykinis vienetas $R=0,78$.

2 PAVYZDYS

- 20 Kaprolaktamas buvo polimerintas su 0,80 svorio % tereftalio rūgšties kaip grandinės reguliatoriaus sąlygomis, aprašytomis 1 pavyzdyje. Polimerizacijos mišinio debitas sudarė 30 kg/h, titano dioksido mišinys buvo įvedamas 270 g/h kiekiu. Kitos eksperimento sąlygos išlaikytos kaip 1 pavyzdyje.
- 25 Produkto santykinis klampumas sudarė 2,32, jame buvo 54 mmol/kg chemiškai surištos tereftalio rūgšties. Elastinis lankstumas J_e sudarė $5,1 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}^{-1}$ ir $R=0,48$. Titano dioksido kiekis buvo 0,3 svorio %, likutinė drėgmė - 0,016 svorio %.
- 30

3 PAVYZDYS

- 0,7 svorio % vandens turintis kaprolaktamas buvo polimerintas 30 kPa slėgyje dalyvaujant 0,21 svorio % tereftalio rūgšties kaip grandinės reguliatoriui. Polimerizacijos debitas sudarė 34 kg/h. Pirmosios
- 35

reakcijos zonos temperatūra siekė 240°C.
Polimerizacijos metu titano dioksidas pridėtas nebuvo.

5 Produkto santykinis klampumas buvo 2,71, jis turėjo 14mMol/kg chemiškai surištos tereftalio rūgšties. Likutinės drėgmės kiekis sudarė 0,019 svorio %.

4 PAVYZDYS

10 0,6 svorio % vandens turintis kaprolaktamas buvo polimerintas naudojant 0,29 svorio % tereftalio rūgšties kaip grandinės reguliatoriaus sąlygomis, analogiškoms aprašytoms 3 pavyzdyje. Pirmosios reakcijos zonos temperatūra siekė 245°C. Kitos
15 eksperimento sąlygos išlaikytos kaip 3 pavyzdyje. Polimerizacijos metu titano dioksidas pridėtas nebuvo.

Produkto santykinis klampumas buvo 2,71, jis turėjo 19 mMol/kg chemiškai surištos tereftalio rūgšties.
20 Likutinės drėgmės kiekis sudarė 0,021 svorio %.

5a PAVYZDYS

0,6 svorio % vandens turintis kaprolaktamas buvo
25 polimerintas dalyvaujant 0,37 svorio % tereftalio rūgšties kaip grandinės reguliatoriaus 3 pavyzdyje aprašytomis sąlygomis. Pirmosios reakcijos zonos temperatūra siekė 251°C. Kitos eksperimento sąlygos išlaikytos kaip 3 pavyzdyje. Titano dioksidas pridėtas
30 nebuvo.

Produkto santykinis klampumas buvo 2,67, jis turėjo 25 mMol/kg chemiškai surištos tereftalio rūgšties. Drėgmės
kiekis sudarė 0,091 svorio %.

5b PAVYZDYS

- 0,5 svorio % vandens turintis kaprolaktamas buvo polimerintas dalyvaujant 0,26 svorio % adipino rūgšties kaip grandinės reguliatoriaus analogiškais 3 pavyzdžiui sąlygomis. Polimerizacijos debitas sudarė 35 kg/h. Pirmosios reakcijos zonos temperatūra siekė 250°C. Titano dioksido priedų nebuvo.
- 10 Produkto santykinis klampumas buvo 2,67, jis turėjo 20 mMol/kg chemiškai surištos adipino rūgšties. Drėgmės kiekis sudarė 0,018 svorio %.

5c PAVYZDYS

- 15 0,5 svorio vandens turintis kaprolaktamas buvo polimerintas dalyvaujant 0,81 svorio % 5-sulfoizoftalio rūgšties ličio druskos kaip grandinės reguliatoriaus ir 0,18 svorio % titano dioksido. Po ekstrakcijos su verdančiu vandeniu ir po to sekusio džiovinimo produkto santykinis klampumas buvo 2,55, produktas turėjo 0,20 svorio % titano dioksido. Drėgmės kiekis sudarė 0,031 svorio %.

- 25 8. GREITAS POLIKAPROLAKTAMO VERPIMAS

6 PAVYZDYS

- 30 Pagal 1 pavyzdžio aprašymą pagamintas polikaprolaktamas buvo verpiamas esant lydalo temperatūrai 265°C ir (a) 4500 m/min arba (b) 5500 m/min greičiui. Siūlų RV siekė 2,48. Gautų gijų linijinis tankis buvo (a) dtex 50 f 12 ir (b) dtex 41 f 12, 4500 m/min greičiu suverpto ir po to pratempto pluošto titras buvo dtex 44 f 12.

35

Eksperimentų rezultatai pateikti 1 lentelėje.

1 Palyginamasis pavyzdys

6 pavyzdyje pateiktas bandymas buvo pakartotas su prekybiniu polikaprolaktamu (grandinės reguliatorius: propiono rūgštis, kurios kiekis produkte = 40 mMol/kg; RV = 2,37; titano dioksido kiekis = 0,3 svorio %; elastinis lankstumas $11,5 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}^{-1}$; drėgmės kiekis 0,044 svorio %). Kitos sąlygos buvo išlaikytos tokios pačios.

10

Eksperimento rezultatai pateikti 1 lentelėje.

7 Pavyzdys

15 Pagal 2 pavyzdžio aprašymą pagamintas polikaprolaktamas buvo suverptas lydalo temperatūrai 265°C (a) 5500 m/min ir (b) 6000 m/min greičiu. Pluošto RV = 2,31. Suverptų gijų linijinis tankis sudarė (a) dtex 42 f ir 12 (b) dtex 43 f 12.

20

Eksperimento rezultatai pateikti 2 lentelėje.

2 Palyginamasis pavyzdys

25 7 pavyzdyje aprašytas bandymas buvo pakartotas su 1 palyginamajame pavyzdyje charakterizuotu prekybiniu polikaprolaktamu. Kitos sąlygos buvo išlaikytos tokios pačios.

30 Rezultatai pateikti 2 lentelėje.

8 Pavyzdys

35 Pagal 3 pavyzdžio aprašymą pagamintas polikaprolaktamas buvo suverptas esant 275°C temperatūrai (a) 4500 m/min, (b) 5500 m/min ir (c) 6000 m/min greičiu. Pluošto RV = 2,79. Suverptų gijų linijiniai tankiai buvo (a) dtex 54

f 12, (b) dtex 51 f 12 ir (c) dtex 52 f 12. Siūlų titras po pratamos buvo dtex 45 f 12, verpimo greitis - 4500 m/min.

5 Rezultatai pateikti 3 lentelėje.

3 PALYGINAMASIS PAVYZDYS

10 8 pavyzdyje aprašytas bandymas buvo pakartotas su prekybiniu polikaprolaktamu (grandinės reguliatorius; propiono rūgštis, jos kiekis produkte = 20 mMol/kg; $\bar{R}_V$ = 2,68; elastinis lankstumas $10,0 \cdot 10^{-6}$ Pa⁻¹; drėgmės kiekis 0,012 svorio %). Kitos sąlygos išliko tokios pačios.

15

Rezultatai pateikti 3 lentelėje.

9 PAVYZDYS

20 Pagal 4 pavyzdžio aprašymą pagamintas polikaprolaktamas buvo suverptas esant 275°C lydalo temperatūrai 4500 m/min greičiu. Pluošto $\bar{R}_V$ buvo 2,83, gautų gijų titras - dtex 54 f 12. Po to pluoštas buvo pratemptas-tekstūruotas pratamos-tekstūravimo mašinoje (firma Barmag FK 6L-10) 600 m/min greičiu prie 180°C temperatūros esant $D : Y$ santykiui 2,33 (žiedų kombinacija ir tvarka: Ceratex keramikiniai žiedai, išdėstyti tvarka 1-5-1); tokiu būdu buvo gauti tekstūriniai verpalai.

30

Rezultatai pateikti 4 lentelėje.

4 PALYGINAMASIS PAVYZDYS

35 9 pavyzdyje aprašytas bandymas buvo pakartotas su 3 palyginamajame pavyzdyje charakterizuotu prekybiniu

polikaprolaktamu (drėgmės kiekis 0,017 svorio %). Kitos sąlygos išlaikytos tokios pat.

Rezultatai pateikti 4 lentelėje.

5

10 PAVYZDYS

Pagal 5a pavyzdžio aprašymą pagamintas polikaprolaktamas buvo verpiamas prie 275°C temperatūros, 5500 m/min greičiu. Pluošto RV sudarė 2,69. Suverptų gijų titras buvo dtex 54 f 12.

10

Rezultatai pateikti 5 lentelėje.

15

5 PALYGINAMASIS PAVYZDYS

10 pavyzdyje aprašytas bandymas buvo pakartotas su prekybiniu polikaprolaktamu (grandinės reguliatorius: propijono rūgštis, jos kiekis produkte = 20 mMol/kg; RV = 2,66; elastinis lankstumas $10,0 \cdot 10^{-6}$ Pa⁻¹; drėgmės kiekis 0,098 svorio %). Kitos sąlygos buvo išlaikytos tokios pat.

20

Rezultatai pateikti 5 pavyzdyje.

25

11 PAVYZDYS

Analogiškai pagal 5a pavyzdžio aprašymą pagamintas polikaprolaktamas (0,37 svorio % tereftalio rūgšties kaip grandinės reguliatorius, santykinis klampumas 2,67, chemiškai surištos tereftalio rūgšties kiekis galutiniame produkte 25 mMol/kg, drėgmės kiekis 0,02 svorio %) buvo verpiamas prie 275°C temperatūros 4500 m/min greičiu. Pluošto RV sudarė 2,78. Verpimo titras buvo dtex 54 f 12. Po to pluoštas buvo pratemptas-tekstūruotas pratampos-tekstūravimo mašinoje (firma Barmag, FK6L-10) 800 m/min greičiu prie 180°C

30

35

temperatūros esant žiedų kombinacijai Ceratex 1-5-1 ir
D : Y santykiui 2,2.

Rezultatai pateikti 6 lentelėje

5

6 PALYGINAMASIS PAVYZDYS

11 pavyzdyje aprašytas bandymas buvo pakartotas su
prekybiniu polikaprolaktamu (grandinės reguliatorius:
10 propiono rūgštis, jos kiekis produkte = 20 mmol/kg; RV
= 2,68; drėgmės kiekis 0,017 svorio %). Kitos sąlygos
išlaikytos tokios pat.

Rezultatai pateikti 6 lentelėje.

15

7 PALYGINAMASIS PAVYZDYS (analogiškas DE-A 40 19 780
patentui) Pagal DE-A 40 19 780 patento 4 pavyzdžio
aprašymą susintetintas polikaprolaktamas (santykinis
klampumas 2,36, titano dioksido kiekis 0,03 svorio %,
20 drėgmės kiekis 0,04 svorio %) buvo išlydytas
ekstruderyje (Barmag 3E, 3 zonų sliekas 30 mm
skerspjuvio su maišymo žemoje temperatūroje sekcija
(L/D - 24) prie 269°C temperatūros ir praspauštas per
sekančių parametru filjerą (13 skylučių, skylutės
25 diametras 0,20 mm, kapiliaro ilgis 0,40 mm). Po to
pluoštas buvo atvėsintas su 24°C ir 40 % santykinės
drėgmės oru prapūtimo šachtoje (1500 mm ilgis su
skersiniu pūtimu), praveistas per 2200 mm ilgio laisvo
kritimo šachtą ir suvyniotas.

30

Vyniojama buvo ant firmos Barmag (SW46 SSD) vyniotuvo
4250 m/min greičiu. Gijų titras buvo dtex 56 f 13.

35

Atstumas tarp filjeros ir įriebinimo įtaiso sudarė 1300
mm.

Pratempimas buvo vykdomas šaltu būdu pratamos-sukimo mašinoje (firma Rieter J5/10a) 605 m/min greičiu, iki pratempto pluošto titro dtex 44 f 13.

5 Rezultatai pateikti 7 lentelėje

8 Palyginamasis pavyzdys

7 palyginamajame pavyzdyje aprašytas bandymas buvo
10 pakartotas su prekybinio polikaprolaktamu (grandinės reguliatorius: propiono rūgštis, jos kiekis produkte = 40 mMol/kg; titano dioksido kiekis 0,03 %, drėgmės kiekis 0,04 svorio %). Kitos sąlygos išliko tokios pat.

15

12 Pavyzdys

Pagal 5b pavyzdžio aprašymą pagamintas polikaprolaktamas buvo verpiamas prie 275°C temperatūros (a) 4500
20 m/min, (b) 5500 m/min, (c) 6000 m/min greičiu. Pluošto RV siekė 2,78. Suverptų gijų titras buvo (a) dtex 53 f 12, (b) dtex 53 f 12 ir (c) dtex 54 f 12. 4500 m/min greičiu suverptų ir po to pratemptų siūlų titras buvo dtex 44 f 12.

25

Rezultatai pateikti 8 lentelėje.

13 Pavyzdys

30 Pagal 5c pavyzdžio aprašymą pagamintas polikaprolaktamas buvo suverptas prie 275°C lydalo temperatūros (a) 4500 m/min, (b) 5500 m/min ir (c) 600 m/min greičiu. Pluošto RV siekė 2,75. Verpimo titras buvo (a) dtex 54 f 12, (b) dtex 54 f 12 ir (c) dtex 55 f 12.
35 4500 m/min greičiu suverptų ir po to ištemptų siūlų titras buvo dtex 44 f 12.

Rezultatai pateikti 8 lentelėje.

9 Palyginamasis pavyzdys

- 5 12 ir 13 pavyzdyje aprašytas bandymas buvo pakartotas su prekybinio polikaprolaktamu (grandinės regulatorius: propiono rūgštis, jos kiekis produkte = 20 mMol/kg; RV = 2,72; drėgmės kiekis 0,033 svorio %). Kitos sąlygos išliko tokios pat.

10

Rezultatai pateikti 8 lentelėje.

1 lentelė: 6 pavyzdys ir 1 palyginamasis pavyzdys

	6 pavyzdys		1 palyg. pavyzdys	
	(a)	(b)	(a)	(b)
Formavimo greitis m/min	4500	5500	4500	5500
POY (suverptų nepratemptų siūlų) specifinė trūkimo jėga cN/dtex	4,5	4,6	4,3	4,2
Trūkimo ištisą %	57	53	58	54
Pratemptų siūlų specifinė trūkimo jėga cN/dtex	4,8		4,6	
Trūkimo ištisą %	38		38	
Pratampos defektai/100kg	0,3		1,0	
Metimo defektai/100km	0,02		0,03	

15

6 pavyzdžio duomenys rodo, kad suformuoto pluošto specifinė trūkimo jėga yra didesnė ir pluošto perdirbimo metu atsiranda mažiau defektų negu 1 palyginamojo pavyzdžio atveju.

20

25

2 lentelė: 7 pavyzdys ir 2 palyginamasis pavyzdys

	7 pavyzdys		2 palyg. pavyzdys	
	(a)	(b)	(a)	(b)
Formavimo greitis m/min	5500	6000	5500	6000
POY (suverptų nepratemptų siūlų specifinė trūkimo jėga cN/dtex	4,8	4,8	4,2	4,4
Trūkimo ištisą %	55	51	54	50
Šoninis kristalų skersmuo [nm]	4,7	5,9	8,0	9,4

5 Šiuose pavyzdžiuose POY siūlų trūkio jėga 9-14 % didesnė už tradiciniais būdais gaminamų siūlų.

3 lentelė: 8 pavyzdys ir 3 palyginamasis pavyzdys

	8 pavyzdys			3 palyg. pavyzdys		
	(a)	(b)	(c)	(a)	(b)	(c)
Formavimo greitis m/min	4500	5500	6000	4500	5500	6000
POY (suverptų nepratemptų siūlų) specifinė trūkimo jėga cN/dtex	4,19	4,39	4,43	3,72	3,81	3,75
Trūkimo ištisą %	72	62	56	75	66	59
Šoninis kristalų skersmuo [nm]	9,1			10,5		
Pratemptų siūlų specifinė trūkimo jėga N/dtex	4,73			4,38		
Trūkimo ištisą %	39			38		

10

Šie pavyzdžiai rodo, kad pagamintų pagal išradimą siūlų (POY) specifinė trūkimo jėga net esant juose santykiniam žemam dikarboninių rūgščių kiekiui yra 3-18 % aukštesnė negu palyginamojo bandymo siūlų. Esant 6000

15

m/min formavimo greičiui šis dydis auga.

20

4 lentelė: 9 pavyzdys ir 4 palyginamasis pavyzdys

	9 pavyzdys	4 palyg. pavyzdys
POY (suverptų nepratemptų siūlų) specifinė trūkimo jėga cN/dtex	4,45	3,79
Trūkimo ištisa %	70	78
Pratempti-tekstūruoti siūlai Pratamos santykis	1:1,25	1:1,31
Titras dtex	45 f 12	43 f 12
Specifinė trūkimo jėga cN/dtex	4,8	4,4
Trūkimo ištisa %	29	29
Putlumo laipsnis E %	56	59
Putlumo dydis K %	43	41
Putlumo stabilumas B %	84	77

Šio pavyzdžio atveju pagamintų pagal išradimą
nepratemptų siūlų (POY) specifinė trūkimo jėga 19 %, o
pratemptų-tekstūruotų siūlų 9 % aukštesnė už
palyginamojo pavyzdžio. Žymiai padidėjęs yra ir pagal
išradimą pagamintų polikaprolaktamo siūlų putlumo
stabilumas.

5 lentelė: 10 pavyzdys ir 5 palyginamasis pavyzdys

	10 pavyzdys	5 palyg. pavyzdys
POY (suverptų nepratemptų siūlų) specifinė trūkimo jėga cN/dtex	4,9	4,5
Trūkimo ištisa %	53,9	55,5

Šis pavyzdys rodo puikią pagal išradimą pagamintų siūlų
specifinę trūkimo jėgą lyginant su standartiniais
siūlais. Iš pateiktų duomenų matome, kad gaunamas POY
siūlams neįprastas aukšto stiprumo ir žemos trūkimo
ištisos derinys. Po siūlų susukimo trūkimo ištisa dar
sumažėja POY siūlams neįprastu dydžiu. Tai rodo
pagamintų pagal išradimą siūlų tinkamumą tiesioginiam

panaudojimui, t. y. be papildomos pratamos kaip POY "ready to use" ("as spun").

6 lentelė: 11 pavyzdys ir 6 palyginamasis pavyzdys

	11 pavyzdys	6 palyg. pavyzdys
POY (suverptų nepratamptų siūlų)		
specifinė trūkimo jėga cN/dtex	4,27	3,79
Trūkimo ištisa %	66	78
Šoninis kristalų skersmuo [nm]	7,7	10,5
Pratempti-tekstūruoti siūlai		
Pratamos santykis	1:1,25	1:1,31
Titras dtex	45 f 12	43 f 12
Specifinė trūkimo jėga cN/dtex	4,9	4,36
Trūkimo ištisa %	30	29
Putlumo laipsnis E %	57	58
Putlumo dydis K %	40	39
Putlumo stabilumas B %	84	76

10 Iš šio pavyzdžio matome, kad pratemptų-tekstūruotų siūlų specifinė trūkimo jėga yra 12 % didesnė negu palyginamojo pavyzdžio siūlų. Putlumo stabilumas yra išaugęs 9 % ir rodo pagamintų pagal išradimą siūlų tinkamumą pratempimui-tekstūravimui esant aukštiems pratamos-tekstūravimo greičiams.

7 lentelė: 7 ir 8 palyginamieji pavyzdžiai

15

	7 palyg. pavyzdys	8 palyg. pavyzdys
POY (suverptų nepratamptų siūlų)		
specifinė trūkimo jėga cN/dtex	4,43	4,31
Trūkimo ištisa %	68	68
Pratemptų siūlų specifinė trūkimo jėga cN/dtex	4,95	4,98
Trūkimo ištisa %	35	34
Pratamos defektai/100kg	1,1	0
Metimo defektai/100 km	0,31	0,17

Šie palyginamieji pavyzdžiai rodo, kad su dikarbonine rūgštimi pagaminto produkto (7 palyg. pavyzdys) atveju, esant 4250 m/min formavimo greičiui ir RV 2,36, POY siūlų specifinė trūkimo jėga yra tik 2,8 % geresnė negu su monokarbonine rūgštimi pagaminto produkto. Tai dar yra analizės patikimumo ribose. Pratempto pluošto atveju nepastebėsime jokio pagerėjimo, lyginant su įprastinės technikos lygio produktu (8 palyg. pavyzdys).

8 lentelė: 12, 13 pavyzdžiai ir 9 palyginamasis pavyzdys

	12 pavyzdys			13 pavyzdys			9 palyg. pavyzdys		
	(a)	(b)	(c)	(a)	(b)	(c)	(a)	(b)	(c)
Formavimo greitis [m/min]	4500	5500	6000	4500	5500	6000	4500	5500	6000
POY (suverptų nepratemptų siūlų) specifinė trūkimo jėga [cN/dtex]	4,6	4,6	4,7	4,8	4,8	4,8	4,1	4,2	4,1
Trūkimo ištįsa [%]	70	61	54	68	59	54	77	65	60
Pratemptų siūlų specifinė trūkimo jėga [cN/dtex]	5,3			5,5			4,9		
Trūkimo ištįsa [%]	39			39			40		

Šis pavyzdys rodo, kad pagal išradimą pagamintų nepratemptų siūlų (POY) ir pratemptų siūlų specifinė trūkimo jėga yra 8-17 % didesnė negu šiuolaikinės standartinės technikos gaminamų siūlų.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Siūly polikaprolaktamo pagrindu santykinio klampumo
RV nuo 2,0 iki 3,0 (matuoto esant 1g siūly
5 koncentracijai 100 ml 96% sieros rūgšties) gamybos
būdas, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad daugiausia
iš polikaprolaktamo susidedanti lydalą ekstruduoja per
filjerą, gaunant polikaprolaktamo gijas, taip
pagamintas gijas atvėsina ir nuima mažiausiai
10 $3600+1250 \cdot (3,0-RV)$ m/min. greičiu, kai naudojama verpimui
polikaprolaktamą sintetina dalyvaujant mažiausiai
vienai dikarboninei rūgščiai, parinktai iš tokių
organinių rūgščių grupių:

15 $-C_4-C_{10}$ -alkandikarboninių rūgščių;

$-C_5-C_8$ -cikloalkandikarboninių rūgščių;

20 -benzol- ir naftalindikarboninių rūgščių, galiūčių
turėti iki 2 sulforūgščių grupių, kurių molekulėse
karboksilinės grupės nėra gretimos;

-N- C_1-C_6 -alkil-N,N-di(C_4-C_{10} -alkankarboninių
rūgščių) aminų;

25

-1,4-piperazin-di(C_1-C_{10} -alkankarboninių rūgščių).

2. Siūly polikaprolaktamo pagrindu gamybos būdas pagal
1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad
30 naudojama verpimui polikaprolaktamą sintetina
dalyvaujant mažiausiai vienam N,N-di(C_1-C_6 -alkil)amino-
(C_2-C_{12} -alkil) aminui.

3. Siūly polikaprolaktamo pagrindu gamybos būdas pagal
35 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad
naudojama verpimui polikaprolaktamą sintetina

dalyvaujant vienam pirminiam C_4 - C_{12} -alkilaminui arba C_6 -aril- C_1 - C_4 -alkilaminui.

4. Siūlai, gauti nurodytu 1 - 3 punktuose būdu, b e s i s -
5 k i r i a n t y s tuo, kad jų trūkimo ištisa neviršija
100%.

5. Siūlą, nurodytą 4 punkte, panaudojimas pluoštinių
medžiagų ir tekstilės gaminių gamyboje.