

# VLAKNA TEXTIL

Ročník 10.  
2003

ISSN 1335-0617

Indexed in:

Chemical  
Abstracts,

World Textile  
Abstracts

EMBASE

Elsevier  
Biobase

Elsevier  
GeoAbstracts

VÚTCH



CHEMITEK



Výskumný ústav  
**Gumárenský**  
MATADOR

CONTENTS

TEXTILE TECHNOLOGIES

- 3 *Marcinčin, A., Brejka, O., Ujhelyiová, A., Körmendyová, E., Starúch, R.*  
Morphology and properties of polypropylene/polyester blend fibres
- 9 *Murárová, A., Hodul, P.*  
Influence of PET fibre macromorphology on dyeing
- 17 *Colanceska-Ragenovic, K., Ilievska, S., Prendov, S., Dimova, V., Stamatovska, V.*  
Synthesis of some N-arylnonanamides and investigation of their effects in the process of bleaching of cotton yarns with H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

NEWS FROM DEPARTMENTS

- 21 *Odvárka, J., Průšová, M.*  
The influence of detergents ingredients on differences of color shade of dyed textile
- 25 *Herchlová, I.*  
Evaluation of results of conformity assessment regarding other specified products in VÚTCH-Chemtex LTD. Žilina
- 28 *Körmendyová, E., Marcinčin, A.*  
Microrheology and morphology of fibres blends polymers

35 NEWS FROM MAGAZINES

41 FROM KONFERENCE

OBSAH

TEXTILNÉ TECHNOLÓGIE

- 3 *Marcinčin, A., Brejka, O., Ujhelyiová, A., Körmendyová, E., Starúch, R.*  
Morfológia a vlastnosti polypropylén/polyesterových zmesných vláken
- 9 *Murárová, A., Hodul, P.*  
Vplyv makromorfológie PET vláken na vyfarbenie
- 17 *Colanceska-Ragenovic, K., Ilievska, S., Prendov, S., Dimova, V., Stamatovská, V.*  
Syntézy niektorých N-arylnonamidov a hodnotenie ich vplyvu v procese bielenia bavlnenej priadze s H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

Z VEDECKOVÝSKUMNÝCH A VÝVOJOVÝCH PRACOVÍSK

- 21 *Odvárka, J., Průšová, A.*  
Vplyv zložiek pracích detergentov na zmenu odstínu farebnej textílie
- 25 *Herchlová, I.*  
Výsledky posudzovania zhody ostatných určených výrobkov vo VÚTCH-Chemtex s.r.o Žilina
- 28 *Körmendyová, E., Marcinčin, A.*  
Mikroreológia a morfológia vláknootvorných zmesí polymérov
- 35 ZO ZAHRANIČNÝCH ČASOPISOV
- 41 Z KONFERENCIE



Vážení priatelia,

Dostáva sa Vám do rúk prvé tohoročné číslo časopisu „Vlákna a textil“. Ku koncu minulého roku došlo k niektorým organizačným zmenám vo vydávaní časopisu. Okrem iného, rozšíril sa počet na vydávaní časopisu zainteresovaných organizácií, čo je dobré východisko do nového ročníka a do ďalšieho obdobia.

Časopis „Vlákna a textil“ reprezentuje dnes úprimnú snahu inštitúcií, ktoré sa podielajú na jeho vydávaní, o zachovanie a zveľadenie vedeckého a odborného odkazu uplynulých 50 rokov v odbore vlákien a textilu na Slovensku i v Českej republike.

Napriek tomu, že v súčasnom období textilný priemysel vo vyspelých štátoch Európy prežíva depresiu a vláknarský priemysel vykazuje nižšie prírastky v porovnaní so svetovou produkciou, vyvíja sa v európskom priestore enormné úsilie o transformáciu týchto odvetví a to v oblasti výskumu, výroby i vzdelávania.

Pred niekoľkými rokmi vznikla v rámci EU asociácia univerzít s textilným zameraním AUTEX (Association of Universities for Textiles), ktorá združuje univerzitné inštitúcie a pracoviská s vrcholovým vzdelávaním (bakalárske, inžinierske a doktorandské) v odbore „Textil“. Pod pojmom „textil“ pritom patria technologické, materiálové i ekonomicke aspekty prírodných i chemických vlákien, textiliu a odevníctva.

V rámci spolupráce európskych textilných združení AUTEX, TEXTRANET, EURATEX a ďalších sa v súčasnom období vypracoval spoločný postup a programy v oblasti výskumu a vývoja pre 6. Rámčový program EU. Tieto výskumné programy sa orientujú veľmi konkrétnie na budúce „inteligentné“ produkty textilu, ktoré by mali byť základom transformačného procesu a hnacím motorom ďalšieho rozvoja tohto dôležitého odboru v Európe.

Ukazuje sa, že v súčasnom konkurenčnom prostredí nie je iná alternatíva ako sústredeným a efektívny výskumom, vývojom a aplikáciou nových technológií a materiálov udržať konkurencieschopnosť textilnej produkcie. Pri nových, inovovaných technológiách a výrobkoch si odbor textilu nevystačí sám, ako tomu bolo v prevažnej miere doteraz. Veľmi efektívne sa ukazuje využívanie poznatkov a priamo odborníkov zo súčasne sa rýchlorozvíjajúcich odborov ako je mikroelektronika, informatika, biotehnológia a ďalších.

Aj časopis „Vlákna a textil“ chce prispiť svojím dielom k transformačnému procesu v textile v našom priestore. V súlade so súčasným trendom vo svete sa bude rozširovať v blízkej budúcnosti najmä v elektronickej forme s obmedzeným nákladom klasickej formy.

Redakčná rada časopisu a spoluvedúvajúce organizácie privítajú každú iniciatívu na zvýšenie jeho úrovne a vytvoria priestor pre publikovanie prác nielen z výskumných a univerzitných pracovísk, ale tiež z vývojových pracovísk a tiež z výrobných podnikov.

Bratislava , marec, 2003

Prof. Ing. Anton Marcinčin, PhD

šéfredaktor

# MORPHOLOGY AND PROPERTIES OF POLYPROPYLENE/ POLYESTER BLEND FIBRES

Marinčin, A., \*Brajka, O., Ujhelyiová, A., Körmendyová, E., \*Staruch, R.

Slovak University of Technology, Faculty of Chemical and Food Technology, Department of Fibres and Textile Chemistry, Radlinského 9, 812 37 Bratislava, Slovak Republic  
E-mail: tmartin@chtif.stuba.sk

\*Research Institute for Man-Made Fibres, Štúrova 2, 059 01 Svit, Slovak Republic

In this paper the morphology of polypropylene/polyester (PP/PES) blend fibres and their mechanical and physical properties are discussed. Morphology of PP/PES blend fibres with 8% PES dispersed phase is characterised by deformation of dispersed PES particles in PP matrix in both spinning and drawing processes. The viscosity of PES melt plays important role in creation of morphology of PP/PES blend fibres. Low viscosity and composition of PES concentrates can provide a specific structure of blend fibres which has a positive effect on colour strength of exhaust dyed PP/PES fibres.

## 1. Introduction

Blend fibres based on polypropylene (PP) and polyester (PES) with majority of PP component provide an improvement of the very important properties of PP fibres such as dyeability by classical exhaust dyeing procedure, elasticity and sorption properties [1–3]. In general, blending of polymers represents an effective way to create the new polymer materials based on well known polymer components. However, most of polymer pairs are essentially immiscible. PP/PES blend belongs to this group of polymers, which provide in blending procedure a two phase system instead of homogeneous material [4]. The morphology and interface between polymer components in the blend play predominant role in determining the ultimate properties of blend fibres [5]. Interface with regard to their relatively significant part of blend is often considered as third phase [6].

Many papers in last time were devoted to the control of morphology and interface layers in order to improve a compatibility of immiscible polymer components [7]. Nonreactive and reactive compatibilizers have been used for polyolefin–polar polymer pairs. Especially, graft copolymers based on polyolefin-maleic anhydride, polyolefin–oxazoline and block copolymers were found as very effective for this purpose. Special fibres from two component and two phase fibre-forming blend have been most often prepared till this time [2, 8–10].

From the point of specific structure and morphology, two groups of polymer blends and fibres were presented: First, the miscible blends based on polyamides and on polyesters and fibres made from them. Second, the three component polymer blends which are characterized as *in situ* reinforced and obtained by the melt blending of two miscible polymers e.g. polyamides (PA6/PA66) or polyesters (PET/polybutylene tereph-

thalate-PBT) with immiscible polymers such as polyethylene terephthalate (PET) or (PP) [11]. The chemical composition of the homopolymers influences the blend morphology. While the PA66/PA6 or PET/PBT blends form a homogeneous phase in the melt, the separation of components in PET/PA6 and in PP/PES blend was observed.

The specific composite structure in three component blends can be formed after thermal treatment of drawn fibres above melting temperature one of component (PA6, PBT) but under melting temperature of PA66 or PET. The components with the smallest melting temperature are disoriented under this conditions and remaining components retain their microfibrillar shape. Composite like structure is created by this way [12, 13].

In this paper the influence of the molecular weight ( $M_w$ ) of PET on morphology and properties of the blend PP/PET fibres are presented. Further, the preparation, morphology and properties of the three component PP/PES fibres with specific composite structure are discussed. PES component has formed the minority phase in PP and consist of the PET, PBT and PET/PBT blend.

## 2. Experimental

### 2.1 Materials and processing

Commercial engineering-grade polymers polypropylene PP TG 920, MFI = 12g/10min (Istrochem, Slovakia), polyethylene terephthalate PET (SH Senica, Slovakia) and polybutylene terephthalate (PBT Celanex 2000, TICONA AG, Germany) in the experimental work were used.

Polyester for blending with PP before spinning was in chips form: 1. as homopolymers or 2. in "concentrate

form" as blend of PES with PP. Concentrate form of polyester additive were prepared by blending of powder components using the twin-screw extruder  $\phi$  28mm at 275 °C.

Laboratory spinning line with extruder  $\phi$  30mm and with dynamic homogenizer for preparation blend PP/PES fibres was used. Spinning temperature was 275 °C and spinning speed was 100m/min. Fibres were drawn to  $\lambda = 3$ . Fineness of fibres was  $T_d = 333 \times 40$ .

## 2.2 Review of material used

### 1. Polypropylene PP TG 920, MFI = 12g/min

PET polymers

2. PET (bottle), IV=1,0 lg<sup>-1</sup>  $M_w=16827$ g/mol
3. PET MM (silk), IV=0,7 lg<sup>-1</sup>  $M_w=14147$ g/mol
4. PET L (prepol.), IV=0,5 lg<sup>-1</sup>  $M_w=12100$ g/mol
5. PET LN (prepol.), IV=0,5 lg<sup>-1</sup>  $M_w=10145$ g/mol

PET concentrates

6. PP/PET L 20/70 (with 10% of dispersing agent)
7. PP/PBT 20/70 (with 10% of dispersing agent)
8. PP/PBT/PET L 20/35/35 (with 10% of dispersing agent)

PP/PES blend fibres

9. PP/PET blend fibres, 8% PET in PP, using the PET with different  $M_w$ , No 2-5
10. PP/PES blend fibres, 8% PES in PP, using the PET and PBT "concentrates", No 6-8

## 2.2 Methods used

Rheological properties: Measurement and evaluation of the rheological properties are described in [10]. The Newton law and Oswald de Waele power law were used for determination of basic rheological parameters: power law index  $n$  which characterises a deviation from Newtonian behaviour of the polymer melt and apparent viscosity  $\eta$  at constant shear rate.

Mechanical properties of fibres: Standard Instron 1112 apparatus was used for measurement of tenacity and elongation of the PP/PES fibres. Statistical evaluation of the variance in mechanical properties was suggested as parameter of structure unevenness of blend fibres.

DSC 7 (Perkin Elmer) was used for evaluation of thermal properties of blend PP/PES fibres and for estimation of supermolecular structure and mutual interaction of components at interface.

Morphology of PP/PES blend fibres: Basic geometrical size of the PES particles (dispersed phase) were evaluated using microscopy observation and measurements after dissolving of PP matrix in xylene at temperature 140 °C and after separation of the PES microfibrills.

Dyeing of PP/PES blend fibres: The dyeing procedure for PET fibres was used for exhaust dyeing of PP/PES blend fibres at 100 °C.

Colouristic measurements: The Datacolor ULTRASCAN XE fy Hunterlab for evaluation of colouristic parameters expressed in CIELab terms was used.

## 3. Results and discussion

### 3.1 PP/PET blend fibres

Significant influence of the molecular weight of PET on morphology of blend PP/PET fibres was found out on the basis of microscopic measurements of the size and shape of PET dispersed phase. Results reveal that disperse PET phase under deformation conditions in spinning and in drawing processes forms in PP matrix a deformed particles – microfibrills with different length and thickness in dependence on PET molecular weight. Length of microfibrills significantly increases with decrease of molecular weight of PET (Fig. 1). Distributions of the length of microfibrills on the Figures 1a and 1b for undrawn and drawn PP/PET fibres show that PET with high molecular weight (with high melt viscosity) provide the particles with smaller length in comparison with low molecular weight of PET. Undrawn blend fibres containing the PET with high  $M_w$  exhibit very small deformation and they have quasi spherical shape. In drawing conditions these particles under external tension and interface interactions are deformed into microfibrills with length about 20  $\mu\text{m}$ .

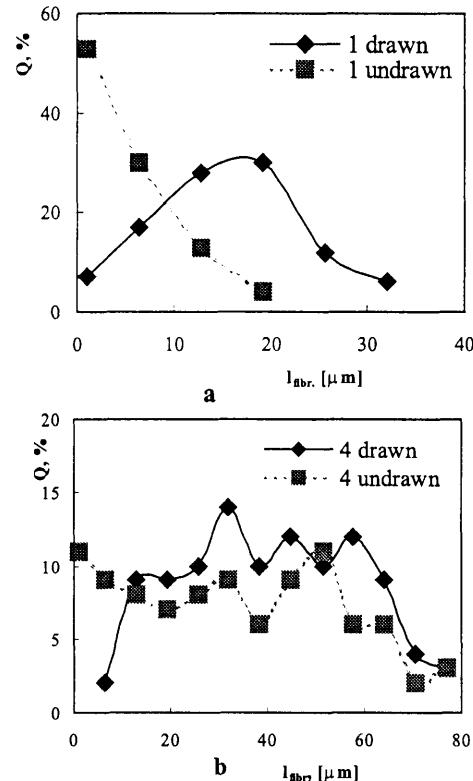
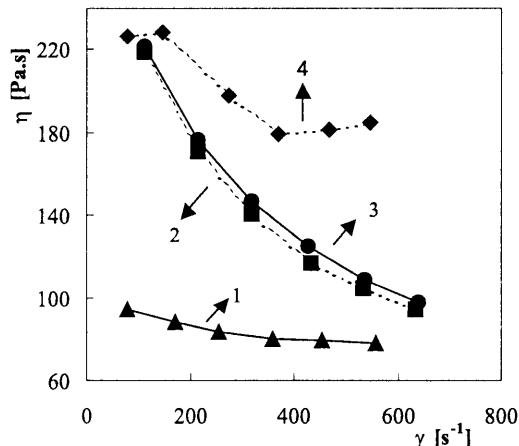


Fig. 1 Distribution of the length  $l$  of PET microfibrills in PP matrix for PP/PET blend fibres (8% PET) after dissolution of the PP in xylene at 140 °C, for PET-bottle (a) and PET-prepol. (b)



**Fig. 2** Dependences of apparent melt viscosity on shear rate for PP TG 902 (3), PET L (1), PP(92%)/PET L (8%) (2) and for PET (bottle) (4)

In opposite PET with low  $M_w$  (PET LN) provides in PP matrix microfibrills deformed to high level in spinning conditions and drawing deformation does not influence significantly the size and shape of PET dispersed phase.

Distribution curves of the length of microfibrills for undrawn and drawn blend fibres are very different (Fig. 1). It can be assumed, at the same interface interaction between PP and PET the main reason of different PET

**Table 1** Mechanical-physical properties, tenacity P, elongation  $\varepsilon$  and their coefficient of variance CV for PP/PET fibres, termodified at 100 °C, 3 hours,  $\varepsilon = \text{const}$ .

Blend fibres	P cN/dtex	CV <sub>P</sub> %	$\varepsilon$ %	CV <sub><math>\varepsilon</math></sub> %
PP TG 920	1,3	3,6	24,5	5,9
PP+8%PET (bottle, $M_w=16830$ )	1,3	4,7	25,5	3,9
PP+8%PET MM (silk, $M_w=14150$ )	1,2	3,6	28,8	3,8
PP+8%PET L (prepol, $M_w=12100$ )	1,0	3,1	29,5	3,4
PP+8%PET LN (prepol, $M_w=10150$ )	1,0	3,0	29,7	3,7

particle deformation consist in various ratio PP/PET viscosity.

Melt viscosity of PET (bottle) is higher and for PET L is in opposite lower than PP melt viscosity (Fig. 2). In this case transfer of deformation forces through interface is more effective at lower PET viscosity.

Deformation of dispersed particles in PP matrix under preparation conditions has not positive influence on tenacity of fibres. Tenacity of blend fibres decrease with decrease of  $M_w$  of PET phase and elongation slightly increase (Table 1). It means, that high molecular weight of PET have a positive role in physical-mechanical properties of PP/PET blend fibres, despite of their higher structural and morphology unevenness.

### 3.2 PP/PES blend fibres

From previous results it can be derived, that low molecular weight of PET phase in PP matrix has a positive influence on deformation of dispersed particles in PP matrix in spinning conditions. It can be also assumed, that efficiency of exhaust dyeing of PP fibres, modified by polyester additives will be higher at high developed PP/PES interface. PES concentrates consisting of PP, PES and compatibilizers, have a significant decrease in viscosity of blends, if PET/PBT as PES component was applied (Table 2). Viscosity of concentrates at small deviation from Newtonian behaviour ( $n$ ) is 3–5 times lower than those for unmodified PET.

**Table 2** Rheological parameters of PP and PES concentrates as polymeric additives for PP fibres at 275 °C; n – power law index,  $\eta_{500}$ ,  $\eta_{1500}$  – Viscosity at shear rate 500 s<sup>-1</sup> and 1500 s<sup>-1</sup>

Polymers	n	$\eta_{500}$ Pas	$\eta_{1500}$ Pas
PP TG 920	0,55	115,0	72,0
PP/PET L	0,88	18,4	16,2
PP/PET L:PBT (1:1)	0,64	14,4	9,8
PP/PBT	1,00	31,5	32,0

**Table 3** Thermal analysis of the PP/PES blend fibres (8 % PES) using the PP/PES “concentrates” for blending with PP before spinning,  $T_m$  – melting point,  $\Delta H_{mexp}$  – melting enthalpy – experimental,  $\Delta H_{mcalc}$  – melting enthalpy – calculated

Samples of fibres	Concentrates	$T_m$ °C	$\Delta H_{mexp}$ J/g	$\Delta H_{mcalc}$ J/g	$\Delta H_{mexp} - \Delta H_{mcalc}$ J/g
$T_m$ and $\Delta H_m$ for PP component					
1	PP/PET L 70/30	163,4	77,2	78,5	-1,31
2	PP/PET L 30/70	157,1/163,0	61,8	78,1	-16,28
3	PP/PBT 70/30	160,7/164,7	75,1	78,5	-3,41
4	PP/PBT 30/70	161,2/165,6	56,7	78,1	-21,38
$T_m$ and $\Delta H_m$ for PET L component					
1	PP/PET L 70/30	220,8	3,01	3,33	-0,32
2	PP/PET L 30/70	219,4	2,73	3,33	-0,60
$T_m$ and $\Delta H_m$ for PBT component					
3	PP/PBT 70/30	255,5	1,68	4,31	-2,63
4	PP/PBT 30/70	254,3	1,75	4,31	-2,56

**Table 4** Colour difference  $\Delta E_{cmc}$  (CIELab) of PP/PES blend fibres (8 % PET), dyed by exhaust method using Terasil gelb BRLF, Terasil rosa 2GLA and Foron blau S-BGL 200 and procedure for dyeing of PET fibres at 100°C, related to PP standard fibres. Composition of concentrates (PP/PES = 30/70); 1 – before reduction washing, 2 – after reduction washing

Blend fibres	$\Delta E_{cmc}$ (CIELab)						
	Terasil gelb		Terasil rosa		Foron blau		
	BRFL	2GLA	s-BGL 200	1	2	1	2
PP/PET L	36,8	56,1	26,9	31,5	17,0	21,8	
PP/PETL:PBT (1:1)	35,1	52,8	26,0	29,6	17,2	21,1	
PP/PBT	32,5	50,8	22,6	26,1	15,8	19,6	

Experimental and calculated melting enthalpy of PP/PES fibres indicate the significant effect of concentrate composition on supermolecular structure of components in the blend fibres and structure at interface. In this case experimental melting enthalpy of components represents lower values in comparison with calculated ones (Table 3). In particularly, high difference between experimental and calculated values was observed at higher content of PES in concentrates. The loss in crystallinity of PP matrix it can be assumed in this case. It can be due to by ultra fine dispersion of PP in PET particles of concentrates, all dispersed in PP matrix and by creation of specific morphology of this kind of blend. This morphology provides the higher colour strength of PP/PES blend fibres dyed by exhaust procedure using disperse dyes (Table 4).

#### 4. Conclusion

- High molecular weight of PET dispersed in PP fibres leads to creation of less deformed PET particles in

PP matrix in spinning line in comparison with low molecular PET.

- Specific morphology of PP/PES blend fibres is expected when PES component is added to PP in form of PP/PES concentrate.
- High developed interface PP/PES has a positive effect on colour strength of blend fibres, dyed by exhaust method.

#### 5. References

1. Sengupta A.K., Senk, Mukhopadayay A.: Text Res. J. 56, 1986 p. 511
2. Marcinčin A., et al: Fibres and Textiles in Eastern Europe 8, 2000 p.66
3. Ruy L.: Chem. Fibres Int. 47, 1977 p. 376
4. Housti-Miettinen R., Seppälä J., Ikkala O.T.: Polym. Eng. Sci. 32, 1993 p. 868
5. Pang Y.X., Jia D.M., Hu H.J., Hourston D.J., Song M., Polymer 41, 2000 p.357
6. Okoroafor E.U., Villemaire J.P., Agassant J.F., Polymer 33, 1992 p.5264
7. Van Durin M., Borggreve R.J.M., In: Al-Malaika S, editor Reactive modifiers for Polymers, London: Blackie Academic and Professional 1997 p.133
8. Traub H.L., Hirt P., Herlinger H.: Chem. Fibers Int. 45, 1995 p.110
9. Opperman W., Hirt P., Fritz C.: Chem. Fibers Int. 49, 1999 p.33
10. Marcinčin A.: Prog. Polym. Sci. 27, 2002 p.853
11. Evstatiev M., et al: J. Appl. Polym. Sci. 67, 1998 p.723
12. Fakirov S., Evstatiev M.: Adv. Mater. 6, 1994 p.395
13. Evstatiev M., Fakirov S., Friedrich K.: Appl. Comp. Mater. 2, 1995 p.93

Acknowledgement: Support of the Grant agencies APVT (Grant No 20-010102) and VEGA (Grant No A26-FCHPT, STU ) is appreciated.

Received: march 2002

# MORFOLÓGIA A VLASTNOSTI POLYPROPYLÉNO-VÝCH/POLYESTEROVÝCH ZMESNÝCH VLÁKIEV

Translation of Article:  
**Morphology and Properties of Polypropylene/Polyester Blend Fibres**

Článok pojednáva o morfológii polypropylénových/polyesterových (PP/PES) zmesných vlákien a o ich fyzikálno-mechanických vlastnostiach. Morfológia zmesných PP/PES vlákien s 8% PES dispergovanej fázy je charakterizovaná deformáciou dispergovaných PES častíc v PP matrici pri zvláknení a dĺžení. Dôležitú úlohu pri tvorbe morfológie PP/PES zmesných vlákien má viskozita PES taveniny. Nízka viskozita a zloženie PES koncentrátorov umožňujú tvorbu špecifickej štruktúry zmesných vlákien, ktorá má pozitívny vplyv na farebnú silu pri farbení PP/PES vlákien klasickým vytáhovacím postupom.

## 1. ÚVOD

Príprava zmesných vlákien z polypropylénu (PP) a polyesteru (PES) s majoritným obsahom PP zložky umožňuje zlepšenie veľmi významných vlastností PP vlákien, ako sú zlepšenie vyfarbenia klasickým vytáhovacím spôsobom, zvýšenie elasticity a sorpcích vlastností [1–3]. Zmesovanie predstavuje efektívnu cestu prípravy nových polymérnych materiálov, ktorá využíva známe polymery. Väčšina polymérov je v zásade nemiešateľná. PP/PES zmes patrí ku skupine polymérov, ktorá tvorí pri miešaní dvojfázový systém namiesto homogenného materiálu [4]. Pre konečné vlastnosti zmesných vlákien má dôležitú úlohu morfológia a medzifázová vrstva medzi polymérmi zložkami [5]. Relatívne významné postavenie medzifázovej vrstvy – medzifázy v zmesi umožňuje ju považovať za tretiu fázu takéhoto polymérneho systému [6].

Veľa publikácií bolo v poslednom čase venovaných riadeniu morfológie a medzifázových vrstiev s cieľom zlepšenia kompatibility nemiešateľných polymérnych zložiek [7]. Pre polyolefin–polárne polymery sa najčastejšie použili nereaktívne a reaktívne kompatibilizátory. Pre tieto účely sa ako veľmi efektívne ukázali očkovane kopolymery. V poslednom čase sa najčastejšie prípravujú špeciálne vlákna z dvojzložkových vláknootvorných zmesí [2, 8–10].

Z hľadiska tvorby špeciálnej štruktúry a morfológie sa prezentujú v práciach dve skupiny polymérnych zmesí a vlákien:

1. miešateľné zmesi založené na PA a PES a vlákna z nich vyrobené,
2. trojkomponentné zmesi, ktoré sú charakterizované ako *in situ* vystužené a získané miešaním pri tavení dvoch miešateľných polymérov, napr. PA (PA6/PA66) alebo PES (PET/PBT) s nemiešateľným polymérom ako sú PET a PP [11].

Morfológiu zmesi ovplyvňuje chemické zloženie kopolymérov. Kým PA66/PA6 alebo PET/PBT zmesi tvoria v tavenine homogénnu fázu, v PET/PA6 a PP/PES zmesiach sa zistila separácia zložiek.

Špecifická zložitá štruktúra v trojkomponentných zmesiach sa môže vytvoriť pri termickom opracovaní vlákien nad teplotou tavenia jednej zložky (PA 6, PBT) ale pod teplotou tavenia druhej zložky, napr. PA66 alebo PET. Pri daných podmienkach sú zložky s nižšou teplotou tavenia dezorientované a zvyšné zložky udržujú ich mikrofibrilárny tvar [12, 13].

V práci sa prezentuje vplyv molekulovej hmotnosti (Mw) PET na morfológiu a vlastnosti zmesných PP/PET vlákien. Ďalej sa sleduje príprava, morfológia a vlastnosti trojzložkových PP/PES vlákien so špecifickou štruktúrou, kde PES zložka tvorí minoritnú fázu v PP a obsahuje PET, PBT a PET/PBT zmes.

## 3. VÝSLEDKY A DISKUSIA

### 3.1 PP/PET zmesné vlákna

Na tvorbu morfológie zmesných PP/PET vlákien má významný vplyv molekulová hmotnosť PET, čo bolo potvrdené mikroskopickými meraniami veľkosti a tvaru dispergovanej PET fázy v PP matrici. Výsledky ukazujú, že pri podmienkach zvlákňovania a dĺženia dispergovanej PET fázy tvorí v PP matrici deformované častice mikrofibril s rôznou dĺžkou a hrúbkou v závislosti od molekulovej hmotnosti PET. Dĺžka mikrofibril významne rastie so znížením molekulovej hmotnosti PET (Obr. 1). Distribúcia dĺžky mikrofibríl (Obr. 1a a 1b) pre nedĺžené a dĺžené PP/PET vlákna ukazuje, že PET s vyššou molekulovou hmotnosťou (vyššou viskozitou taveniny) tvorí častice s menšou dĺžkou v porovnaní s nízšou molekulovou hmotnosťou PET. Nedĺžené zmesné vlákna s PET s vysokou Mw obsahujú častice s veľmi malou deformáciou a majú kvázi sférický tvar. Pri pôsobení vonkajšieho napäťia a medzifázových interakcií pri dĺžení tieto častice sú deformované do mikrofibríl s dĺžkou nad 20 µm.

Naopak, PET s nízkou molekulovou hmotnosťou Mw (PET LN) tvorí v PP matrici vysokodeformované mikrofibrily už pri zvlákňovaní a dĺženie významne nevplýva na veľkosť a tvar dispergovanej PET fázy.

Distribučné krivky dĺžky mikrofibríl pre nedízené a dĺžené zmesné vlákna sú veľmi rozdielne (Obr. 1). Je možné predpokladať, že pri rovnakých medzifázových interakciách medzi PP a PET je hlavnou príčinou rozdielnej deformácie PET častíc rozdielna viskozita zložiek PP a PET.

Viskozita taveniny PET (bottle) je vyššia a pre PET L je naopak nižšia ako viskozita taveniny PP (Obr. 2). Prechod deformačných síl cez interfázu je efektívnejší pri nižšej viskozite PET.

Rozdielnosť deformácie dispergovaných PET častíc v PP matrici pri podmienkach prípravy nemá významnejší vplyv na pevnosť vláken. Pevnosť zmesných vláken sa znižuje so znižovaním MwPET fázy a ľažnosť málo stúpa (Tab. 1). Je možné predpokladať, že vysoká molekulová hmotnosť PET pozitívne ovplyvňuje mechanickofyzikálne vlastnosti PP/PET zmesných vláken i napriek ich vyššej štruktúrnej a morfologickej nerovnomernosti.

### 3.2 PP/PES zmesné vlákna

Z predchádzajúcich výsledkov vyplýva, že nízka molekulová hmotnosť PET fázy v PP matrici pozitívne vplyva na deformáciu dispergových častíc v PP matrici pri zvlákňovaní. Tiež je možné predpokladať, že účinnosť farbenia PP vláken modifikovaných PES aditívmi klasickým spôsobom bude vyššia pri vysoko rozvinutej PP/PES medzifáze. Výrazný pokles viskozity PES koncentrátorov obsahujúcich PP, PES a kompatibilizátor je pri zmesiach s použitím PET/PBT ako PES zložky (Tab. 2). Viskoza týchto koncentrátorov pri malej odchýle-

ke od Newtonského chovania ( $n$ ) je 3–5-krát nižšia ako pre nemodifikované PET.

Experimentálna a vypočítaná entalpia tavenia PP/PES vláken ukazuje na významný vplyv zloženia koncentrátorov pri tvorbe nadmolekulovej štruktúry zložiek v zmesných vláknach a štruktúry medzifázy. V takomto prípade hodnoty experimentálnej entalpie tavenia zložiek sú nižšie v porovnaní s vypočítanými (Tab. 3). Pri vyššom obsahu PES v koncentráte bol získaný výši rozdiel medzi experimentálnymi a vypočítanými hodnotami. V takomto prípade je možné predpokladať, že strata kryštalinity PP matice môže byť spôsobená ultra jemnou disperziou PP v PET časticach koncentrátu, ktoré sú následne ešte dispergované v PP matrici a tvoria špecifickú morfológiu takého typu zmesi. Táto morfológia umožňuje získanie vyšej farebnej sily PP/PES zmesných vláken farbených vyťahovacím postupom za použitia disperzných farbív (Tab. 4).

## 4. ZÁVER

- Vysoká molekulová hmotnosť PET dispergovaneho v PP vláknach vedie k tvorbe nižšej deformovateľnosti PET častíc v PP matrici pri zvlákňovaní v porovnaní s PET s nižšou Mw.
- Predpokladá sa tvorba špecifickej morfológie PP/PES zmesných vláken, keď PES zložka je pridávaná do PP vo forme PP/PES koncentrátu.
- Vysoký podiel medzifázy PP/PES má pozitívny vplyv na farebnú silu zmesných vláken farbených vyťahovacím postupom.

# INFLUENCE OF PET FIBRE MACROMORPHOLOGY ON DYEING

Murárová A., Hodul P.

Slovak University of Technology in Bratislava, Faculty of Chemical and Food Technology, SK  
e-mail: murarova@chelin.chtf.stuba.sk

In the contribution the influence of geometric PET fibre modification on dyeing was evaluated. Apart from finesse, fibres' profile in cross-section and longitudinal direction were investigated. The fibres profile was modified in cross-section direction through different spinning nozzles and in longitudinal direction while texturing. PET fibres were dyed with disperse dyes by a using exhaust method, from a dye bath. The fibre geometry was expressed using several parameters retrieved through the picture analysis.

The dyeing was evaluated according the CIELab program.

Dominant geometric parameters of PET fibres for color strength K/S and other properties were identified.

**Key words:** PET fibres, geometry, dyeing, properties

## 1. INTRODUCTION

New PET fibre preparation processes based on geometric fibre modification principle allow the gain fibres with some preferable properties. These are mainly physical properties influenced by fibre geometry. Among these are utility properties that are thanks to geometric modification comparable with the natural fibre [1, 2]. From this point of view the geometric modification of PET fibres is very important. The geometrically modified fibres differ from the classic smooth ones with a circular profile by showing different parameters in cross-section and longitudinal profile. Changing the cross-section profile can be achieved through several proceedings. Among these is spinning nozzle with profiled holes. When keeping to a specific rheological regime in the process of PET polymer spinning, the fibre profile is similar to the one of the spinning nozzle.

The fibres texturing process is a geometric modification prevailing in longitudinal direction of fibre. The simultaneous profile change in both cross-section and longitudinal direction occurs during several texturing processes [3, 4]. When geometric fibre modification occurs during spinning and forming a variety of shapes and sizes of fibre surface are achieved. Different variables and their equivalents that more or less express difference from the classical circular shape are used for evaluating purposes. Apart from the real and equivalent perimeter and cross-section profile surface, more fibre geometry indicators are being used such as [5, 6, 7]:

- Ramification degree  $R$
- Forming factor  $q$
- Fibre profile perimeter  $O$
- Fibre profile area  $S$
- Measuring surface  $a$

The above stated geometric parameters are determined through analysis of cross-section and longitudinal profile picture using computer programs.

In order to dye geometrically modified PET fibres often the same dyeing procedures as for classical fibres are being used. Dye diffusion on fibre surface and consequent sorption of dye into sorption centers of polymer is technologically important. In order to achieve this different auxiliary agents are being used that improve the dyeing process. Usually, the dye producer supply the receipt for dyeing process together with all auxiliary agents needed during dyeing. Disperse dyes are used for PET chemically unmodified fibres.

When examining dyeing processes, it is generally accepted that dye diffusion occurs mainly in amorphous areas [8]. In practice, the dye concentration on fabric is being evaluated respectively dyeing force is being determined. K/S is from Kubelka-Munk equation defined.

K – absorption coefficient is the function of dye concentration on fibre.

S – scattering coefficient is the function of material [9].

The CIELab method defining quantitative color difference between standard and a given sample is used for an objective mathematical explanation. The color difference  $\Delta E^*$  is characterized by radiance deviation  $\Delta L^*$ ,  $\Delta C^*$  and hue  $\Delta H^*$  [10]. Color properties are optical properties. In interactions with properties of fibre area and shape few more are added such as shine, brilliance and others. It is a well known fact that dye concentration in order to reach color saturation is proportional to square-root of linear densities ratio of given fibres at circular shape of cross-section profile [11].

$$c_1 = c_2 \cdot (T_2 / T_1)^{1/2}$$

$c_1, c_2$  – dye concentration on fibre,  $T_1, T_2$  – linear density of fibre

Based on the supposition stated earlier in the text the assumptions can be extended to noncircular fibre. Thus influence of geometric modification on fibre dyeing can be evaluated.

## 2. EXPERIMENTAL

### 2.1 Physical modified PET fibres

The fibres were prepared from PET polymer  $\eta_{\text{rel}} = 1,645$  with  $\text{TiO}_2$  of 0,5 % volume concentration on spinning machine using profilated spinning nozzles in **G**, **Y**, **⊕** and **●** form. Temperature and deforming regime was equalized for all fibres. Melt temperature of polymer on nozzle was 288 °C and fibre spinning speed was 2500 m/min. Basic parameters of supermolecular fibre structure correspond to POY structure;  $f_a = <0.272-0.417>$ ,  $\beta = <0.13-0.15>$ . Five types of fibres were prepared that were extended to a drawing ratio  $I = 1.88$  with linear density  $T_{dt} = 84$  dtex. Furthermore the fibres were textured frictionally on a Barmag FK-6 machine with ceramic discs and air on Barmag AM-4 machine on final fibres. Table 1 shows the prepared fibres with different profiles in cross-section and longitudinal direction and their indicating.

### 2.2 Dyeing procedure

The fibres were dyed with a dye exhaust method on Mathis labomat BFA 8 machine. Liquor ratio was 1 : 70. The Terasil Blau 3RL made by Ciba Geigy – disperse dye was used. Dye concentration in the bath that is related to amount of fiber was 1.5 %.

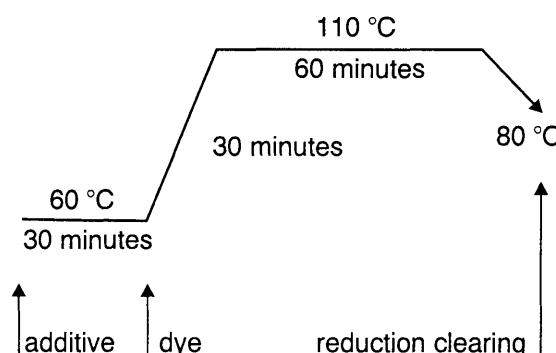
Pre-washing: Bath: 2 g/L Slovapon N  
2 g/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

Pre-washing time: 20 minutes

Pre-washing temperature: 60 °C

Dyeing: Bath: x g Terasil Blau 3RL  
1 g/L Kortamol NNO (dispersant)  
1 g/L  $\text{Na}_2\text{SO}_4$   
1 g/L  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$   
 $\text{pH} = 5.5$  (by formic acid)

Dyeing regime of time and temperature:



Reduction clearing: Bath: 1 g/L sodium dithionite  
2 ml/L  $\text{NaOH}$  38° Bé  
1 g/L Slovapon N  
Clearing time: 15 minutes  
Clearing temperature: 75 °C  
Laboratory machine: Mathis turbo

Table 1 PET fibres samples indications

Longitudinal fibre profile	Spinning nozzle profile	Number of holes in spinning nozzle	Fibres indications
Smooth fibres			
1.	●	48	84/48 O SM
2.	Y	36	84/36 Y SM
3.	⊕	17	84/17 A SM
4.	⊖	12	84/12 AB SM
5.	G	17	84/17 G SM
Textured by friction			
6.	●	48	84/48 O FT
7.	Y	36	84/36 Y FT
8.	⊕	17	84/17 A FT
9.	⊖	12	84/12 AB FT
10.	G	17	84/17 G FT
Textured by air			
11.	●	48	84/48 O AT
12.	Y	36	84/36 Y AT
13.	⊕	17	84/17 A AT
14.	⊖	12	84/12 AB AT
15.	G	17	84/17 G AT

## 3. EVALUATING METHODS

### 3.1. Cross-section profile evaluation method

Cross-section profiles of smooth fibres were scanned by electronic microscope through computer. By analyzing the figure the following parameters were defined: profile perimeter O, profile area S, ramification degree R, forming factor q and specific surface a.

### 3.2. Dye uptake

The influence of geometrical modification of fibers on dye uptake from dyeing bath was evaluated by estimation of the residual concentration of dye in bath using methanol as solvent on spectrophotometer at wavelength  $\lambda = 630$  nm.

### 3.3. Color properties

Using Datacolor Texlash machine we measured colority of smooth fibres, friction textured fibres and air textured fibres with dye concentration of 1.5 %. K/S color strength, color coordinates and  $\Delta E^*$  were defined using Osiris software for colorimetry, illuminant  $D_{65}$  10° standard observer.

## 4. RESULTS AND DISCUSSION

### 4.1. Fibres geometry

Geometric parameters of PET fibres were determined using the evaluating method stated earlier in the experimental of this document. Figure 1 shows cross-

**Table 2** Geometric parameters of extended smooth PET fibres, Tdt = 84 dtex

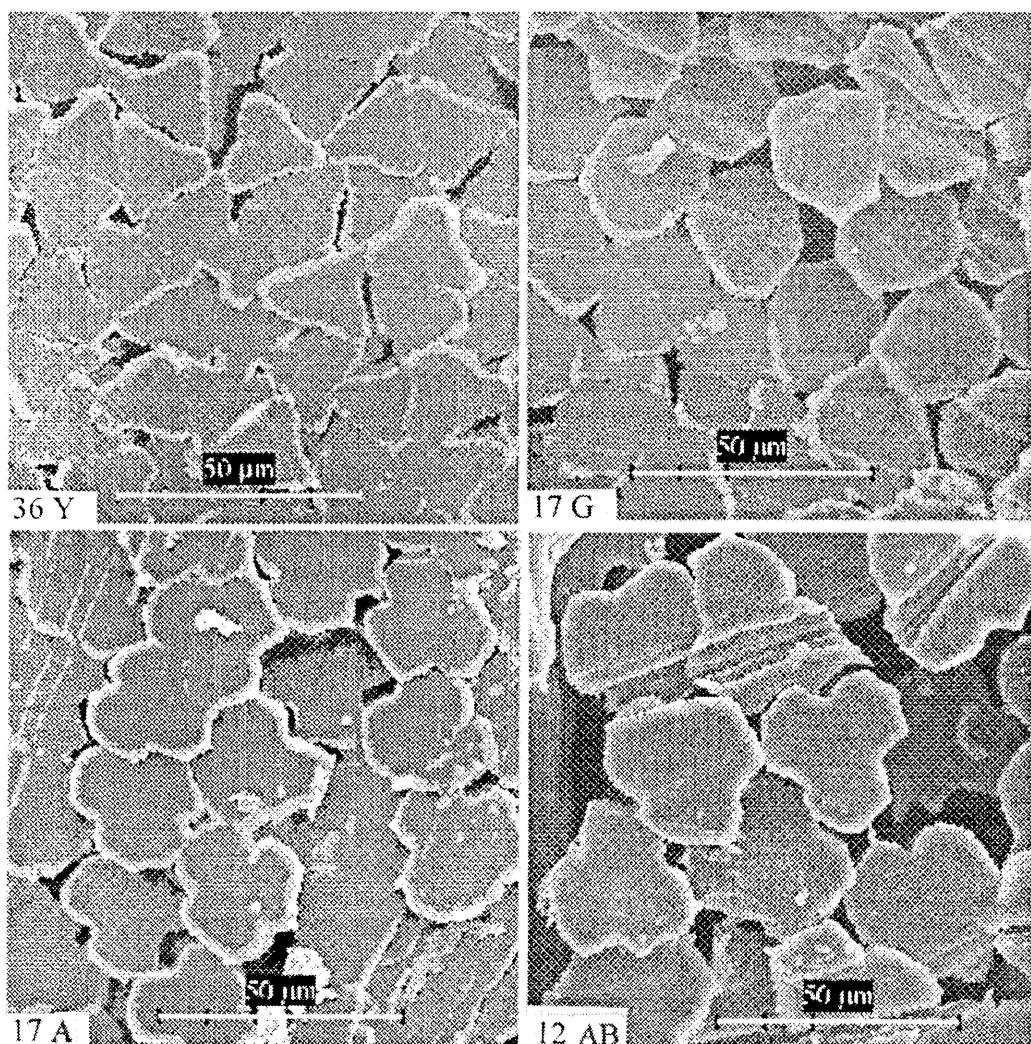
Profile	Unit linear density Td <sub>j</sub> , dtex	Cross-section profile perimeter O, $\mu\text{m}$	Cross-section profile area S, $\mu\text{m}^2$	Fibre ramification degree R	Fibers forming factor q	Fibers specific surface a, $\text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$
O	1,75	206	2980	14,3	0,058	241,3
Y	2,33	277	4380	17,5	0,180	233,3
A	4,94	376	8490	16,7	0,150	156,1
AB	7,00	422	11170	16,0	0,130	128,9
G	4,94	355	8390	15,0	0,097	148,9

section fibres profile, Table 2 lists their geometric parameters.

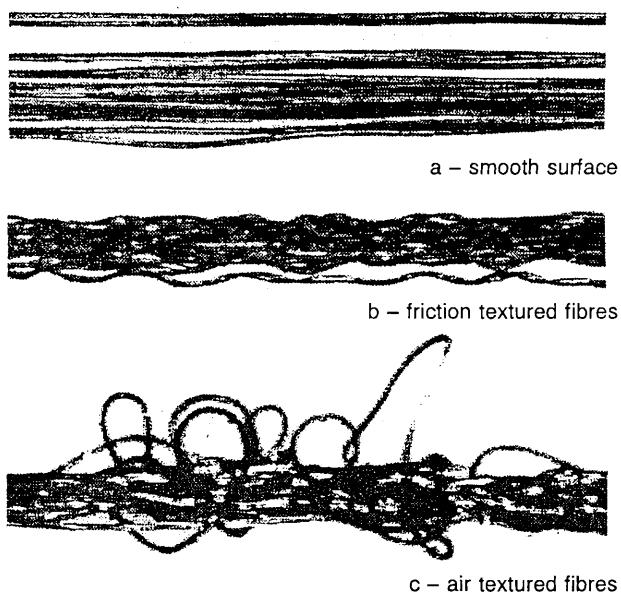
Perimeter and area of cross-section profile are two primarily measured geometric parameters that serve to calculate the R, q, a values. Table 2 shows which properties are more dependent on fibres fineness and which depend on fibre profile. Ramification degree and forming factor are strongly dependent on fibre profile form. For ideally circular profile the ramification degree is R = 12.6. The forming factor q is equal with the value for circle profile stated in literature [6]. On the other hand specific surface of fibre is more proportional to fibre

fineness. It expresses the size surface of fibres without pores. Perimeter and surface of cross-section profile is being changed not only in dependence of fineness but form of profile as well. Fibre with Y profile is the most irregular fibre. Fibre with G profile has forming factor q and ramification degree the closest to circular profile.

Fibre geometry in longitudinal direction was modified on three qualitatively different levels in extending and texturing. Smooth fibres, friction textured fibres and air textured fibres are shown on the Figure 2. Longitudinal fibres profile is often quantified via filling expressing fibres density of positioning. Fibre filling varies from 0 to 1.



**Fig. 1** Cross-section profile of fibres



**Fig. 2** Longitudinal profile of fibres

Smooth fibres show higher chroma value than textured fibres [6]. Air textured fibres are mutually less restrained positioned and their filling is under 0,5. Filling as well as presence of folds, arcs and loops on textured fibres influence optical properties of dyed fibres.

#### 4.2. Influence of macromorphology fibres on dyeing

Under equal original dye concentration of dyeing the dye uptake by fibres with different geometry varied approximately 20% between maximum and minimum values (Table 3). Morphology of more textured fibres is more favorable for dye uptake. These are the fibres in shape of anchor and anchor big (A, AB – and trilobal (Y – profile. The fibre with G profile ( $q = 0,097$ ) prepared on a spinning nozzle has morphology similar to circular profile. Its forming factor is  $q = 0,058$ . Their similarity is observed in dye exhaust values, too. Dye exhaust is the strongest with the air textured fibres and the weakest when done by smooth fibres. The influence of fibres cross-section geometry on dye exhaust is more important in comparison with longitudinal geometry. This fact influences the color strength of fibres.

#### 4.3. Influence of macromorphology fibres on color properties

Color material properties always depend on dye properties and fibres properties. Structure and macrostructure of fibres result in fibres properties. Expressing the macrostructure through geometric parameters both in cross-section and longitudinal directions the influence of geometric modification on color properties can be evaluated. Objective evaluation of color strength

**Table 3** Dye uptake – the Terasil Blau 3RL from dyeing bath,  $c = 1.5 \text{ g dye}/100 \text{ g fibres}$

Fibres	Dye uptake, %		
	smooth	Friction textured	air textured
84/48 O	78,1	83,9	84,0
84/36 Y	86,2	85,9	93,8
84/17 A	91,0	94,2	94,9
84/12 AB	81,8	84,3	87,8
84/17 G	75,2	80,1	81,2

**Table 4** Change of colorisitic properties influence cross-section and longitudinal geometric PET fibres dyeing with Terasil Blau 3RL,  $c = 1.5 \text{ g dye}/100 \text{ g fibres}$ , standard 84/48 O SM

Fibre	Coloristic properties				
	L*	C*	h	$\Delta E^*$	K/S
84/48 O	SM	38,6	41,1	272,2	– 11,62
	FT	36,4	43,4	272,7	3,24 16,53
	AT	37,2	41,3	272,7	1,43 13,37
84/36 Y	SM	42,5	41,8	268,3	4,83 9,80
	FT	36,8	44,6	273,4	4,37 16,38
	AT	41,6	41,3	268,9	5,14 10,26
84/17 A	SM	35,6	43,9	275,6	4,80 15,46
	FT	36,1	46,2	276,1	3,85 16,38
	AT	37,2	43,8	274,9	2,98 13,63
84/12 AB	SM	33,9	43,6	277,8	6,69 16,18
	FT	34,1	45,3	277,4	4,66 17,87
	AT	35,1	44,5	276,9	4,90 15,84
84/17 G	SM	37,6	40,4	272,2	1,28 12,39

K/S was based on by reflectance value. This characteristic depends on dye concentration on fibre and its surface geometry where reflectance and scattering occurs. Kubelka-Munk equation proves that the color strength K/S increases with dye concentration as light absorption increases. If light scattering increases in dependence on surface geometry, color strength reports lower value. From the table 4 can be observed that friction textured fibre has the highest color strength K/S values even though the highest dye concentration goes to air textured fibres (Table 3).

As a conclusion we can say hat the macrostructure of friction textured fibres is the most favorable for color strength increasing. The above stated can only be applied under experimental conditions mentioned in this document. Among other parameters influencing color strength are linear density and cross-section profile. Finer fibres such as 84/48 dtex and 84/36 dtex are less saturated than thicker fibres such as 84/12 dtex and 84/17 dtex fibres. Fibre profile textured in anchor (A, AB) show the highest color strength values. Forming factor and perimeter of fibre profile both influence this.

Evaluating the influence of cross-section fibres geometry on color properties we can say that smooth fibres have the lowest L\* lightness value. Air texturing causes increase in L\* when compared to friction texturing. With

a certain impact of cross-section and longitudinal fibre geometry interaction the trilobal form (Y) report the highest L\* value and the anchor big (AB) report the lowest L\* values. Apart from this fact finer fibres are brighter than thicker fibres according to evaluated samples.

C\* is the color chroma. Friction textured fibres report the highest saturation values than air textured fibres. Smooth fibres are the least saturated fibres. In Table 4 are fibres dyed under equal dye concentration in dyeing bath. Different color saturation is a result of fibres geometry (R, q, a) and light optic. Among evaluated fibres the 84/36 Y fibre meets the criteria for the highest brightness contrary to the 84/12 AB fibre for the lowest brightness. The 84/17 A is the most saturated and 84/17 G fibre the least saturated fibres when it comes to saturation evaluation. As a conclusion we can say that L\* depends mainly on fines of fibres and C\* depends on forming and ramification, Figure 1, Table 2. Results correspond with supermolecular (the orientation and the content of non-crystalline parts of fibres) and geometric structure of fibres and related sorption of disperse dye and fibre dye. Brightness increase under suitable scattering conditions of light on fibre was visually observed on Y textured fibres. Brilliance decreasing of textured fibres occurred as a consequence of higher fibre cross-section and longitudinal geometry deformation. Color difference  $\Delta E^*$  of geometrical fibres modification against standard fibre 84/48 O SM is positive in all cases. Fibres with profile G have the least color difference  $\Delta E^*$  which

causes similarity in the forming profile with standard fibre.

## 5. CONCLUSION

Geometric fibre modification in cross-section and longitudinal direction has an important influence on fibre dyeing. Most of the time geometric modification of PET fibres is given priority for their different usage properties. When evaluating fibres in general one cannot forget the influence of geometric modification on dyeing.

## 6. REFERENCES

- [1] Revíšáková J., Jambrich M., Murárová A.: Vlákna a textil 1, 92–96 (1994)
- [2] Murárová A., Jambrich M., Zamboj I., Revíšáková J.: Chem. Papers 47, 356–358 (1993)
- [3] Murárová A., Jambrich M.: Przegląd włókienniczy XLVII, 291–292 (1993)
- [4] Murárová A., Jambrich M.: Textil 48, 83–85 (1993)
- [5] Blažej A., Šutá Š.: Vlastnosti textilných vláken, Alfa, Bratislava (1982)
- [6] Neckář B.: Příze, SNTL, Praha (1990)
- [7] Murárová A., Krištofič M., Jambrich M.: Vlákna a textil 9, 135–138 (2003)
- [8] Jambrich M.: Fyzika vláken, Alfa, Bratislava (1987)
- [9] Grunert W.: Textiletechnik 38, 26–27 (1988)
- [10] Czechoslovak colorist, extra edition (1972)
- [11] Mačurák M.: Czechoslovak colorist 46, 17–25 (1990)

Acknowledgement: The present work was sponsored by the research grant VEGA 1/9147/02

Received: March 2002

# VPLYV MAKROMORFOLÓGIE PET VLÁKIEN NA VYFARBENIE

Translation of article:  
**Influence of PET fibre macromorphology on dyeing**

V príspevku sa hodnotí vplyv makromorfológie PET vláken na vyfarbenie. Profil vláken sa modifikoval v priečnom smere pri zvlákňovaní použitím zvlákňovacích hubíc s rôznymi otvormi a v pozdižom smere pri tvarovaní. PET vlákna sa vyfarbili disperznými farbivami vyťahovacím postupom z farbiaceho kúpeľa. Geometria vláken sa charakterizovala viacerými parametrami, ktoré sa získaли metódou analýzy obrazu. Vyfarbenie na vyhodnotilo kolorimetricky podľa programu CIELab. Zistilo sa, ktoré geometrické parametre PET vláken majú dominantný vplyv na silu vyfarbenia K/S a ďalšie koloristické vlastnosti.

**Kľúčové slová:** PET vlákna, geometria, vyfarbenie, vlastnosti

## 1. ÚVOD

Nové postupy prípravy PET vláken na princípe fyzikálnej modifikácie vláken v priečnom a pozdĺžnom

smere umožňujú získať vlákna s niektorými preferujúcimi vlastnosťami. Sú to najmä fyzikálne vlastnosti, ktoré ovplyvňuje geometria vláken. Patria k nim mnohé užitkové vlastnosti, ktoré sú porovnatelné s vlastnosťami

tami prírodných vlákien vďaka geometrickej modifikácii [1,2]. Z tohto hľadiska má geometrická modifikácia PET vlákien veľký význam. Vlákna so zmenenou geometriou sa líšia od klasických vlákien hladkých s kruhovým profilom parametrami v priečnom a pozdĺžnom profile. Zmenu priečneho profilu možno dosiahnuť viacerými postupmi. Jedným z nich je profilovaná zvlákňovacia hubica. Za dodržania istého reologického režimu pri zvlákňovaní PET polyméru, profil vlákna je viac-menej podobný profilu zvlákňovacej hubice.

Tvarovací proces vlákien je geometrická modifikácia prevládajúca v pozdĺžnom smere vlákna. Pri niektorých tvarovacích postupoch dochádza ku zmene profilu súčasne v priečnom i pozdĺžnom smere [3,4]. Pri geometrickej modifikácii vlákien pri zvlákňovaní i tvarovaní sa dosiahne rozmanitosť vlákien v tvare a veľkosti povrchu vlákien. Na vyjadrenie sa používajú rôzne veličiny a ich ekvivalenty, ktoré viac alebo menej vyjadrujú rozdiel od klasického kruhového tvaru. Okrem skutočného a ekvivalentného obvodu a plochy priečneho rezu, sa využívajú ďalšie ukazovatele geometrie vlákien napr. [5,6,7]:

- Stupeň rozvetvenia R
- Tvarový faktor q
- Obvod profilu vlákna O
- Plocha profilu vlákna S
- Merný povrch a

Vyššie uvedené geometrické parametre sa stanovujú analýzou obrazu priečneho a pozdĺžneho profilu.

Na farbenie PET geometricky modifikovaných vlákien sa aplikujú často rovnaké farbiace postupy ako na farbenie vlákien klasických. Technologicky je významná difúzia farbiva k povrchu vlákna a následne sorpcia farbiva do sorpčných centier vo vlákne. Za týmto účelom sa používajú rôzne pomocné činidlá, ktoré proces farbenia vylepšujú.

Pri sledovaní procesov farbenia sa vychádza zo všeobecne priatých predstáv, že difúzia farbiva sa uskutočňuje najmä v amorfnych oblastiach [8]. V praxi sa hodnotí koncentrácia farbiva na vlákne, resp. stanovuje sila vyfarbenia K/S podľa Kubelka-Munkovej rovnice.

Koeficient absorpcie K je funkciou koncentrácie farbiva vo vlákne. Koeficient rozptylu S je funkciou materiálu [9].

Pre objektívne matematické vyjadrenie koloristických vlastností vyfarbeného materiálu sa využíva metóda CIELab, ktorá spočíva v kvantitatívnom stanovení farebného rozdielu medzi štandardom a porovnávanou vzorkou. Farebná odchýlka  $\Delta E^*$  je charakterizovaná odchýlkou jasu  $\Delta L^*$ ,  $\Delta C^*$  a odtieňa  $\Delta H^*$  [10]. Koloristické vlastnosti sú vlastnosti optické. V interakcii s vlastnosťami povrchu a tvaru vlákien sa k nim priradujú ďalšie vlastnosti, ako je lesk, brilantnosť a iné.

Známa je skutočnosť, že koncentrácia farbiva na dosiahnutie farebnej sýtoti je úmerná druhej odmocnine obráteného pomeru dĺžkových hmotností porovnávaných vlákien pri kruhovom tvaru priečneho profilu [11].

Na základe uvedeného predpokladu možno úvahy rozšíriť i na vlákno nekruhové, a tak posúdiť vplyv geometrickej modifikácie na vyfarbenie vlákien.

## 2. EXPERIMENTÁLNA ČASŤ

### 2.1 Fyzikálne modifikované PET vlákna

Vlákna boli pripravené z PET polyméru s  $\eta_{rel} = 1,645$  s obsahom  $TiO_2$  0,5% na prevádzkovom zvlákňovačom zariadení s použitím profilovaných zvlákňovacích hubíc tvaru G, Y,  $\text{A}$  a O. Teplotný a deformačný režim bol pre všetky vlákna rovnaký. Teplota taveniny polyméru na hubici bola 288 °C a rýchlosť navijania vlákna bola 2500 m/min. Základné parametre nadmolekulovej štruktúry nedílzených vlákien zodpovedajú predorientovanej štruktúre;  $fa = <0,272 - 0,417>$ ,  $\beta = <0,13 - 0,15>$ . Profilované vlákna sa vydĺžili na dĺžaci pomer  $\lambda = 1,88$  s menovitou dĺžkovou hmotnosťou  $Tdt = 84$  dtex. Ďalej sa vlákna tvarovali frikčne na stroji fy Barmag FK-6 s použitím keramických kotúčov a vzduchom na stroji fy Barmag AM-4 na finálne vlákna. Vyrobene vlákna s rôznym profilom v priečnom a pozdĺžnom smere a ich označovanie je uvedené v tabuľke 1.

### 2.2 Farbenie vlákien

Vlákna sa farbili spôsobom vytahovania farbiva z farbiaceho kúpeľa na prístroji Mathis labomat BFA 8. Použilo sa disperzné farbivo Terasil Blau 3RL od fy Ciba Geigy. Obsah farbiva v kúpeľi vztahovaný na množstvo vlákna bol 1,5 %.

#### Predpieranie:

Zloženie kúpeľa: 2g/L Slovapon N

2g/L  $Na_2CO_3$

Doba predpierania: 20 minút

Teplota predpierania: 60 °C

#### Farbenie:

Zloženie kúpeľa: 0,09 g Terasil Blau 3RL

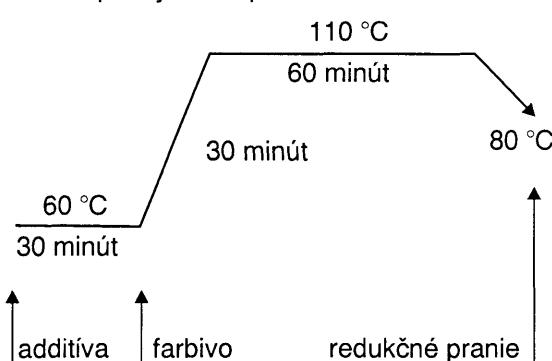
1g/L Kortamol NNO

1g/L  $Na_2SO_4$

1g/L  $(NH_4)_2SO_4$

pH = 5,5

#### Časovo-teplotný režim pri farbení:



Redukčné pranie:

Zloženie kúpeľa : 1g/L ditioničitan sodný  
2ml/L NaOH 38° Bé  
1g/L Slovapon N  
Doba prania: 15 minút  
Teplota prania: 75 °C  
Laboratórny prístroj: Mathis turbo

### 3. METÓDY HODNOTENIA

#### 3.1 Metóda hodnotenia priečneho profilu

Priečne rezy hladkých vlákien sa zosnímali elektrónovým mikroskopom a cez počítač. Analýzou obrazu sa stanovil obvod prierezu O, plocha prierezu S, stupeň rozvetvenia R, tvarový faktor q a merný povrch vlákien a.

#### 3.2 Vytiahnutie farbiva

Vplyv fyzikálnej modifikácie vlákien na vytiahnutie farbiva z farbiaceho kúpeľa sa stanovil zo zbytkovej koncentrácie farbiva v kúpeli v roztoku voda–metanol pomocou spektrofotometra pri vlnovej dĺžke svetla  $\lambda = 630$  nm.

#### 3.3 Stanovenie koloristických charakteristik

Na prístroji Datacolor Texflash sa merala farebnosť vlákien hladkých, frikčne tvarovaných a vzduchom tvarovaných so stupňom vyfarbenia 1,5 %. Pomocou softwaru pre kolorimetriu Osiris sa stanovila farebná sila K/S, farebné kordináty a farebná odchýlka pri osvetlení D65 10° standard.

### 4. VÝSLEDKY A DISKUSIA

#### 4.1 Geometria vlákien

Geometrické parametre PET vlákien sa stanovili metodou analýzy obrazu. Priečne profily vlákien sú na obr.1, ich geometrické parametre sú v tabuľke 2. Obvod a plocha priečneho profilu sú primárne merané geometrické parametre, z ktorých sa vypočítali hodnoty R, q, a. Z uvedenej tabuľky vidno, ktoré charakteristiky sú viac závislé na jemnosti vlákien, a ktoré na tvaru profilu vlákna. Stupeň rozvetvenia a tvarový faktor sú výrazne závislé od tvaru profilu vlákna. Pre ideálne kruhový profil je stupeň rozvetvenia  $R = 12,6$ . Tvarový faktor q pre kruhový profil je zhodný s údajom, aký sa uvádzá v literatúre [6]. Merný povrch vlákien je úmerne závislý viac na jemnosti vlákien. Vyjadruje veľkosť povrchu vlákien bez pórov. Obvod a plocha priečneho profilu sa menia v závislosti od jemnosti, ale aj tvaru profilu. Vlákno s profilom Y je tvarovo najviac členité. Vlákno s profilom G má tvarový faktor q a stupeň rozvetvenia najbližšie ku kruhovému profilu.

Geometria vlákien v pozdĺžnom smere bola modifikovaná na troch kvalitatívne odlišných úrovniach pri dlžení a tvarovaní. Vlákna hladké, frikčne tvarované a vzduchom tvarované sú názorne uvedené na obr. 2. Pozdĺžny profil vlákien sa často kvantifikuje pomocou zaplnenia, ktoré vyjadruje hustotu uloženia vlákien. Zaplnenie vlákien má hodnotu 0–1. Hladké vlákna majú vyššiu hodnotu zaplnenia ako vlákna tvarované. Vlákna vzduchom tvarované sú vzájomne voľnejšie uložené a ich zaplnenie je pod 0,5 [6].

Zaplnenie ako aj prítomnosť záhybov, oblúčkov a slúčiek na vláknach tvarovaných ovplyvňuje optické vlastnosti vyfarbených vlákien.

#### 4.2 Vplyv fyzikálnej modifikácie vlákien na vyfarbenie

Vytiahnutie farbiva vláknami rôznej geometrie z farbiaceho kúpeľa o rovnakej počiatočnej koncentrácií farbiva v kúpeli sa pohybuje cca 20 % medzi maximálnou a minimálnou hodnotou (tab. 3). Makromorfológia členejších vlákien je priaznivejšia pre vytiahnutie farbiva. Sú to vlákna s profilmom trojlístok (A, AB – ) a trilobal (Y). Vlákno pripravené na zvlávkňovacej hubici s profilmom G ( $q = 0,097$ ) má makromorfológiu podobnú klasickému kruhovému profilu ( $q = 0,058$ ). Ich podobnosť je aj v hodnotách vytiahnutia farbiva. Vzduchom tvarované vlákna vytahujú farbivo z farbiaceho kúpeľa najviac a vlákna hladké najmenej. Významnejší vplyv je vplyv priečnej geometrie vlákien v porovnaní s pozdĺžnou geometriou na výťažnosť farbiva z farbiaceho kúpeľa. Uvedená skutočnosť sa prejaví na farebnú silu vlákien.

#### 4.3 Vplyv fyzikálnej modifikácie na koloristické vlastnosti

Koloristické vlastnosti sú závislé od vlastností farbiva a vlastností vlákien. Vlastnosti vlákien sú výsledkom ich štruktúry a makromorfologickej štruktúry. Ak vyjadríme makromorfologickú štruktúru vlákien geometrickými parametrami jednak v priečnom a jednak v pozdĺžnom smere, môžeme hodnotiť jej vplyv na koloristické vlastnosti.

Objektívne hodnotenie sily vyfarbenia K/S sa stanovilo meraním stupňa remisie. V zmysle definície je táto charakteristika závislá od koncentrácie farbiva vo vlákne, ale tiež od jeho geometrie povrchu, na ktorom nastávajú odrazové a rozptylové svetelné javy. Podľa Kubelka-Munkovej rovnice farebná sila stúpa s koncentráciou farbiva vo vlákne, lebo stúpa absorpcia svetla. Keď stúpa rozptyl svetla v závislosti od geometrie povrchu vlákna, potom farebná sila má nižšiu hodnotu. Z prehľadnej tabuľky 4 vidno, že najvyššie hodnoty farebnej sily K/S a teda najvyššie hodnoty sýtosti celkovej má vlákno frikčne tvarované, aj napriek tomu, že najvyššiu koncentráciu farbiva vo vlákne má vlákno

vzduchom tvarované (tab. 3). Z uvedeného vyplýva, že makroštruktúra vlákna frikčne tvarovaného je najviac priaznivá pre zvýšenie farebnej sily. Uvedené možno tolerovať iba v rozsahu experimentálnych podmienok, ktoré sa v práci uvádzajú. Ďalšie geometrické parametre, ktoré ovplyvňujú farebnú silu sú dĺžková hmotnosť a priečny profil vlákna. Vlákna jemnejšie (84/48 dtex a 84/36 dtex) sú menej sýte než vlákna hrubšie (84/12 dtex a 84/17 dtex). Profil vlákna tvaru trojlístok (A, AB) má najvyššie hodnoty farebnej sily, čo je spôsobené tvarovým faktorom a veľkosťou obvodu prierezu vlákna.

Pri posudzovaní vplyvu pozdĺžnej geometrie vlákien na koloristické kordináty vyplýva, že najvyššiu hodnotu  $L^*$ , ktorá je mierou jasu, vykazujú tendenčne vlákna hladké. Tvarovanie vzduchom spôsobuje zvýšenie jasu v porovnaní s tvarovaním frikčným. S určitým vplyvom interakcie priečnej a pozdĺžnej geometrie vlákien, tvar trilobal (Y) má najvyššiu hodnotu  $L^*$  a tvar trojlístok (AB) má najnižšiu hodnotu.  $C^*$  je mierou farebnej sýtosti. Frikčne tvarované vlákna vykazujú najvyššie hodnosti sýtosti, potom sú to vlákna tvarované vzduchom. Vlákna hladké sú v tejto postupnosti najmenej sýte. V tabuľke 4 sú vlákna farbené pri rovnakej koncentráции farbiva vo farbiacom kúpeli. Rozdielna farebná sýtosť je výsledkom geometrie vlákien ( $R$ ,  $q$ ,  $a$ ) a svetelnej optiky. Vlákno 84/36 Y splňa kritéria pre najvyšší jas a naopak vlákno 84/12 AB pre najnižší jas. Z hľadiska hodnotenia sýtosti vlákno 84/17 A je najsý-

tejšie a naopak vlákno 84/17 G má sýtosť najnižšiu. Z uvedených poznatkov ďalej vyplýva, že  $L^*$  je závislé najmä na jemnosti vláken a  $C^*$  zase na tvarovom faktore a členitosti v profile, obr.1, tab. 2. Dosiahnuté výsledky korešpondujú s nadmolekulovou a geometrickou štruktúrou vláken a s tým súvisiacou sorpciou disperzného farbiva a následne farebnosťou vláken. Z hľadiska vizuálneho posudzovania sa pozorovalo u vlákna trilobal zvýšenie lesku v dôsledku vhodných rozptylových podmienok svetla na vlákne. Zniženie brillantnosti u tvarovaných vlákien nastalo v dôsledku zvýšenej deformácie pozdĺžnej a priečnej geometrie vláken.

Farebná odchýlka  $\Delta E^*$  geometricky modifikovaných vlákien voči štandardnému vláknu 84/48 O HL je kladná vo všetkých prípadoch. Vlákna s profilmom G majú najmenšiu farebnú odchýlku  $\Delta E^*$ , čo spôsobuje podobnosť v tvaru profilu so štandardným vláknom.

## 5. ZÁVER

Geometrická modifikácia vlákien v priečnom a pozdĺžnom smere má významný vplyv na vyfarbenie vláken. Často sa uprednostňuje geometrická modifikácia PET vlákien pre rôzne úžitkové vlastnosti. Pri komplexnom hodnotení vlákien treba mať vplyv geometrickej modifikácie na vyfarbenie na zreteli.

# SYNTHESIS OF SOME N-ARYLNONANAMIDES AND INVESTIGATION OF THEIR EFFECTS IN THE PROCESS OF BLEACHING OF COTTON YARNS WITH H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

Colanceska-Ragenovic K., Ilievska S., Prendov S., Dimova V., Stamatovska V.

Faculty of Technology and Metallurgy, The "Sv. Kiril & Metodij" University, R. Boskovic 16, 1000 Skopje, Macedonia; e-mail: vdimova@hotmail.com

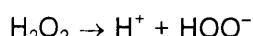
This investigation was made in order to confirm the influence of some synthesized N-arylnonanamides on the bleaching process of cotton yarns with hydrogen peroxide. The bleaching process was carried out with known stabilizer – water glass in standard bath, SB (pH = 11, T = 95 °C) and with addition of amides. The kinetics of decomposition of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, the degree of whiteness, the breaking strength and elongation were followed. It was found out that these characteristics with treatment of cotton yarns in the bleaching process with additives are better compared to cotton yarns bleaching in the standard bath.

**Key words:** N-arylnonanamides, cotton yarn, bleaching, whiteness, breaking strength, elongation

## INTRODUCTION

The purpose of bleaching of the cotton fabrics is to get high whiteness index, high hydrophillity and no strength loss. The hydrogen peroxide, as oxidation agent for bleaching of cellulose textile materials is widely used both in the continuous and in the discontinuous bleaching processes. Under its influence, cotton natural colors become uncolored or water soluble substances.

The hydrogen peroxide is thermodynamically unstable compound. Its influence on oxidation in the bleaching process and its catalytical degradation mechanism have been subject of many investigators. According to Scheler, the bleaching with H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> is a result of the ionization's reaction:



and another possible reaction is



The important reaction in the process of bleaching is production of peroxides ions.

There is a theory according to which, the bleaching is a result of the radical – chain mechanism degradation of hydrogen peroxide.

Table 1 Phisical and IR spectral data of compounds

Compound	Mp (°C)	Yield (%)	Molecular formula Mol. wt.	IR [KBr] $\lambda_{\max}/\text{cm}^{-1}$
PA <sub>1</sub>	79–80	51	C <sub>14</sub> H <sub>21</sub> CIN <sub>2</sub> O 268	3300–3250 (NH)st 1670 (C=O)st
PA <sub>2</sub>	63–64	79	C <sub>14</sub> H <sub>21</sub> CIN <sub>2</sub> O 268	3300 (NH)st 1650 (C=O)st
PA <sub>3</sub>	64–66	77	C <sub>15</sub> H <sub>21</sub> CIN <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 312	3350 (NH)st 1660 (C=O)st
PA <sub>4</sub>	46–47	89	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> N <sub>2</sub> O 248	3170 (NH)st 1680 (C=O)st
PA <sub>5</sub>	waxy oil	40	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> N <sub>2</sub> O 248	3175 (NH)st 1675 (C=O)st

The degradation of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> in acid and in neutral medium is slow reaction and so bleaching of cotton fabric in alkaly medium is proceed.

In the bleaching solutions, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> and NaOH are used as alkaly agents. Ions of heavy metals act as catalysts in the degradation's reactions of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. They, in the oxido-reduction reactions with H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> create active radicals, able to damage the cellulose itself.

In order to stabilize H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> solution and provide even effect, organic and inorganic stabilizers, mostly, water glass are used.

## EXPERIMENTAL

The cotton yarns with different linear density (Tt = 62,5 tex, Tt = 100 tex) were used. The bleaching with H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> was carried out in standard conditions and standard bath (SB) with stabilizer – water glass, and in the bath where one part of water glass was replaced with N-arylnonanamides. In the course of bleaching process, at certain time intervals the concentration and the kinetic decomposition of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> were determined [1].

The degree of whiteness was determined by the method of Berger and the wettability by the method of Drawes Clarkson. The breaking strength and elongation of the sample were determined by standard methods.

The N-substitute nonanamides were synthesized following the standard method [2], by heating the nonanoychloride and corresponding aryl amines at 60 °C in period of 1–2 hours. The following N-arylnonanamides were prepared in this way:

- N-(5-chloro-2-pyridyl) – (PA<sub>1</sub>),
- N-(2-chloro-5-pyridyl) – (PA<sub>2</sub>),
- N-(2-chloro-3-nitrophenyl) – (PA<sub>3</sub>),
- N-(4-methyl-2-pyridyl) – (PA<sub>4</sub>) and
- N-(6-methyl-2-pyridyl)noanamides – (PA<sub>5</sub>).

After pouring out in cold water, the obtained precipitates were filtered, washed with cold ethanol several times, dried and recrystallized from ethanol. The compounds were crystalline substances (except PA<sub>5</sub>, with waxy-oil structure) with definite melting points and were identified by IR spectroscopy. The melting points, yields and structural data are given in Table 1.

## RESULTS AND DISCUSSION

It is well known that the decomposition of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> depends on: pH value of the bleaching bath, temperature, treatment's time, additives and the presence of cotton.

The literature reports that by addition of some amides (carbamide, benzamide, formamide, N,N-dimethylformamide) [3] in the bleaching process of textile materials with H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, it is possible to stabilize or to promote the activity of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> solutions and to influence the rate and direction of its decomposition.

Activators or stabilizers are added to the hydrogen peroxide bath to control bleaching. In this work, the subject of investigation was the effect of the synthesized N-arylnonanamides on the bleaching process of cotton yarns at 95 °C with H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> with known stabilizer

water glass. Such a study would point out the possible influence of amides in the course of the investigated bleaching process.

The results of these investigations are given in Figure 1, 2, 3 and in Table 2, 3 and 4.

The percentage of degradation of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> depending on time for the bleaching process without fiber and with additives (amides) is given in figure 1, 2 and 3. It is determined by the relationship:

$$\% = [(C_0 - C_t)/C_0] \times 100 \quad (A)$$

C<sub>0</sub> – stands for initial concentration of the bleaching agent (C<sub>0</sub> = 0,05 mol/dm<sup>3</sup>), C<sub>t</sub> – is the concentration ration of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> in time (20; 40; 60 min).

On the basis of the results obtained through the change of concentration of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> and previous computed constantes of the rate of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> degradation it can be concluded that the applied amides exhibit stabilizing effects and enable uniform degradation of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (Fig. 1.)

The obtained percentage values in the bleaching bath in the presence of amides decrease, which is a proof of their stabilizing influence on decomposition of the peroxide. It is most prominent in the case of water glass. The values also drop in the presence of cotton

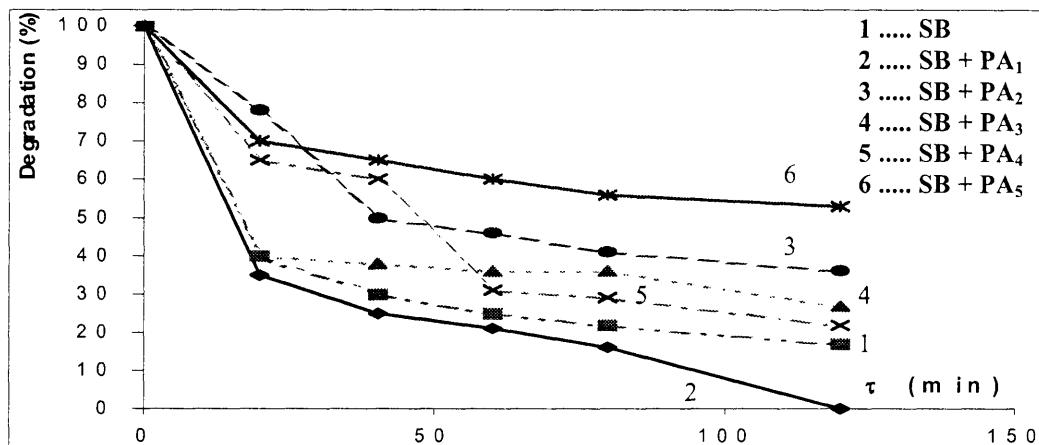


Fig. 1 Degradation of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> depending on time (without fabric, t = 120 min, T = 95 °C)

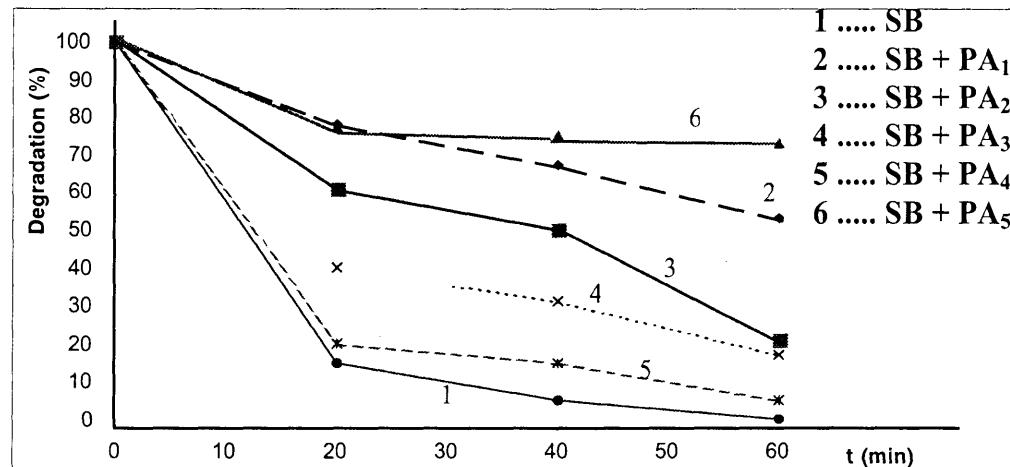


Fig. 2 Degradation of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> depending on time (t = 60 min, T = 95 °C) yarn T<sub>t</sub> = 62.5 tex

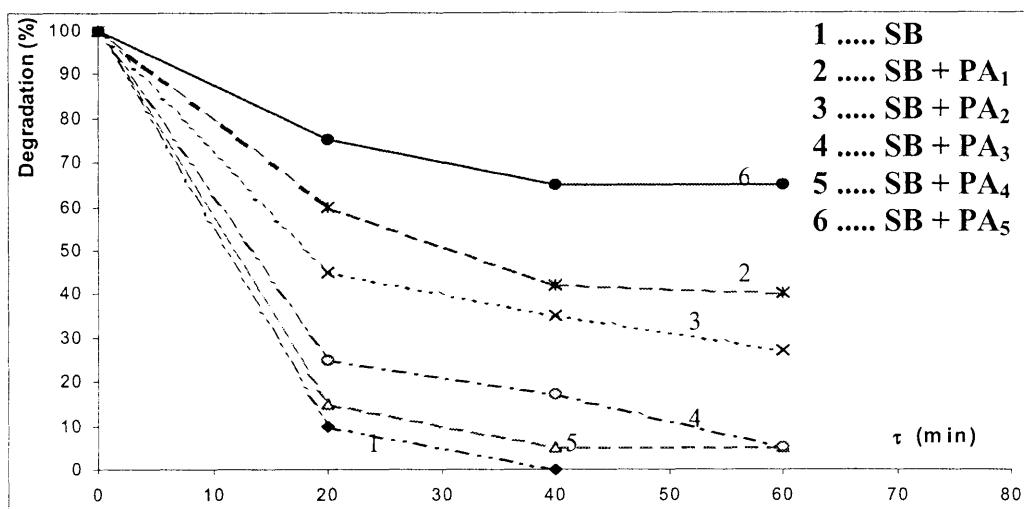


Fig. 3 Degradation of  $\text{H}_2\text{O}_2$  depending on time ( $t = 60\text{min}$ ,  $T = 95^\circ\text{C}$ ) yarn  $T_1 = 100\text{tex}$

**Table 2** Degree of the whiteness of cotton yarns after bleaching with  $\text{H}_2\text{O}_2$  in the presence of the amides ( $T_1 = 62.5\text{tex}$  and  $100\text{tex}$ )

Content of the bath	Degree of the whiteness (Berger) $T_1 = 62.5\text{tex}$	Degree of the whiteness (Berger) $T_1 = 100\text{tex}$
SB	56.80	49.73
SB + PA <sub>1</sub>	66.80	62.20
SB + PA <sub>2</sub>	65.30	66.40
SB + PA <sub>3</sub>	70.90	74.56
SB + PA <sub>4</sub>	68.80	66.25
SB + PA <sub>5</sub>	64.20	62.22

**Table 3** Breaking strength and elongation of the yarns after bleaching process with  $\text{H}_2\text{O}_2$  in the presence of the amides

Content of the bath	Breaking strength, F (N)		Elongation, $\Delta l$ (cm)	
	62.5 tex	100 tex	62.5 tex	100 tex
SB	4.10	8.99	4.40	6.67
SB + PA <sub>1</sub>	5.45	9.21	7.36	6.20
SB + PA <sub>2</sub>	5.22	9.05	5.79	6.70
SB + PA <sub>3</sub>	5.18	9.16	7.01	5.70
SB + PA <sub>4</sub>	5.07	9.83	5.99	7.30
SB + PA <sub>5</sub>	6.54	9.19	7.63	5.85

yarn in the bleaching bath (Fig. 2, 3). Therefore, the decomposition of hydrogen peroxide in such cases is restricted. Other sources quote the same [4].

Also it is worth noting, that in all the cases when nonanamides were applied in the bleaching bath, the degree of whiteness of the cotton yarns remarkably increase (Table 2).

The applied amides showed positive effect in decreasing the degree of the damage of cotton yarns. The breaking strength and the elongation generally increased, except for the cotton yarn with 100 tex linear density in the presence of amides PA<sub>1</sub>, PA<sub>3</sub> and PA<sub>5</sub> (Table 3).

**Table 4** Wettability of the bleaching yarns

Yarns bleaching in the presence of:	62.5 tex	100 tex
	Time (s)	
Raw yarns	60	25
SB + PA <sub>1</sub>	8	9
SB + PA <sub>2</sub>	13	10
SB + PA <sub>3</sub>	25	9
SB + PA <sub>4</sub>	10	8
SB + PA <sub>5</sub>	12	10

The hydrophilicity characteristics of the cotton yarns were determined over the wettability. The time of wettability of the samples bleached in the presence of amides and the obtained values showed improvement of the hydrophilicity characteristics (Table 4).

## CONCLUSION

The hydrogen peroxide decomposition in the bleaching process of cotton yarns in standard bath – water glass and its combination with additives N-arylnonanamides were studied. Satisfactory effects were noted for the decom-position of  $\text{H}_2\text{O}_2$  and for the cotton yarns bleaching. It was found out that the prepared amides could be used as stabilizers, and the decom-position rate of  $\text{H}_2\text{O}_2$  decrease in their presence. The degree of whiteness, the strength and extensibility of the bleached samples in amide's presence increased as well as the wettability.

## LITERATURE

- [1] Stana-Kleinsek, K., Galcer, M., Tekstile, 45 (7), (1996), 335–360
- [2] Sciortino, T., Ban, Du G., Bull. Chem. farm., (1968), 107 (8), 506.
- [3] Carr C. M., Chemistry of the Textiles Industry, Chapman and Hall, London (1995)
- [4] Wurster, P., Textilveredlung, 22, (1987), 6, 230.

Received: March 2003

# SYNTÉZA N-ARYLNONANAMIDOV A ŠTÚDIUM ICH VPLYVU NA PROCES BIELENIA BAVLNENEJ PRIADZE S H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

Translation of article:

## Synthesis of some N-arylnonanamides and investigation of their effects in the process of bleaching of cotton yarns with H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

Cieľom výskumu bolo potvrdiť vplyv niektorých syntetizovaných N-arylnonanamidov na proces bielenia bavlnenej priadze s H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Proces bielenia prebiehal so známym stabilizátorom – vodným sklom v štandardnom kúpeli (pH = 11, T = 95 °C) s príďavkom amidov. Boli stanovené kinetika rozkladu H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, stupeň belosti, tržná pevnosť a ľažnosť. Tieto vlastnosti po bielení bavlnenej priadze v prítomnosti amidov boli lepšie v porovnaní s bielením bavlny v štandardnom kúpeli.

### Experimentálna časť

Bavlnené priadze jemnosti T<sub>t1</sub> = 62,5 tex a T<sub>t2</sub> = 100 tex boli bielené s H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> v štandardnom kúpeli za štandardných podmienok so stabilizátorom – vodným sklom a v kúpeli, kde jeden diel vodného skla bol nahradený N-arylnonanamidom. Koncentrácia H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a jej zmena v čase boli pri bieliacom procese stanovené v určitých intervaloch [1].

Stupeň belosti bol stanovený Bergerovou metódou a zmäčateľnosť Drawes Clarksonovou metódou. Pevnosť a ľažnosť boli stanovené štandardnými metódami.

N-substituované nonanamidy boli syntetizované štandardnou metódou [2] zahrievaním nonanoylchlorigu a príslušných amínov pri 60 °C počas 1–2 h. Pripravené boli niektoré N-arylnonanamidy.

Po naliatí reakčnej zmesi do chladnej vody bola získaná zrazenina odfiltrovaná, viackrát premytá chladným etanolom, vysušená a rekryštalizovaná z etanolu. Získané aditíva boli kryštáliske látky (okrem PA<sub>5</sub> s olejovo-voskovou konzistenciou) s presnou teplotou tavenia a ich zloženie bolo potvrdené IČ spektroskopiou. Teploty tavenia, výťažky a štruktúrne údaje sú v Table 1.

### Výsledky a diskusia

Je všeobecne známe, že rozklad H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> závisí od pH hodnoty bieliaceho kúpela, teploty, času, aditív a prítomnosti bavlny.

Literárne údaje zaznamenávajú, že pridaním niekto- rých amidov (karbamid, benzamid, formamid, N,N-dimetylformamid) [3] pri bielení textilných materiálov s H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> je možné stabilizovať, alebo podporiť aktivitu H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> kúpela a ovplyvniť rýchlosť a smer jeho rozkladu.

Aktivátory, alebo stabilizátory boli pridané do H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> kúpela s cieľom riadiť bieliaci proces. V našej práci sme

sledovali vplyv zosyntetizovaných N-arylnonanamidov na bielenie bavlny pri 95 °C s H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a vodným sklom ako stabilizátorom s cieľom poukázať na možný vplyv amidov v priebehu bielacieho procesu.

Výsledky výskumu sú uvedené na Obr. 1, 2, 3 a v tabuľke 2, 3 a 4. Podiel degradovaného H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> v závislosti od času bielenia bez vlákien a s aditívami (amidy) je dokumentovaný na Obr. 1, 2 a 3 a bol vypočítaný zo vzťahu A kde:

$$c_0 - \text{pôvodná koncentrácia bieliaceho činidla} \\ (c_0 = 0,05 \text{ mol/dm}^3)$$

$$c_t - \text{koncentrácia H}_2\text{O}_2 \text{ v čase } 20, 40, 60 \text{ min}$$

Na základe výsledkov získaných zo zmeny koncentrácie H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a vopred vypočítaných konštánt rýchlosť rozkladu H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> možno usúdiť, že použité amidy vykazujú stabilizačný vplyv a umožňujú rovnomernú degradáciu H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (Obr. 1.).

V bieliacom kúpeli obsahujúcim amidy sa získané percentuálne hodnoty znižujú, čo je dôkazom ich stabilizačného účinku na rozklad peroxidu. Najvýznamnejšie je to v prípade vodného skla. Hodnoty klesajú tiež v prítomnosti bavlny v bieliacom kúpeli (Obr. 2, 3), preto je rozklad H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> v týchto prípadoch obmedzený. Iné zdroje citujú to isté [4].

Vo všetkých prípadoch použitie nonanamidov v bieeliacom kúpeli sa stupeň belosti bavlny značne zvýší (Tabuľka 2).

Použité amidy vykazujú pozitívny vplyv na zníženie stupňa poškodenia bavlnenej priadze. Pevnosť a ľažnosť spravidla stúpajú okrem vzoriek s jemnosťou 100 tex v prítomnosti amidov PA<sub>1</sub>, PA<sub>3</sub> a PA<sub>5</sub> (Tabuľka 3).

Hydrofilné charakteristiky bavlnenej priadze boli určené prostredníctvom zmäčateľnosti. Čas zmäčania vzoriek bielených v prítomnosti amidov a získané hodnoty ukazujú zlepšenie charakteristík hydrofility (Tabuľka 4).

### Záver

Bol skúmaný rozklad peroxidu vodíka pri bielení bavlnenej priadze v štandardnom kúpeli – vodné sklo a v kombinácii s aditívami typu N-arylnonanamidov. Uspokojivé vplyvy boli zaznamenané pri rozklade H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a pri bielení bavlnenej priadze. Pripravené amidy by mohli byť použité ako stabilizátory a rýchlosť rozkladu H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> klesá v ich prítomnosti. Stupeň belosti, pevnosť a ľažnosť vzoriek bielených v prítomnosti amidov stúpajú rovnako ako zmäčateľnosť.

# Z VEDECKOVÝSKUMNÝCH A VÝVOJOVÝCH PRACOVÍSK

## VLIV SLOŽEK PRACÍCH DETERGENTŮ NA ZMĚNU ODSTÍNU BAREVNÉ TEXTILIE

### The Influence of Detergents Ingredients on Differences of Color Shade of Dyed Textile

Odvárka J., Průšová M.

Katedra textilního zušlechtování, Technická univerzita v Liberci, Česká republika

V práci je uveden vliv oxidovadla ( $\text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), opticky zjasňujících připravků a komerčního detergentu na změnu odstínu obarvené bavlněné textilie. K barvení byla použita dve příma barviva s různou stálostí na světle. Kromě vlivu jednotlivých složek detergentu na změnu odstínu je též uveden i vliv UV záření a definovaného poškození substrátu před barvením. Působením uvedených složek byla zjištěna značná barevná diference  $\Delta E_{\text{CIELAB}} = 7-18$  ve srovnání s původním odstínem textilie.

#### Úvod

Moderní prací detergenty obsahují kromě jiných složek účinné bělící substance, ty jsou určeny k dosažení vysoké běli u bílých textilií i u menších bílých ploch na pestře vybarvené textilii. Běl těchto praných textilií zvyšují ještě opticky zjasňující prostředky, kterých bývá v běžném komerčním detergentu až 16 %. V prací lázní dochází vlivem bělicích substancí k degradačnímu oxidačnímu napadnutí vybarvení, které vede ke změně odstínu [1-8].

V této práci je tento problém popsán na základě provedených experimentů z těchto hledisek:

1) Působení oxidovadel je vztaženo na změnu odstínu definovaně poškozeného celulózového materiálu, tím se zohlední to, že v praxi jsou prány obarvené celulózové materiály do různého stupně poškozené (oxycelulóza, hydrocelulóza). Toto poškození synergicky stupňuje vliv přítomných oxidovadel na změnu odstínu [9-12].

2) K testům odolnosti vybarvené bavlněné tkaniny byla vybrána dvě Saturnová barviva s různou stálostí na světle.

3) Synergický vliv oxidovadel a různého stupně poškození substrátu, působení světla, zejména UV složky, byl experimentálně stanoven definovaným ozařováním obarvených vzorků dávkami UV záření a to po praní [13].

4) Použití detergentu s oxidovadlem bylo strukturováno tak, že změna odstínu byla sledovaná:

a) Použitím čistého oxidovadla, k experimentům byl použit perboritan sodný ( $\text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ).

- b) Významný vliv na výsledný odstín zejména v oblasti vlnových délek 340–420 nm mají používané opticky zjasňující prostředky. Vliv těchto případů jsme rovněž studovali jako působení samotného opticky zjasňujícího přípravku na výsledný odstín.  
c) K modelování působení reálné prací lázně na změnu odstínu byl použit komerční detergent se všemi složkami, jejichž obsah ve výsledné směsi je uveden v experimentální části.

#### Experimentální část

K experimentům byla použitá bavlněná tkanina plošné hmotnosti  $129\text{ g.m}^{-2}$ , praná, bělená bez opticky zjasňujících připravků.

Pro barvení byla zvolena dvě odlišná Saturnová barviva.

Saturnová červeň F3B – barvivo méně stálé na světle (stupeň 5).

Saturnová tyrkysová modř LG jako barvivo s dobrými stálostmi na světle (stupeň 6).

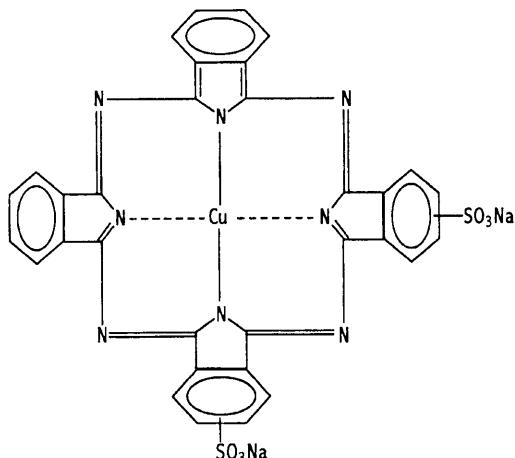
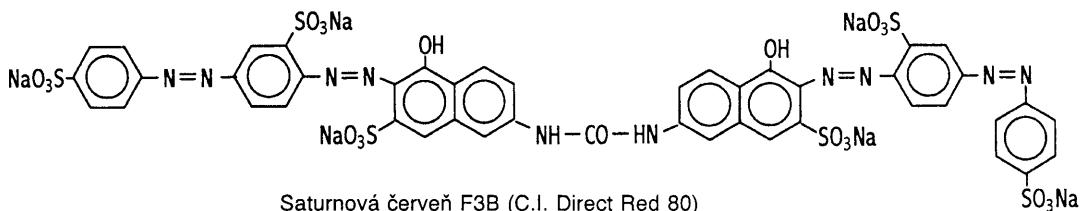
Bělící látka: Byl použit perboritan sodný tetrahydrát ( $\text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), čistý, Lachema a.s. Neratovice.

Opticky zjasňující přípravek: Byl použit Rylux PRS supra v běžné komerční koncentraci.

Detergent: K praní byl použit běžný komerční produkt.

#### Výsledky a diskuse

Souhrnné výsledky jsou na grafech 1–3 kde je vyjádřena barevná diference počítaná podle formule CIELAB.

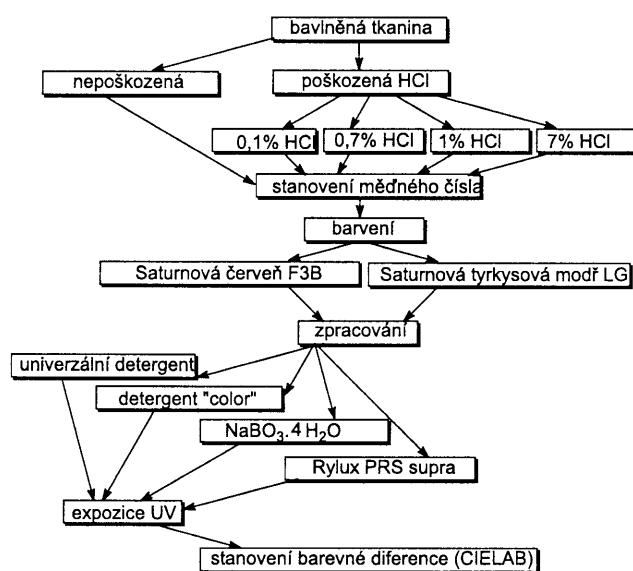


Saturnová tyrkysová modř LG (C.I. Direct Blue 86)

Barevné diference byly měřeny na přístroji DATACOLOR INTERNATIONAL SPECTRAFLASH 500.

Zajímavé jsou též výsledky v případě kdy textilie byla definovaně poškozená HCl (změna mědňeho čísla, tab. 1), následně barvená a prána v detergentu.

Schéma algoritmu prováděných experimentů.



Tabulka 1 Průměrné hodnoty čísla mědi

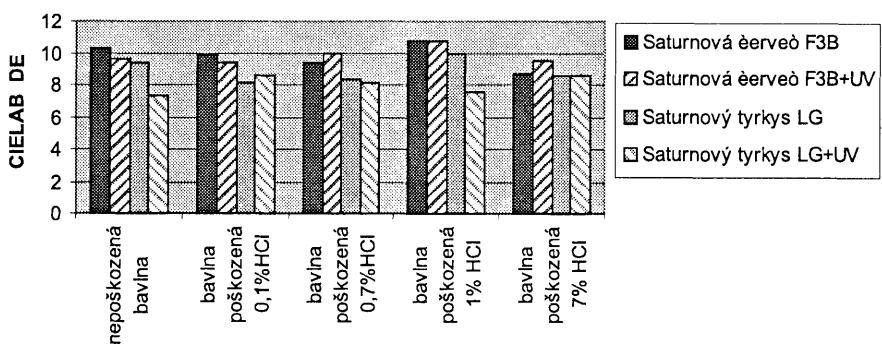
	nepoškozená bavlna	bavlna poškozená 0,1% HCl	bavlna poškozená 0,7% HCl	bavlna poškozená 1% HCl	bavlna poškozená 7% HCl
mědňeho číslo $\bar{C}_{Cu}$	0,18	0,479	1,294	1,712	2,482

Výsledky ukazují na důležitou okolnost při stanovení vlivu oxidovadel na změnu odstínu, kterou je stupeň poškození bavlněné textilie. Při stanovení exaktních normovaných postupů musí být tento parametr zohledněn.

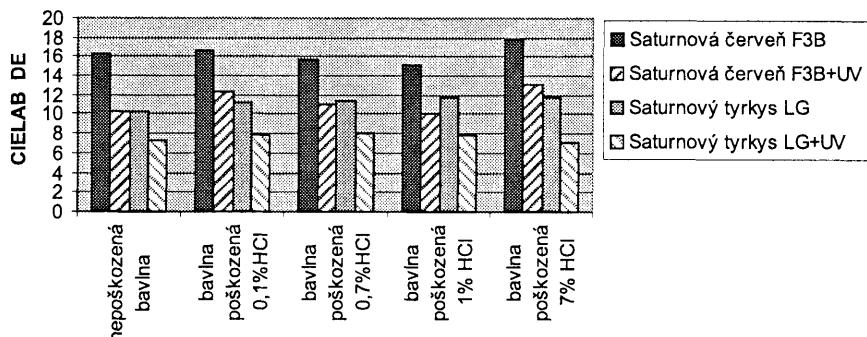
U testovaných barviv nebyl potvrzen předpoklad vyšší odolnosti oxidovadlům u barviva s výrazně vyšší stálostí na světle (Saturnová tyrkysová modř LG). Proti předpokladu nevychází barevná diference u poškozené textilie výrazně vyšší, i když poškozením v kyselině chlorovodíkové se zřejmě mění remisní parametry. U poškozené celulózy je možno předpokládat, že aktivované (latentní) aldehydické skupiny zmírňují svým redukčním potenciálem působení oxidovadla. Tento problém bude nutné dále studovat na dalších typech barviv. Celková změna odstínu po experimentech (viz. exp. schéma) dosahovala hodnot barevné diference od  $\Delta E = 7-18$ . To odpovídá standardní pětičlenné šedé stupnici (změna odstínu ISO 105-A02) stupni 1 až 2. Když uvážíme, že průměrný spotřebitel je schopen vnímat barevnou diferenci asi  $\Delta E = 1,5-1,7$  (stupeň 4 šedé škály), pak zjištěné změny odstínu jsou značné. Při prodloužení záruční doby textilních výrobků na dva roky bude tedy odstínová změna při větším počtu pracích cyklů ještě výraznější. Pro provozní barvení i s ohledem na cenu a typ textilie by bylo účelné uvádět ve vzorkovnicích odolnost jednotlivých barviv i kombinací proti působení oxidovadel a detergentů při definovaném stupni poškození substrátu.

## Literatura

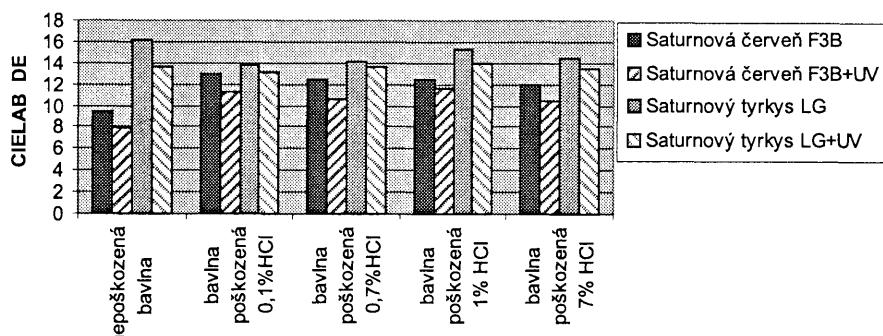
- [1] ŠMIDRKAL, J.: Změna odstínu vybarvení textilie složkami pracích detergentů, Chemické listy 93, (1999), 421–427
- [2] RYAN J. MCLEAN: Understanding Interactions between Detergents with Bleach and Textiles, Textile chemist and colorist & American dyestuff reporter, The Procter & Gamble Co, Cincinnati, Ohio, 1999
- [3] SCHMID, H.R.: Prüfung von Haushaltswaschmitteln, Textilveredlung, 5/6, (1995), 126
- [4] PHILLIPS, a kol.: the colour fastness of optionally aftertreated direct dyes on cotton during washing in an activated oxygen bleach-containing detergent, JSDC, 2000
- [5] SCHMID, H.R.: Einfluss von Waschmitteln mit optischen Aufhellern auf die Waschechtheit von Färbungen, Textilveredlung 18, 1, (1983)



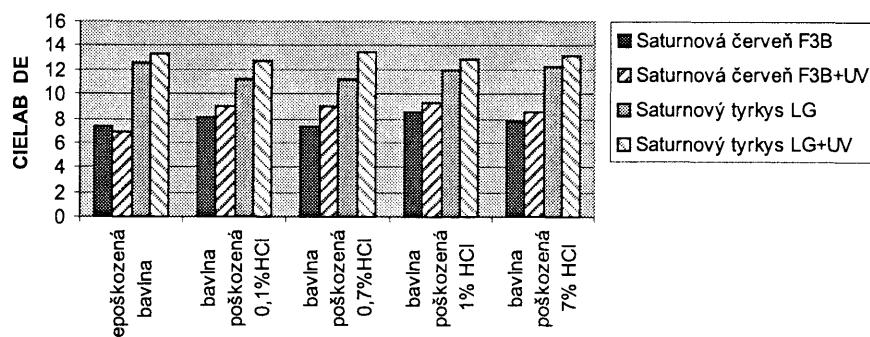
Graf 1 Barevná diference po aplikaci oxidovadla.



Graf 2 Barevná diference po aplikaci opticky zjasňujících prostředků.



Graf 3 Barevná diference po aplikaci univerzálního detergentu.



Graf 4 Barevná diference po aplikaci detergentu „color“.

- [6] ANNEN, O.-ULSHÖFER, H.: Echtheitsproblematik beim Waschen mit aktivierten perborathaltigen Waschmitteln, Melland Textilberichte 9/2000, Clariant AG, Muttenz/Schweiz
- [7] PERKINS, W.S.: Laundry Detergent And Dye-Use Trends, America's Textiles international, **27**, 2, (1998), 68–70
- [8] CROUD, V.B.: The influence of washing powder components on dye loss and dye fading JSDC, **112**, 4, (1996), 117–122
- [9] WANG, J.: Colorfastness of Azoic Dyes to Activated Oxygen Bleach-Containing Detergents, Textile chemist and colorist & American dyestuff reporter, The Procter & Gamble Co, Cincinnati, Ohio, december 1999
- [10] HAWKYARD, C.: Washing powder and dye fading, JSDC, **112**, 9, (1996), 117
- [11] PHILIPS, D., BEVAN, G., LLOYD, J., HALL, R., HOFFMEISTER, J.: The colour fastness of dyed fabrics to activated oxygen bleach-containing detergents: an international laboratory trial, JSDC, **115**, 3, (1999), 100–101
- [12] PHILIPS, D., SCOTNEY,J.: Oxidative-bleach fading of dyed cellulosic textiles when washed in a detergent containing a bleach activator, AATCC REVIEW, **2**, 8, (2002), 50–53
- [13] KURAMOTO, N., KITAO,T.: Contribution of singlet oxygen to the photofading of some dyes, JSDC, **98**, 10, (1982), 334–340

**VÝSLEDKY POSUDZOVANIA ZHODY OSTATNÝCH URČENÝCH  
VÝROBKOV VO VÚTCH CHEMITEK, spol. s r. o., ŽILINA,  
AUTORIZOVANÁ OSOBA SKTC-119 ZA ROK 2002**

**Evaluation of results of conformity assesment regarding  
other specified products in VÚTCH-CHEMITEK Ltd. Žilina,  
Authorized Body SKTC-119 for the year 2002**

Herchlová I.

*VÚTCH-CHEMITEK, spol. s r. o., Žilina, Autorizovaná osoba SKTC-119*

Výsledky posudzovania zhody ostatných určených výrobkov vo VÚTCH-Chemitek, spol. s r. o., Žilina uvádzame v nasledujúcom tabuľkovom prehľade:

ktorým sa ustanovujú podrobnosti o technických požiadavkách na ostatné určené výrobky.

V rámci posudzovania zhody autorizovaná osoba

**Tabuľka 1**

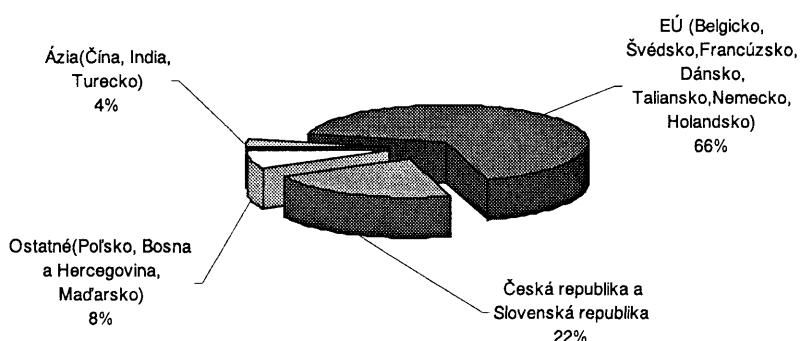
Počet	Celkovo	Tuzemsko	Dovoz
Zaevidovaných žiadostí	1270	91	1179
– z toho zaevidovaných žiadostí na výrobky modulu 2a	91	4	87
Vydaných certifikátov (modul b + c)	1224	148	1076
– z toho na neurčené výrobky	11	7	4
– z toho na OOP	21	16	5
– z toho dodatky k certifikátom	81	10	77
Vydaných potvrdení o zhode (modul a)	114	6	108
– z toho na textilné podlahové krytiny	83	2	81
– z toho na spotrebnu chémiu	27	4	23
– z toho na šijacie nite	4	0	4
Vydané odmietnutia potvrdiť zhodu	47	1	46
– z toho vydané odmietnutia potvrdiť zhodu na výrobky (modulu a)	–	–	–
– z toho vydané odmietnutia potvrdiť zhodu na výrobky (modulu b + c)	47	1	46
Celkový počet rozhodnutí vo veci certifikácie	1385	155	1230

V roku 2002 VÚTCH-Chemitek, spol. s r.o., Žilina, AO SKTC-119 vykonávala skúšanie a posudzovanie zhody určených výrobkov na základe nariadenia vlády SR č. 400/1999 Z.z., v znení neskorších predpisov,

SKTC-119 vydala celkovo 1224 certifikátov typu výrobku.

V hodnotenom období AO SKTC-119 zaevidovala 1 270 žiadostí na vykonanie skúšok vlastností typu

**Teritoriálny prehľad vydaných potvrdení o zhode za rok 2002  
celkovo v %**



Graf 1 Teritoriálny prehľad vydaných potvrdení o zhode za rok 2002

Tabuľka 2

Dôvody odmietnutia potvrdiť zhodu na textilné a odevné výrobky	Počet
nadlimitná hodnota pH vodného výluhu	2
nadlimitná hodnota pH vodného výluhu a nadlimitný obsah ťažkých kovov (Cr)	1
nevyhovujúca stálofarebnosť	23
nadlimitný obsah ťažkých kovov (Cu) a nevyhovujúca stálofarebnosť	1
nadlimitný obsah formaldehydu, nadlimitný obsah ťažkých kovov (Cu) a nevyhovujúca stálofarebnosť	1
nadlimitný obsah formaldehydu	13
nadlimitný obsah formaldehydu a nadlimitný obsah ťažkých kovov (Cu)	1
nadlimitný obsah ťažkých kovov (Ni, Cr)	3
nadlimitný obsah ťažkých kovov (Cd) a nevyhovujúca stálofarebnosť	1
nevyhovujúce rozmerové zmeny po praní	1
Celkovo	47

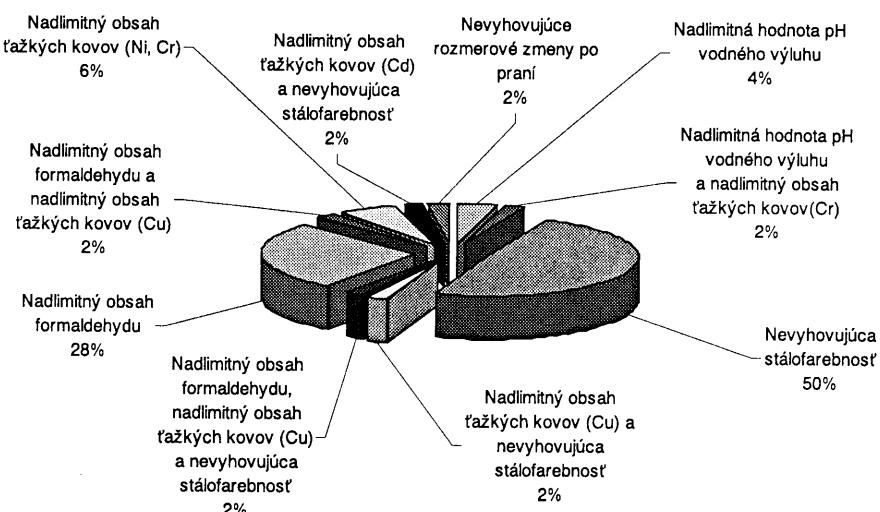
výrobku, na posúdenie zhody vzorky typu výrobku a vydanie certifikátu typu výrobku alebo potvrdenia o zhode.

Z celkového počtu vydaných certifikátov predstavoval počet vydaných certifikátov pre dovozcov 1076 t. j. 88 % a pre slovenských výrobcov bolo vydaných 148

ho 16 certifikátov pre slovenských výrobcov osobných ochranných prostriedkov a 5 certifikátov pre dovozcov.

Za rok 2002 bolo vydaných 114 potvrdení o zhode podľa modulu a). Z celkového počtu vydaných potvrdení o zhode najväčší podiel zastupujú textilné podlaho-

### Dôvody odmietnutí potvrdiť zhodu na textilné a odevné výrobky za rok 2002 v %



Graf 2 Dôvody odmietnutí potvrdiť zhodu na textilné a odevné výrobky za rok 2002

certifikátov, čo predstavuje 12 % z celkového počtu vydaných certifikátov.

Na neurčené výrobky bolo vydaných 11 certifikátov, z toho počet vydaných certifikátov pre slovenských výrobcov predstavoval 64 % a pre dovozcov 36 %. V skupine neurčených výrobkov sú zastúpené predovšetkým výrobky, ktoré nie sú určenými výrobkami v zmysle nariadenia vlády č. 400/1999 Z. z., v znení neskorších predpisov a textilné lang1051tkaniny určené na osobné ochranné prostriedky.

V rámci posudzovania zhody podľa nariadenia vlády SR č. 29/2001 Z. z., v znení neskorších predpisov bolo vydaných celkovo 21 certifikátov typu výrobku, z to-

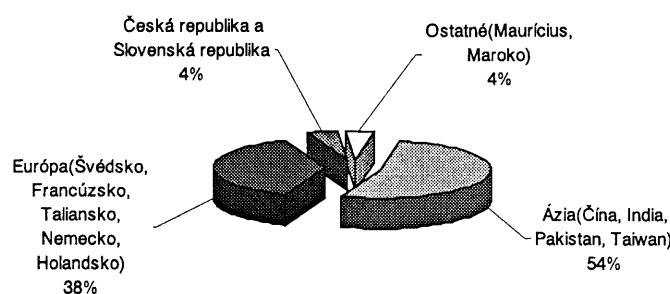
vej krytiny celkovo 73 %, výrobky spotrebnej chémie sú zastúpené 24 % a šijacie nite predstavujú 3 %.

Teritoriálny prehľad vydaných potvrdení o zhode uvádzame v grafe č. 1.

V nasledujúcej tabuľke č. 2 a grafe č. 2 uvádzame prehľad o dôvodoch odmietnutia potvrdiť zhodu na textilné a odevné výrobky, ktoré nesplnili technické požiadavky nariadenia vlády SR č. 400 /1999 Z. z., v znení neskorších predpisov.

V hodnotenom období autorizovaná osoba SKTC-119 vydala 47 odmietnutí potvrdiť zhodu na textilné a odevné výrobky. Z celkového počtu vydaných certifikátov to predstavuje 3,8 %. V uvedenom období nebolo

### Teritoriálny prehľad vydaných odmietnutí potvrdiť zhodu na textilné a odevné výrobky v %



**Graf 3** Teritoriálny prehľad vydaných odmietnutí potvrdiť zhodu na textilné a odevné výrobky

vydané žiadne odmietnutie potvrdiť zhodu na výrobky modulu a).

V grafe č. 3 uvádzame teritoriálny prehľad vydaných odmietnutí potvrdiť zhodu.

K uvedenému prehľadu je potrebné uviesť, že takmer všetky vydané odmietnutia potvrdiť zhodu na textilné a odevné výrobky sa týkajú výrobkov z dovozu okrem jedného odmietnutia potvrdiť zhodu, ktoré bolo vystavené pre slovenského výrobcu. Výrobky pôvodom z Ázie sa podieľajú 54 % na nekvalitne textilných a odevných výrobkov. Podiel nekvalitného tovaru z ázijských krajín do SR je zastúpený pôvodom z Číny, Indie, Taiwanu, Pakistanu.

Celkovo 42 % odmietnutí potvrdiť zhodu predstavujú textilné a odevné výrobky dovezené z Európy.

Dojčenské a detské výrobky aj pre deti do konfekčnej veľkosti 110 (t.j. do veku 3 rokov) predstavujú 57 % z celkového počtu vydaných odmietnutí potvrdiť zhodu na textilné a odevné výrobky.

Pôvod výrobkov je opäť z ázijských krajín celkovo 60 %, kde sa legislatívne bezpečnosti výrobkov pravdepodobne nevenuje veľká pozornosť.

Podľa uvedeného prehľadu je zrejmé, že sa do SR dováža množstvo textilných a odevných výrobkov s nevhovujúcimi vlastnosťami, ktoré môžu potenciálne ohrozíť zdravie spotrebiteľov. Nízky podiel nevhovujúcich výrobkov z uvedeného prehľadu môže zavádzat k názoru, že nie je podstatný, avšak pri sortimente textilných a odevných výrobkov ide o výrobky masovej spotreby.

# MIKROREOLÓGIA A MORFOLÓGIA VLÁKNOTVORNÝCH ZMESI POLYMÉROV

Körmendyová E., Marcinčin A.

Fakulta chemickej a potravinárskej technológie, Slovenská technická univerzita, Radlinského 9, 81237 Bratislava  
e-mail: ekormendy@pobox.sk

## ÚVOD

Nové požiadavky na vlastnosti polymérnych materiálov vrátane vlákien a fólia a následný vývoj nových technológií kladie stále vyššie nároky na spracovateľské vlastnosti polymérov. K základným vlastnostiam ktoré je nevyhnutné brať do úvahy pri hodnotení spracovateľnosti zmesi polymérov sú makroreologické a mikroreologické procesy. Makroreolológia je spojená s reologickým správaním celej disperzie, jej viskozitou, elasticitu a mikroreolológia zahrňa deformáciu dispergovaných častic, ich tvar, orientáciu a podmienky toku [1, 2]. V príspevku bude venovaná pozornosť konkurenčnému procesu dezintegrácie, rozpadu častic disperznej fázy a ich koalescencie.

### 1. Dispergácia, koalescencia

Pri binárnych zmesiach polymérov je veľkosť dispergovaných častic, tvar a ich distribúcia určená konkurenčiou medzi ich rozpadom a koalescenciou. Vzájomnú znášanlivosť polymérových zložiek v heterogénnej zmesi možno zlepšiť prídavkom kompatibilizátora, ktorý znižuje medzifázové napätie zložiek a môže mať ďalšie priaznivé funkcie na fázovom rozhraní. Výsledkom je vytvorenie jemnej disperzie počas miešania, stabilita voči separácii fáz a zvýšenie medzifázovej adhézie [3, 4, 5]. Elemans [6] poskytuje detailnú štúdiu modelovania extrúzie nemiešateľných polymérových zmesi v dvojzávitkových extrúderoch.

Mechanizmus vzniku mikrofázovej štruktúry predurčuje spôsob prípravy polymérových zmesi. Známe sú dva základne prístupy prípravy zmesi: kondenzačný a dispergačný. Kondenzačný spôsob prípravy sa uskutočňuje prostredníctvom separácie fáz. Z pôvodne jednofázového homogénneho systému sa vylučuje druhá fáza za vzniku dvojfázovej mikroheterogénnej zmesi. Takto sa tvorí fázová štruktúra počas sledovej a očkovacej kopolymerizácie, polymerizácie monoméru s rozpusteným polymérom, počas polymerizácie monoméru napučaného do zosieťovaného polyméru, miešaním roztokov polymérov s následným odparením rozpúšťadla alebo vyzrážaním atď. Dispergačný spôsob sa realizuje účinkom mechanických síl a zvýšenej teploty. V tavenine dochádza k dôkladnému premiešaniu a súčasne rozdispergovaniu na mikroheterogennú zmes [3].

Pri deformácii dvojfázového systému v roztavenom stave počas procesu zmiešavania možno na požadovanej úrovni redukovať veľkosť polymérových častic. Deformácia má za následok vzrast medzifázového rozhrania a preto pôsobí proti silám medzifázového rozhrania. Deformácia má významnú úlohu už pri toku, pričom sférické domény dispergovanej zložky sa jej vplyvom značne predĺžujú už v počiatocnom štádiu deformácie. Vzhľadom na to, že medzifázové sily spravidla nie sú zanedbateľné, pretiahnuté štruktúry častic (fibri) sa začnú deliť na malé častice.

Fortelný vo svojej práci [7, 8] sa zaoberá analýzou závislosti veľkosti častic od zloženia zmesi a vplyvu kompatibilizátora na medzifázové napätie v šmykovom toku zmesi. Prezentované modely pre jednoduchý šmykový tok polymérnej zmesi vychádzajú zo vzťahov, kde pre zmenu množstva častic za časovú jednotku príslušnej rozpadu alebo koalescencii častic  $(dn/dt)$  platí:

$$(dn/dt)_B = f(Ca - Ca_c)n \quad (1)$$

$$(dn/dt)_C = -(4/\pi)\gamma\phi P_c n \quad (2)$$

pričom  $f$  je funkcia reologických vlastností disperznej fázy a matrice,  $Ca$  je kapilárne (Weberovo) číslo,  $Ca_c$  je kritická hodnota kapilárneho čísla,  $n$  je počet častic v objemovej jednotke,  $\gamma$  je šmyková rýchlosť,  $\phi$  je objemový podiel disperznej fázy,  $P_c$  je pravdepodobnosť, že po kolízii častic bude nasledovať ich fúzia. Pre ustálený stav platí:

$$(dn/dt)_B + (dn/dt)_C = 0 \quad (4)$$

Substitúcia vedie k výslednému vzťahu:

$$F(\eta_m \gamma R / \sigma - Ca_c) = \\ = (4/\pi)\gamma\phi \exp(-(9\eta_m^2 \gamma^2 R^4)/(8h_c^2 \sigma^2(1+3C/K))) \quad (5)$$

kde je  $\eta_m$  viskozita matrice,  $R$  je polomer častice,  $\sigma$  je medzifázové napätie,  $h_c$  je vzdialenosť medzi úlomkami rozpadnutej častice, pri ktorej sa vytvorí súvislý film matrice okolo nich,  $C$  je funkcia mobility medzifázovej vrstvy,  $K$  je pomer viskozít disperznej fázy a matrice. Výsledný vzťah je základom matematických simulácií závislosti veľkosti častic disperznej fázy od zloženia polymérnej zmesi s kompatibilizátorom pre jednotlivé prípady: (i) s konštantnou hustotou kompatibilizátora v medzifázovej oblasti, (ii) ak celé množstvo kompatibilizátora je sústredene v medzifázovej oblasti, (iii) pre maximálnu hustotu kompatibilizátora v medzifazovej

oblasti pre daný systém. Tvar závislostí veľkosti častic od množstva disperznej fázy pre uvedené prípady je odlišný [7].

V ďalšej práci [9] sa rozoberá vplyv kompatibilizátora – jeho nehomogénnej distribúcie v medzifázovej oblasti spôsobenej šmykovým alebo elongačným tokom – na dva základné mechanizmy rozpadu častic (stepwise a transient mechanism) v závislosti od kapilárneho čísla Ca, jeho kritickej hodnoty  $Ca_c$  a pomeru viskozít K ( $\eta_d/\eta_m$ ). Pre stepwise mechanizmus ( $Ca > Ca_c$ ) je príznačný opakujúci sa rozpad častic na dve polovice ktorý končí keď kapilárne číslo Ca klesne pod kritickú hodnotu  $Ca_c$ . Pre druhý typ mechanizmu ( $Ca >> Ca_c$ ) je charakteristické predĺženie častice do dlhej fibrily a jej rozpad na veľké množstvo malých častic [8, 9]. Pre stepwise mechanizmus prítomnosť kompatibilizátora zapričinuje väčšiu deformáciu a ľahší rozpad častice, pri transient mechanizme podmieňuje ľahšie predĺženie častice. Prítomnosť kompatibilizátora tiež potláča účinnosť koalescencie v závislosti od narastania kapilárneho čísla, poklesu mobility medzifázovej vrstvy a obnovy pôvodného tvaru častic. Jeho význam tiež vzrástá s poklesom pomeru viskozít disperznej fázy a matrice [9].

Počas procesu zmiešania sú prítomné dve proti sebe pôsobiace sily: šmykové sily a medzifázové sily a ich pomer sa zvyčajne vyjadruje práve kapilárnym číslom Ca:

$$Ca = \tau R / \sigma = \eta_m \gamma R / \sigma \quad (6)$$

kde  $\tau$  je aplikované šmykové napätie (Pa), R – priemer častic (m),  $\sigma$  – medzifázové napätie (N/m),  $\gamma$  – šmyková rýchlosť ( $s^{-1}$ ). Hodnoty šmykového napäťia počas zmiešavania sú rádovo  $10^4 N/m^2$ . Medzifázové napätie má rádovo hodnoty  $10^{-2} N/m$ . Ak Ca je väčšie ako zodpovedá príslušnej deformácii zmiešavanie bude pokračovať až kým hydrodynamické sily nebudú v rovnováhe s medzifázovým napäťím ( $\tau R = \sigma$ ). To je prípad ak R je rádovo  $10^{-6} m$ . Grace [11] uvádzá experimentálne údaje pre vzťah medzi kritickým kapilárnym číslom vyžadovaným pre rozbitie častic a pre pomer K. Dispergované častice sú stabilné ak ich kapilárne (Weberovo) číslo je pod kritickou hodnotou. Disperzné zmiešanie je veľmi účinné pre  $K \sim 1$ . Rozdiely sú medzi šmykovým a elongačným tokom, zvlášť ak  $K \neq 1$ . Rozpad dispergovaných častic nie je možný pri šmykovom toku pri vysokých hodnotách K ( $>4$ ), hoci pre K nie je obmedzenie lomu častic pri elongačnom toku [8].

Tsebrenko [12] sa zaoberala tokom taveniny nekompatibilizovanej zmesi polymérov. Vo svojej práci uvádzá vzťah pre kritickú hodnotu deformácie častice:

$$Ec = (L - B) / (L + B) \quad (7)$$

kde L a B sú hlavná a vedľajšia os dispergovanej kvapky.

Z experimentálnych údajov niektorých autorov [13] vyplýva, že pre šmykový tok závislosť kritickej deformá-

cie od pomeru viskozít fáz K prechádza minimom v rozsahu hodnôt  $K \sim 0,1-1,0$  pre  $E_c \sim 0,6$ . Pre elongačný tok minimum  $E_c$  je v rozsahu  $K = 1-5$ , pričom  $E_c \sim 0,2$ . Pri šmykovom toku sú potom deformované častice stabilné v oblasti nízkych, alebo vysokých hodnôt K a dispergovaná fáza vytvára jemné dlhé fibrily v polymérovej matrici [14].

Karam a Bellinger [15] pozorovali rozpad častic v rozsahu pomeru viskozít disperznej fázy a kontinuálneho média  $0,005 \leq K \leq 3,0$ , podobne Cox a Mason [16] uvádzajú, že rozpad častic sa vyskytne pre  $K < 1$  [23]. Ak disperzná fáza má nízku viskozitu ( $K < 0,2$ ), potom pri kritickej hodnote šmykovej rýchlosťi častica nadobúda S tvar, pričom z jej koncov sa začínajú odtrhávať drobné kvapôčky. Ak viskozita dispergovanej fázy rastie ( $K > 0,2$ ), tak deformovaná častica sa láme cez stred za vytvorenia dvoch väčších kvapiek a troch „satelitových“ kvapiek. Pre  $K < 2$  sú častice preťahované do dlhých „cylindrických útvarov“ a potom sa rozpadávajú na množstvo drobných kvapôčiek. Pre vyššie hodnoty K nedochádza k rozpadu častice, so vzrastom šmykovej rýchlosťi (uvádzajú hodnotu  $\dot{\gamma} = 40 s^{-1}$  a vyššia) sa deformované častice elipsovitého tvaru orientujú v smere toku [12, 14].

Everaert [17] študoval vplyv zloženia zmesi PP/PS a viskozitného pomeru (K) na morfológiu. Ako kompatibilizátor bol použití poly (2,6-dimetyl 1,4-fenyleter). Oblast fázovej inverzie zložiek bola závislá od viskozitného pomeru. V rozsahu viskozitného pomeru 0,05–20 a obsahu 1% hm. disperznej fázy sa neprejavil rozpad častic ani koalescencia. Výsledky potvrdili jasné závislosť viskozitného pomeru a morfológie: veľmi viskózna matrica ( $K << 1$ ) zvýši množstvo rozpadov častic, ak viskozitný pomer  $K > 1$  častice sú stabilnejšie. Zmes s vyššou koncentráciou disperznej fázy ( $>20\%$ ) vykazuje značnú koalescenciu a vplyv pomeru viskozít na konečnú morfológiu je menej dôležitý.

Počas procesu zmiešavania alebo pri toku taveniny nemôže byť zanedbatelný efekt zrážok disperznych častic [18]. Táto kolízia poskytuje koalescenciu častíc rovnomerne pri relatívne nízkych koncentráciach dispergovanej fázy. Všeobecne možno konštatovať, že v taveninách existujú tri hnacie sily koalescencie dispergovanej fázy: gradienty rýchlosťi toku, ktoré spôsobia rôznú rýchlosť postupného pohybu kvapiek, Brownov pohyb a vonkajšie sily ktoré pôsobia na dispergované častice. Elmendorp [19] delí proces koalescencie na 4. štádia: 1.približovanie častíc, 2.deformácia častíc v dôsledku hydrodynamickej interakcie medzi nimi a odstránenie spojitej fázy medzi časticami, 3.roztrhnutie ostávajúceho filmu spojitej fázy, 4.vývoj krčku a formovanie častice.

Koalescencia je zvyčajne študovaná v podmienkach šmykového toku. Dostatočne malé kvapôčky budú podliehať koalescencii za vzniku väčších častic, ktoré v konečnom dôsledku budú opäť podliehať rozbitiu [12, 18]. Pri koalescencii zapričinenej šmykovým tokom pre-

množstvo zrážok častíc disperznej fázy za časovú jednotku platí Smoluchovského vzťah [9, 28]:

$$N_c = 3\tau\phi^2/\pi^2R_0^3 \quad (8)$$

kde  $N_c$  je množstvo kolízii neinteragujúcich častíc za časovú jednotku,  $\tau$  je šmykové napätie,  $R_0$  je počiatočný polomer častíc. Vzťah je vhodný pre systémy s/bez kompatibilizátora pri podmienke, že je vylúčená zrážka troch a viac častíc. Potom množstvo fúzii častíc za časovú jednotku je vyjadrené ako:

$$N_F = N_c + P_c \quad (9)$$

kde  $P_c$  je pravdepodobnosť, že po kolízii častíc nasleduje ich spojenie, čo je ovplyvnené hlavne krokom 2–4 koalescencie. Uvádzajú sa že práve druhý krok je rozhodujúci [9]. Matematický model vplyvu kompatibilizátora na koalescenciu je prezentovaný v literatúre [9]. Niekoľko experimentálnych štúdií sa zaoberala poklesom koalescencie častíc vplyvom pôsobenia kompatibilizátora [20–26]. Dva fyzikálne postuláty potlačenia koalescencie častíc za prítomnosti kompatibilizátora sú bližšie rozvedené v príspevku [27]. Wildes [29] predstavuje metodiku pre kvantitatívne hodnotenie kinetiky koalescencie dispergovanej fázy v zmesiach polymérov a analýzu vývoja morfológie a jej stability v tavení.

Z experimentálnych údajov v príspevku Utrackého [30] vyplýva že rozpad častíc dispergovanej fázy je výraznejší v elongačnom toku, než v šmykovom toku, hlavne keď pomer viskozít fáz je menší ako 3. Medzi determinujúce faktory ktoré ovplyvňujú tvorbu, existenciu a rozpad častíc patria typ toku a jeho intenzita, viskozita zmesi, elasticita polymérov, zloženie zmesi, interakcie medzi zložkami, čas ... Deformácia kvapiek je podriadená viskozite zmesi a kapilárному číslu. Tiež uvádzajú, že vplyv koalescencie na morfológiu treba uvažovať pri zastúpení dispergovaneho polyméru viac ako 0,05%. Pri uvedenej koncentrácií je možné zanedbať koalescenciu a sledovať mechanizmus rozpadu častíc. Vývoj morfológie, dezintegráciu častíc disperznej fázy a ich koalescenciu počas chaotického miešania polymérov a závislosť uvedených javov od percentuálneho zastúpenia zložiek zmesi je analyzovaný v [31].

Vývoj morfológie v nemiešateľných zmesiach polymérov počas kryštalizácie disperznej fázy v šmykovom toku sa zaoberala práca Deyvalla [32]. Prezentované sú výsledky vplyvu času kryštalizácie, času rozpadu častíc a šmykového napäcia na konečnú morfológiu zmesi.

Scott a Macosko [33] pozorovali vývoj morfológie počas procesu zmiešavania niekolkých nemiešateľných polymérových zmesi. Na určenie morfológie pri určitých časoch zmiešavania (1, 1,5, 2,...15 min) v modelovom experimente bola zvolená technika rozpúšťania matríce, čím sa izolovala disperzná fáza, ktorá bola potom pozorovaná SEM. Disperznú fázu tvoril amorfny nylon, matricou bolo niekoľko polymérov, PS, PES, PC. Elek-

trónová mikroskopia ukazuje mechanizmus vývoja morfológie. Z počiatočnej domény disperznej fázy sa vytvára stužkovitá, alebo listová štruktúra, vplyvom medzfázových a tokových sil sa tvoria diery v týchto útvaroch ktoré ďalej spôsobujú ich rozpad a vytvárajú sa konečné sférické častice. Mechanizmus vývoja morfológie je úzko spojený s taviacimi alebo hnetacími procesmi. Rozdiely v teplete, zaťažení, napäti vedú k veľkým diferenciám vo veľkosti častíc, podobne ako aj použitie zmiešavacieho zariadenia.

Podobné závery publikoval aj Bordereau [13] uvádzajú, že pomer viskozít disperznej fázy a matrince, zloženia zmesi, konfigurácie závitovky, jej rýchlosť má podstatný vplyv na morfológiu zmesi. Experimentálne práce a teoretické štúdie ktoré sa zaobrajú problematikou dezintegrácie a koalescencie častíc disperznej fázy v matriči dvoch nemiešateľných zmesí polymérov s/bez kompatibilizátora sú uvedené v literatúre [29, 34–38].

Zmes PP/PA6 s reaktívnym PPMA in situ kopolymérom bola hodnotená za účelom zistenia vplyvu maximálnej koncentrácie kompatibilizátora na fázovom rozhraní, ktorá by eliminovala koalescenciu častíc. Potlačenie koalescencie a významné zníženie medzfázového napäcia bolo naznamenané pri 63,7% pokrytí medzfázovej oblasti kopolymérom [39].

Mechanizmus vývoja morfológie zmesi PS/PE v počiatočnom štádiu miešania je prezentovaný v [40]. Značný pokles veľkosti častíc disperznej fázy počas miešania je kvantitatívne popísaný deformáciou „listových“ útvarov v šmykovom toku a nie deformáciou častíc v tvaru fibríl. Typ morfológie závisí od stability fibríl vytvorených po rozpade „listových“ útvarov. Pri vysokých hodnotách kapilárneho čísla, disperzná fáza sa nachádza vo forme fibríl. Ak je však nižšie, rozpadajú sa. Konečná veľkosť častíc sa však javí nezávislá od kapilárneho čísla.

Huneault [41], Isayev [42] si ako kritérium hodnotenia deformácie častice zvolili redukované kapilárne číslo  $Ca_R = Ca/Ca_c$ . Ak  $Ca_R < 0,1$  častica nie je deformovaná, ak  $0,1 < Ca_R < 1$ , častica je deformovaná ale nedochádza k jej rozpadu, ak  $1 < Ca_R < 4$  častica sa deformuje a rozpadá, a ak  $Ca_R > 4$  častica sa predĺži do stabilného filamentu. Na základe uvedených podmienok bol predpovedaný vývoj morfológie PET a PBT s PET/HBA pri zvlákňovaní za izotermických a neizotermických podmienok. Výsledky boli porovnané s experimentálnymi údajmi.

Elmendorp a Van der Vegt [43] uvádzajú, že koalescencia začína byť významná pri koncentrácií disperznej fázy nižšej ako 1%. Limitná koncentrácia však okrem podmienok deformácie závisí aj od viskozitného čísla. Deformáciou častíc a stanovením limitnej koncentrácie PA6 v HDPE matrici pre koalescenciu sa zaobráva príspievok [44]. Uvádzajú, že pri nízkych odťahových rýchlosťach koncentrácia nemá vplyv na deformáciu častíc disperznej fázy. Práve v závislosti od podmienok

zvlákňovania v tokovej oblasti, koalescencia začína hrať dôležitú ulohu až pri obsahu disperznej fázy 5%.

## 2. Viskozita polymérových zmesí

Hlavným faktorom určujúcim morfológiu zmesi je zloženie zmesi a viskozita tavenín komponentov. V prípade dvoch polymérov A a B, môžu byť vytvorené tri základné typy morfológie zmesi.

1. A a B sa zmiešavajú v rade vzrastajúceho obsahu polyméru A, vytvára sa pritom disperzia polyméru A v matici polyméru B,
2. koncentracie polymérov A a B sú vyrovnané – inverzia fáz,
3. vytvorí sa disperzia polyméru B v matici polyméru A.

Výsledná morfológia zmesi je závislá v značnej miere na pomere viskozít oboch polymérov. Ak minoritný polymér má nižšiu viskozitu ako majoritný polymér, konečná štruktúra bude uniformne disperzná. Opačne, ak viskozita minoritného polyméru bude vyššia, bude hrubo dispergovaný. Ak oba polyméry A a B maju približne rovnaké viskozity, matrica je tvorená majoritným polymérom a disperzná fáza minoritným polymérom.

Boli zistené štyri základné typy závislostí viskozity od zloženia polymérových zmesí [1, 47]: aditívna – viskozita zmesí je priemerom viskozity zložiek (často sa predpokladá logaritmická aditivita), závislosť prechádzajúca minimom, závislosť prechádzajúca maximom a esovitá závislosť s lokálnym minimum a maximum. Výnimkou však nie sú ani zložitejšie závislosti a niekolkými minimami a maximami, ktoré sa objavujú zvlášť pri malých koncentráciach jednej zo zložiek [47, 48].

Bolo už uvedené, že deformacia zohráva dôležitú úlohu počas zmiešavacieho procesu. V nemiešateľných zmesiach výsledkom vnútorného kízania vrstiev na rozhraní fáz, je rozšírenie medzifázovej vrstvy. Lin [45] uvádza vnútorné kízanie vrstiev ako teleskopický tok zmesi vo forme valca, pričom odvodil nasledujúcu závislosť:

$$\begin{aligned} 1/\eta &= \beta(w_1/\eta_1 + w_2/\eta_2) \\ \beta &= 1 - (\beta_{12}/\sigma_{12})(\Gamma w_1 w_2) \end{aligned} \quad (10)$$

kde  $\beta$  je faktor vnútorného kízania medzi vrstvami,  $w_i$  sú hmotnostné zlomky polymérov  $i = 1, 2$ ,  $\beta_{12} \leq 0$  je charakteristický šmykový faktor. Táto rovnica dovoluje predpovedať odchýlky od aditívneho správania sa zmesí, kde  $\beta_{12} \rightarrow 0$ .

Medzifázové rozhranie v nemiešateľných polymérových zmesiach nemusí byť uvažované ako matematická plocha separujúcich fáz, ale ako oblasť interdifúzie dvoch typov makromolekúl. Výhodné je skôr uvažovať medzifázovú oblasť ako tretiu fázu v nemiešateľnej zmesi s jej vlastnými charakteristickými vlastnosťami.

Teoretická práca [46] sa zaobera deformáciou dis-

perznej fázy v polymérovej matrici, a jej vplyvom na reologické správanie zmesi, ktoré je závislé na morfológii, ale aj na chemických vlastnostiach zložiek. Základ tvorí malá deformácia a nízka koncentrácia disperznej fázy. Štúdia Heitmilleru [46] hovorí o vplyve veľkých deformácií na reologické správanie zmesi, Doppert a Overdiep [46] nezahŕňajú vplyv deformácie na reologické správanie zmesi.

Okoroafor [46] predpokladá jednoduchý tok, prítomné sú tri vrstvy matrica, medzifázová vrstva a disperzná fáza. Deformácia vedie k zmenšeniu hrúbky vrstiev a k tvorbe výslednej plochy povrchov medzi fázami. Objemové zastúpenie fáz ostáva konštantné, teda nevyskytuje sa šmykom indukovaná miešateľnosť. Deformácia častíc sa vyskytuje iba pri vyššom zaťažení, úroveň odolnosti voči deformácii sa mení pre rôzne polymérové zmesi, závisí na elasticite domén.

Uvedený model zahŕňa:

- dva nemiešateľné polymery
- tok bez zotrvačnosti a efektov šmyku po stenách kapiláry.

Vo všeobecnej forme „pravidlo zmiešania“ možno využadiť ako:

$$\begin{aligned} 1/\eta_{blend} &= \phi'_m/\eta_m + \phi'_d/\eta_d + \phi'_r/\eta_i - \\ &- \lambda[(1/\eta_m - 1/\eta_d)\phi_m\phi_d + (\phi'_m/\eta_m - \phi'_d/\eta_d)\phi'_i + \\ &+ \phi'_r/\eta_i (\phi'_d - \phi'_m)] \end{aligned} \quad (11)$$

kde  $\phi'_i$ ,  $\phi'_d$ ,  $\phi'_m$  sú objemové zlomky medzifázovej vrstvy, disperznej fázy a matrice ( $\phi'_i = \phi_1 + x_m \phi_m + x_d \phi_d$ ,  $\phi_d = (1 - x_d)\phi_d$ ,  $\phi_m = (1 - x_m)\phi_m$ , ak  $x_m$  a  $x_d$  je počiatocné objemové zastúpenie v percentoch  $\phi_m$  a  $\phi_d$  matrice a disperznej fázy pred zmiešaním ktoré sa eventuálne podielajú na vzniku medzifázovej vrstvy [1]). To znamená, že vlastnosti medzifázového rozhrania môžu meniť efektívny objem disperznej fázy a matrice.  $\lambda$  je regulovateľný parameter ktorého hodnota sa mení v závislosti na zmesi, určuje odolnosť voči deformácii domén. Kvôli jednoduchosti možno predpokladať dve extrémne hodnoty 0 a 1 pri vysokom napäti a pri nízkom napäti.

V práci Utrackého [49, 50] a Willisa [51] boli študované dva typy nemiešateľných zmesí polymérov, kompatibilizované a nekompatibilizované. Viskoza zmesi v kompatibilizovanom systéme ukázala pozitívnu odchýlku správania od „pravidla zmiešania“. V zmesi nekompatibilizovanej bola pozorovaná negatívna odchýlka, alebo lineárna viskozitná závislosť. Zmenšenie veľkosti častíc bolo viac než 100 % v porovnaní s veľkosťou častíc nekompatibilizovaných zmesí. Autori priradili rozdiel v reológickom správaní sa oboch polymérových zmesí interakciám medzi fázami ktoré vedú tiež k rozdielnym morfológiám. Interakcie medzi disperznou fázou a matricou podmieňujú vytvorenie medzifázovej vrstvy, ktorej hrúbka závisí na rozsahu interakcií a ktorá zabezpečí adhéziu disperznej fázy na matrici.

### 3. Zmesné vlákna polypropylén polárny polymér

Aplikáciou polyméru zmesi pri príprave zmesných vláken s dôrazom na zlepšenie znášanlivosti polypropylénu s polárnym polymérom, ako PET, PA6, pomocou reaktívnych alebo nereaktívnych aditív sa zaobere viacero prác [52–57]. Z mechanicko-fyzikálnej analýzy vyplýva, že dispergované a orientované časťice PET a PA6 zlepšujú mechanicko-fyzikálne vlastnosti PP vláken [58]. Dispergátor na báze esteru kyseliny steárovej a polypropylenglykolu zvyšuje technologickú znášanlivosť PET a PA6 s PP matricou a zlepšuje pevnosť a tažnosť vláken. Vplyv nereaktívnych a nízkomolekulových zložiek na zvlákňovanie PP/PET zmesí a vlastnosti zmesných vláken je uvedený v práci [59].

Učinnosť kompatibilizácie derivátov maleinanhidridu očkovaných na polypropyléne pre zmes PP/PET bola hodnotená v príspevku [60].

Porovnanie účinnosti kompatibilizátora PP-MA a PP-glycidylmetakrylát v zmesi PP/PA6 v dispergačnom procese, mechanických a termických vlastnostach bolo hodnotené v príspevku [61]. Podobne účinnosť troch kompatibilizátorov na báze maleinanhidridu (PP-MA, LDPE-MA, SEBS-MA) v zmesi PET/PP bola hodnotená za použitia DSC, SEM [62].

Reologické vlastnosti a morfológia zmesi PP/PA6 s rôznym obsahom aditíva PPMA boli zhodnotené [63]. Metódami SEM a LSCM je prezentovaná koalescencia počas zvlákňovania z taveniny ktorá vedie k vzniku fibrilárnej morfológie.

Ako kompatibilizátory zmesi PET/PA6 boli úspešne aplikované akrylové modifikované polyolefíny typu ionomér  $Zn^{2+}$  [64]. Metódy na posúdenie ich účinnosti boli DSC, DMTA, SEM. Bol hodnotený aj vplyv termickej histórie a fyzikálneho starnutia zmesí.

Vyfarbitelnosťou zmesných PP/PET vláken disperznými farbivami bez prenášačov a bez tlaku sa zaobrajú príspevky [65, 66].

### Literatúra

- 1 Marcinčin A., Prog. Polym. Sci. 27, 853–913, (2002)
- 2 Utracki LA. V: Karger-Kocsis J, editor. Polypropylene an A-Z reference. Dordrecht: Kluwer, 1999, s.601
- 3 Sova, M., Chem. Listy 86, 744–758, 1992
- 4 Pospišil, J., Horák, Z., Plasty a Kaučuk, 34, 68–71, 1997/3
- 5 Beckmans, F., Compatibilizers voor Polymeermengsels, Internal Report, Delft University of Technology, 1990.
- 6 Maglio, G., Palumbo, R., The Role of Interfacial Agents in Polymer Blends. V: Polymer Blends Processing, Morphology, and Properties, 1984, Vol. 2, Kryszevski, M., a Galeski, A., Plenum Press, New York,
- 7 Fortelný, I., Živný, A., Polymer 41, 6865–6873, 2000
- 8 Fortelný, I., Rheol Acta 40, 485–489, 2001
- 9 Fortelný, I., J. Macromol. Sci-Phis., B39 (1), 67–78, 2000
- 10 JanssenJMH, Meijer HEH., J.Rheol., 37, 597, 1997
- 11 Grace, H.P., Chem. Eng. Commun., 14, 225, 1982
- 12 Tsebrenko, M.V., Danilova, G.P., Journal of Newtonian Fluid Mechanics, 31, 1–26, 1989
- 13 Bordereau, V., Shi, ZH., Utracki, LA., Polymer Engineering and Science, Vol 32, Iss 24, pp 1846–1856, 1992
- 14 Marcinčin, A., Vlákna a Textil 8 (2), 126–134, 2001
- 15 Karam, H., Bellinger, JC., Ind. Eng. Chem. Fundam., 7, 576, 1968
- 16 Torza, S., Cox, RG., Mason, SG., J. Colloid Interface Sci., 38, 395, 1972
- 17 Everaert, V., Aerts, L., Groeninckx, G., Polymer 40, 6627–6644, 1999
- 18 Elmendorp, JJ., Study on Polymer Blending Microrheology, Dizertačná práca Delf 1986, Technische Hogenschool Delf.
- 19 Fortelný, I., Kovař, J., Plasty a Kaučuk, 27, 170, 1990
- 20 Ramic, AJ., Stehlin, JC., Hudson, SD., Macromolecules 33, 371–374, 2000
- 21 Sundararaj, U., Macosko, CW Macromolecules, 28, 2647–2657, 1995
- 22 Macosko, C., W., Guegan, P., Khandpur, A., Nakazama, A., Marechal, P., Macromolecules 29, 5590–5596, 1996
- 23 Ishida, A., Macromolecules 32, 5383–5390, 1999
- 24 Ishida, A., Macromolecules 32, 4582–4587, 1999
- 25 Leppers, JC., Favis, BD., Lacroix, CJ., Polym Sci Polym Phys, 37, 939–951, 1999
- 26 Nandy, A., Mehra, A., Khakhar, DV., Phys Rev Lett 83, 2461–2464, 1999
- 27 Van Puyvelde P., Velankar S., Moldenaers P., Current Opinion in Colloid 6, 457–463, 2001
- 28 Fortelný I., Kovář J., Stephan J., J. Elastomers Plast., 28, 785, 1996
- 29 Wildes, G., Keskkula, H., Paul, DR., Polymer 40, 5609–5621, 1999
- 30 Utracki, LA., Shi, ZH., Polymer Engineering and Science, Vol 32, Iss 24, 1824–1833, 1992
- 31 Zumbrunnen, DA., Chhibber, C., Polymer 43, 3267–3277, 2002
- 32 Deyrall, Z., Fulchiron, R., Cassagnau, P., Polymer 43, 3311–3321, 2002
- 33 Scott, ChE., Macosko, ChW., Polymer, Vol 36, Iss 3, 461–470, 1995
- 34 Schoolenberg GE., DuringF., Polymer 39, 757–763, 1998
- 35 Solis AS., Calderas F., Manero O., Polymer 42, 7335–7342, 2001
- 36 Fortelný I., Kovář j., Plasty a kaučuk 27, 170–173, 1990
- 37 Marcinčin A., Prog. Polym. Sci. 27, 853–913, 2002
- 38 Afshari M., Kotek R., Kish MH., Polymer 43, 1331–1341, 2002
- 39 Zhaojun, L., Zhang, X., Tasaka, S., Inagaki N., Materials Letters 48, 81–88, 2001
- 40 Willemse, R.C., Ramaker, E., J., J., Van Dam, A., Polymer 40, 6651–6659, 1999
- 41 Huneault MA., Shi ZH., Utracki LA., Polym. Eng. Sci., 35, 115, 1995
- 42 Song CH., Isayev AI., Polymer 42, 2611–2619, 2001
- 43 Elmendorp JJ., Van der Vegt AK., Polym. Eng. Sci. 26, 1332, 1986
- 44 González-Núñez R., Arellano M., Moscoso FJ., González-Romero VM., Favis BD., Polymer 42, 5485–5489, 2001
- 45 Lin, CC., Polym. J., 11, 185, 1979
- 46 Okoroafor, EU., Polymer 33, 24, 5264–5271, 1992
- 47 Fortelný, I., Plasty a Kaučuk, 29, č.3–4, 48–51, 1992
- 48 Utracki, LA., J. Rheol., 35, 1615, 1991
- 49 Utracki, LA., Dumoulin, MM., Toma, P., Polyblends 85, NRCC/IMRI Symp., Boucherville, Canada, April 1985
- 50 Utracki, LA., Sammut, P. Polyblends 88, NRCC/IMRI Symp., Boucherville, Canada, April 1988
- 51 Willis, JM., Favis, BD. Polyblends 88, NRCC/IMRI Symp..

- Boucherville, Canada, April 1988
- 52 Marcinčin A., Brejka O., Murarová A., Hodul P., Brejková A., Vlákna textil 6 (3), 119–124, 1999
- 53 Marcinčin A., Brejka O., Jacanin O., Golob V., Marcinčinová T., Fibers Text. Eur 8(4), 66–70, 2000
- 54 Marcinčin A., Jurčišinová A., Borsig E., Krištofič M., Marcinčinová T., Polym. Adv. Technol. 12, 461–465, 2001
- 55 Papadopoulou CP., Kalfoglou NK., Polymer 41, 2543–2555, 2000
- 56 Afshari M., Kotek R., Kish MH., Dast HN., Gupta BS., Polymer 43, 1331–1341, 2002
- 57 Saujanya C., Radhakrishnan S., Polymer 41, 4537–4548, 2001
- 58 Ujhelyiová, A., Marcinčin, A., nerovnomernosť geometrie a štruktúry syntetických vláken a metódy jej hodnotenia. In: Zborník 6. Národní konference STRUTEX, TU Liberec, s.25–31, 1999
- 59 Marcinčin, A., Ujhelyiová, A., Marcinčinová, T., Macromol. Symp. 176, 65–72, 2001
- 60 Pang YX., Jia DM., Hu HJ., Hourston DJ., Song M., Polymer 41, 357–365, 2000
- 61 Tadesco, A., Barbosa, RV., Nachtigal SMB., Polymer Testing 21, 11–15, 2002
- 62 Papadopoulou, CP., Kalfoglou, NK., Polymer 41, 2543–2555, 2000057
- 63 Ashari, M., Kotek, R., Kish, MH., Dast, HN., Polymer 43, 1331–1341, 2002
- 64 Verfaillie G., Devaux J., Legras R., Polymer 40, 2929–2938, 1999
- 65 Marcinčin, A.,at al., Development of colour Concentrates for PP and PET Spun Dyed Fibers, In : 3th Inter. Conf. On New Product and Production Technologies for a New Textile Industry, University of Gent, Belgium, 169–177, 1999
- 66 Marcinčin, A., Zemanová E., processing of Colour concentrates for Polypropylene and polyethylene terephthalate, 8th Int. Conf. on Dyes and Pigments, Colorchem 2000, VUOS Pardubice, CZ 2000

## RNDr. Dušan Budzák, 50-ročný generálny riaditeľ VÚCHV, a. s. Svit



Narodil sa 28. 05. 1953 v Jezersku okres Poprad. Strednú priemyselnú školu chemickú vo Svite ukončil v r. 1972. Vysokoškolské štúdium absolvoval na Prírodovedeckej fakulte UP JŠ, odbor Organická chémia V Košiciach, ktoré úspešne ukončil v roku 1977.

Po ukončení štúdia na Prírodovedeckej fakulte nastúpil do zamestnania na Výskumný ústav chemických vlákien vo Svite, úsek realizácie. V tomto období VÚCHV mal rozsiahle realizácie výsledkov výskumu a vývoja, najmä výrob polypropylénových vlákien, ktorých sa zúčastňoval:

Zavedenie výroby 10 000 t/r polypropylénových strižových vlákien a 12 000 t/r polypropylénových káblíkov vo vtedajších CHZJD, t. č. Istrochem, Bratislava v roku 1978–1981;

Zavedenie výroby 4 000 t/r polypropylénového textilného hodvábu v Chemosvite vo Svite v rokoch 1981–1982.

Táto činnosť vyžadovala od menovaného dostatočné osvojenie si technológií a zároveň dobrú odbornú a organizátorskú prípravu na prácu v odbore chemických vlákien v systéme výskum, vývoj, príprava projekčných podkladov a organizovanie realizácie výroby.

Po účasti na uvedených realizáciach pracoval v odbore syntetických vlákien na úlohe povrchovej farbilstvenosti PP vlákien. Rovnako účasť i na ďalších výskumných úlohách umožnili RNDr. Budzákovi získať poznatky, ktoré boli súčasťou PV, AO, publikácií v odborných časopisoch a prednášok na konferenciach.

V roku 1985 prešiel pracovať do odboru technického rozvoja. Najprv pracoval ako vedúci útvaru medzinárodnej spolupráce. Bolo to obdobie pre menovaného rovnako významné a náročné, pretože si to vyžadovalo pomerne dobrú znalosť problematiky vlákien. Neskôr sa stal vedúcim odboru technického rozvoja. Touto činnosťou menovaný vstupoval do vrcholového riadenia VÚCHV, počnúc prípravou plánu RVT až zabezpečením nadväznej realizácie v priemysle. Vyústením činnosti bol rok 1993, kedy bol od 1.4. vymenaný ministrom priemyslu za riaditeľa š. p. VÚCHV. To obdobie sa vyznačovalo veľkými spoločenskými zmenami, čo vyžadovalo od vedúcich riadiacich pracovníkov vysoké aktivity pre štrukturálne zmeny v činnosti a organizácii inštitúcií. Treba zdôrazniť, že i pri veľkých perso-

nálnych zmenach sa podarilo RNDr. Budzákovi zachrániť ústav a pretransformovať ho na fungujúcu inštitúciu. V priebehu jeho desaťročnej činnosti vo funkcií riaditeľa sa mu podarilo:

- záchrana ústavu spojená so zmenou orientácie činností, okrem výskumnej zložky sa utvorila zložka výrobná cez tzv. špeciality s vyššou pridanou hodnotou
- vybudovanie marketingu ako veľmi dôležitej súčasti
- vybudovanie laboratórií v rámci slovenského skúšobníctva
- prechod VÚCHV Svit zo štátneho podniku na akciovú spoločnosť
- transformácia resp. privatizácia VÚCHV, a. s. cez verejnú súťaž v prospech vlastných zamestnancov
- postupný investičný rozvoj spoločnosti
- exportné aktivity ako v oblasti výskumu, vývoja, tak aj v oblasti výroby.

V súčasnom období pôsobí ako predseda predstavenstva a generálny riaditeľ VÚCHV, a. s. Svit. Zároveň je predsedom predstavenstva a. s. TAFIB Svit, ktorá vlastní VÚCHV, a. s. Svit. Popri tejto veľmi náročnej manažérskej práci sa venuje aj odbornému rastu. Okrem iného je autorom, resp. spoluautorom mnohých článkov a prednášok. Vytvára dobré podmienky pre spoluprácu s významnými osobnosťami, s podnikmi, ale aj so školami predovšetkým s niektorými fakultami.

Zároveň je aktívny v niektorých ďalších inštitúciach.

- predseda Dozornej rady Zväzu chemického a farmaceutického priemyslu v SR
- člen Vedeckej rady Prírodovedeckej fakulty, UP JŠ v Košiciach
- člen Vedeckej rady Fakulty priemyselných technológií v Púchove, TnU AD
- člen komisie štátnych záverečných skúšok na Katedre vlákien a textilu, CHTF STU v Bratislave
- člen komisie výboru Národnej rady SR pre podnikanie.

Pri náročnej pracovnej činnosti má rád chalupárčenie vo svojom rodnom kraji na Zamagurí. Venuje sa tenisu a stolnému tenisu, cez ktoré si získal veľké množstvo priateľov a kontaktov.

Želáme mu v ďalšom období jeho života dobré zdravie a úspechy v práci a rodine.

Prof. Ing. Martin Jambrich, DrSc.  
člen redakčnej rady

## ZO ZAHRANIČNÝCH ČASOPISOV

---

### Kompaktné pradenie sa presadzuje

*INTERNATIONAL TEXTILE BULLETIN*, 48, 2002, č. 1, s. 42-43

Na trhu sa začína presadzovať kompaktné pradenie. Technológia, ktorá je na trhu už šesť rokov, sa neustále vyvíja a ponúka úplne nové možnosti. Perfektnou štruktúrou priadze sa dosiahne výrazné zníženie nákladov a vytvorí lepšie výrobky. V druhej generácii strojov sú realizované najnovšie poznatky.

### Broskyňová pokožka s hladkými priadzami

*INTERNATIONAL TEXTILE BULLETIN*, 48, 2002, č. 1, s. 47-48

V ostatných rokoch sa stretávame na trhu s tkanicami „Peach skin“, ktoré prichádzajú z Ázie. Názov tkanín súvisí s mäkkým, suchým ohmatom broskyňovej šupky. Tieto výrobky, ktoré sú zo 100 % polyesteru, sa nevyrábajú z tvarovanej priadze, ale z konštrukcie pozostávajúcej z dvoch hladkých priadzí.

### Ľan sa stáva elastickým

*INTERNATIONAL TEXTILE BULLETIN*, 48, 2002, č. 2, s. 18-19

Pokial' ide o spotrebú ľanových vlákien, tak tieto nezaujímajú popredné svetové miesto. Nepopierateľné výhody súvisiace s komfortom nosenia a dĺžkou striže potláča do pozadia veľmi legendárna krivost'. Severoirskemu priemyslu ľanových vlákien sa podarilo integrovať najstaršie textilné vlákno do elastickej ľanovej tkaniny. Prvé výsledky sú uspokojivé.

### Termofixácia hadicových pletenín

*INTERNATIONAL TEXTILE BULLETIN*, 48, 2002, č. 2, s. 57-58

Hadicové pleteniny sa pred termofixáciou na napínačích rámcach najskôr rozstrihnú, potom sa opäť zošíjú, aby sa zaručili dobre spracovateľské vlastnosti počas bielenia, resp., aby sa dosiahli rovnomenné vyfarbenia na tryskových farbiacich strojoch. Po zafarbení sa hadicová pletenina opäť rozstrijne. Tieto nákladné procesové operácie a strata materiálu spôsobená strihaním a opäťovným spájaním je možné obísť predbežnou fixáciou alebo termofixáciou v hadicovej forme po bielení/farbení.

### 10 rokov Öko-Tex Standard 100

*INTERNATIONAL TEXTILE BULLETIN*, 48, 2002, č. 3, s. 33-37

Medzinárodné združenie Öko-Tex vystavilo viac než 23 000 certifikátov na milióny textilných výrobkov. Do jednotného skúšobného a certifikačného systému Öko-

Tex sa zapojilo viac než 4 200 podnikov textilného a odevného priemyslu z celého sveta. Značka Öko-Tex sa stala medzinárodne významnou eko-značkou pre textílie odskúšané na obsah škodlivých látok. Systém Öko-Tex je preto zárukou optimálnych humánno-ekologických vlastností textilií všetkých druhov.

### Celulózové vlákno s novou funkciou

*INTERNATIONAL TEXTILE BULLETIN*, 48, 2002, č. 3, s. 38-41

Trend ku kvalitnejším hygienickým normám a dopyt spotrebiteľov po vyšom komforte, ktorý sa dosiahne odstraňovaním neprijemných zápachov spôsobených razmnožovaním baktérií, je hnacím motorom vývoja textilií s antibakteriálnymi povrchovými vlastnosťami. Takýto druh úpravy sa však vyznačuje nedostatočnou stálosťou v praní a ovplyvňuje povrchové vlastnosti.

### Alkalický spôsob farbenia polyestrových vlákien

*INTERNATIONAL TEXTILE BULLETIN*, 48, 2002, č. 4, s. 69-75

Polyesterové vlákna sa odjakživa farbia pri pH 4,5-5, hoci predúpravárenské procesy a dodatočné úpravy sa vykonávajú v alkalickom prostredí. Pokial' sa budú spracovávať polyesterové vlákna a nite, vždy bude mať farbiar a upravár problémy s oligomermi. V súčasnej dobe sú tieto problémy riešiteľné. Usadeniny oligomerov je možné nielen redukovať, ale aj optimalizovať kvalitu zafarbených polyestrových vlákien elimináciou oligomerov.

### Akrylové vlákna na vlasové výrobky

*INTERNATIONAL TEXTILE BULLETIN*, 48, 2002, č. 4, s. 82

Španielska firma Fisipe predstavila svoj najnovší produkt z oddelenia V špeciálne akrylové vlákno "Courtelle Flatt", ktoré dopĺňa paletu špeciálnych vlákien "Courtelle Sun"; "Courtelle Matis"; "Courtelle Micro" a "Fisivon". Vlákno s plochým prierezom je určené na vlasové výrobky. Všetky tieto špeciálne vlákna Courtelle sa vyznačujú novými charakteristickými vlasnosťami, farbia sa v hmote a dodávajú v neochrómových farbách, ktoré vyznačujú optimálnu egalitu.

### Význam a funkcia avivážnych prostriedkov

*INTERNATIONAL TEXTILE BULLETIN*, 48, 2002, č. 5, s. 6-10

Už dlhé storočia sa textílie upravujú avivážnymi prostriedkami, aby sa zlepšila splývavosť a ohmat výrobku. Aj v súčasnosti je ohmat dôležitým kvalita-

tívnym parametrom pre výrobcu textilií a ovplyvňuje jeho predajnosť. Moderné aviváže majú veľmi málo spoločného s avivážami používanými v minulých storočiach. Na podklade konkrétnych príkladov je uvedený význam a funkcia aviváži.

#### **UV absorbéry pre bavlnené tkaniny**

*INTERNATIONAL TEXTILE BULLETIN*, 48, 2002, č. 5, s. 65-68

Hoci sa odev často považuje za efektívnu ochranu pred slnkom, nie vždy však dostatočne chráni pred jeho negatívnymi účinkami. Stupeň ochrany závisí od príslušného textilného materiálu, husto tkaný alebo pletený, tmavý syntetický materiál poskytuje lepšiu ochranu než priesvitný bavlnený odev s nízkou hmotnosťou a svetlých farieb. Pomocou špeciálneho UV absorbéra „Tinofast CEL liq“ je možné zvýšiť ochranný faktor bavlny (UPF), viskózy, lyocelu a polyamidu a ich zmesí, najmä ak tieto potlačené alebo zafarbené materiály sú svetlých alebo stredne tmavých odtieňov.

#### **Polyamidové vlákno s ochranným faktorom 60**

*INTERNATIONAL TEXTILE BULLETIN*, 48, 2002, č. 5, s. 86

Nemecká firma BASF vyvinula polyamid, ktorý chráni pred UV žiareniom. Je jedno, či je materiál hrubý, tenký alebo mokrý, ochranný účinok zostáva zachovaný. Látka, ktorá zachytáva UV žiarenie, sa nazýva TiO<sub>2</sub> (oxid titaničitý). V blízkej budúcnosti by sa mal objaviť na trhu aj elastický materiál chrániaci pred účinkami UV žiarenia.

#### **Spracovanie elastanových priadzí na tkacích strojoch**

*MELLAND TEXTILBERICHTE*, 82, 2001, č. 7/8, s. 581-584

Spracovanie elastanových priadzí na tkacích strojoch je mnohokrát spojené s problémami. V príspevku sú uvedené praktické pokyny na dosiahnutie výbornej kvality tkanín a porovnania medzi pneumatickými a štipcovými tkacími strojmi.

#### **Výroba technických tkanín na tkacom stroji M 8300 so sériovou zívou**

*MELLAND TEXTILBERICHTE*, 82, 2001, č. 7/8, s. 585-589

Viac než 1/3 tkanín z nemeckej produkcie je určená na technické účely. Jednou z možností zníženia výrobných nákladov tkacieho procesu je nový tkací stroj so sériovou zívou. Autor skúma vzájomné súvislosti medzi výrobnými podmienkami a vlastnosťami tkanín. Ďalej porovnáva tieto vplyvy so zmenou vlastnosti spôsobenou úpravou (praním, odšlichtovaním).

#### **Superodpudivé vlastnosti pomocou fotonických techník**

*MELLAND TEXTILBERICHTE*, 82, 2001, č. 7/8, s. 613-614

Nešpinivosť technických textilií je bezprostredne spojená s ich hydrofóbnym povrchom. Témou príspevku sú hydrofóbne vlastnosti textilného povrchu. Na dosiahnutie takýchto povrchových vlastností sa používajú moderné fyzikálne metódy. V DTNW (Deutsches Textilforschungszentrum Nord-West e.V.) v Krefelde už niekoľko rokov skúmajú potenciál fotonických technológií, napr. ozárovanie polymérov (PES alebo p-aramidu) impulzným ultrafialovým laserom (Excimerlaser). Hoci súvislosti medzi geometrickou štruktúrou, hydrofóbnosťou a odolnosťou plošných útvarov proti kvapalinám sú známe viac než 40 rokov, pre výrobu superodpudivých a samočistiacich vlákkenných materiálov chýbajú špecifické poznatky o optimálnom štrukturovaní povrchu vláken.

#### **Vplyv oderu autopoľahoviek na zníženie hluku**

*MELLAND TEXTILBERICHTE*, 82, 2001, č. 7/8, s. 620-621

Vo všeobecnosti sa dá povedať, že textilné materiály prispievajú nielen ku znižovaniu hladiny hluku v automobiloch, ale zvyšujú aj ich komfort. Zdá sa, že z hľadiska tlmenia zvuku je hrúbka a hmotnosť textilií najdôležitejším faktorom. Cieľom štúdie bolo zistiť, aký vplyv má oder na zvukovo-izolačné vlastnosti textilií používaných v osobných automobiloch a či tieto vlastnosti zostanú zachované aj po určitej dobe používania alebo či sa očakáva zvýšená hladina hluku vo vnútornom priestore osobných automobilov. Skúške sa podrobilo 6 poľahových materiálov rôznej hmotnosti a konštrukcie. Z výsledkov vyplýva, že zvýšená hladina hluku v osobných automobiloch nesúvisí s opotrebovanými potahovými materiálmi.

#### **Viac PP priadzí**

*MELLAND TEXTILBERICHTE*, 82, 2001, č. 9, s. 668

Spotreba syntetických strižových vláken v 90-ych rokoch dosiahla úroveň spotreby v 70-ych rokoch. Podiel polypropylénových vláken na trhu sa zvýšil z 5 % (1985) na 16 % (2000). V roku 2010 sa predpokladá, že sa vyrobí 705-795 000 t priadzí zo syntetických vláken. Podiel PP vláken sa zvýší na 22-24 %. V tabuľke je uvedený súbor ukazovateľov charakterizujúcich situáciu v západnej Európe.

#### **„4 postupy v 1“ - kombinované bielenie a farbenie celulózových vláken**

*MELLAND TEXTILBERICHTE*, 82, 2001, č. 9, s. 708-711

V príspevku sú predstavené jednokúpeľové postupy bielenia a farbenia pomocou ekologicky optimalizovaných textilných pomocných prostriedkov, pri ktorých jednotlivé úpravárenské stupne, ako kyslá demineralizácia, alkalická vyváaska, peroxidové bielenie, eliminácia zvyškového peroxidu s následným farbením reaktív-

nymi farbivami prebiehajú bez bežných medziplachovacích cyklov. Uvedené sú návrhy rámcových receptúr pri zohľadnení špecifických kritérií, napr. farebného odtieňa a stálosť vyfarbení, informácie o praktických skúsenostiach, hospodárskej efektívnosti, atď.

#### **Význam termických a hydrotermických procesov ako príčiny poškodenia elastanu**

*MELLAND TEXTILBERICHTE*, 82, 2001, č. 9, s. 722-725

Príspevok sa zaobráva príčinami viditeľných strát pružnosti priadzí alebo výrobkov s podielom elastanových vlákien počas ich spracovávania, ktoré súvisia väčšinou s prekročením hraníc zaťažiteľnosti elastanov pri HT-procesoch. Tieto závisia od typu elastanov. Pokial' ide o vlastnosti elastanov, prísna kontrola procesových parametrov pri HT-procesoch je veľmi dôležitá. Fenomenologický popis faktorov (teploty, doby spracovania a tenzie) pomocou diagramu zaťaženia - pretiahnutia je doplnený názorom na molekulárne príčiny poškodení elastanových vlákien.

#### **Vplyv enzymatickej úpravy na farbené vlnené tkaniny**

*MELLAND TEXTILBERICHTE*, 82, 2001, č. 9, s. 726-729

Zistovalo sa, či a do akej miery ovplyvňuje enzymatická úprava farbu a stálosť vyfarbenia vlnených tkanín. Z výsledkov skúšok vyplýva, že enzymatická úprava nespôsobuje žiadne výraznejšie zmeny farebného odtieňa. Taktiež neboli zaznamenané žiadne výraznejšie zmeny jasu, hĺbky vyfarbenia alebo sýtosti farebného odtieňa. Ani stálosť vyfarbenia v pote, otore, v domácom a komerčnom praní a na umelom svetle neboli enzymatickou úpravou ovplyvnené.

#### **Lyocelové vlákna na neutrálnu adsorpciu organických obsahových látok z kvapalín a plynov**

*MELLAND TEXTILBERICHTE*, 82, 2001, č. 10, s. 771

Neutrálne adsorbéry, najmä aktívne uhlie, sa používajú na odstraňovanie škodlivých látok z kvapalín a plynov, napr. na úpravu vody alebo čistenie odpadového vzduchu. Bol vyvinutý nový postup zvlákňovania, pri ktorom sa rôzne neutrálne adsorbéry zabudujú do celulózovej matrice, ktorá sa následne zvlákňuje. V takto ziskaných materiáloch sú spojené vlastnosti adsorbérov s technologickými vlastnosťami celulózových vlákien. V príspevku je charakterizovaná adsorpčná schopnosť rôznych druhov adsorbérov. Najväčšiu kapacitu majú neutrálne adsorbéry a pyrolyzované neutrálne adsorbéry. Modifikované vlákna, resp. rúna vyrobené z modifikovaných vlákien sa porovnávali s čistými adsorbérmi. Efektivita modifikovaných vlákien a rún vztiahnutá na granulovaný adsorbér prekračuje hranicu 60 %.

#### **Potlač modifikovaných proteínových textilných výrobkov**

*MELLAND TEXTILBERICHTE*, 82, 2001, č. 10, s. 818-819

V príspevku je popísaná technológia "výroby" koloristických efektov na tkaninách z bavlny a prírodného hodvábu. Efekty "tón v tóne" sa dosiahnu modifikáciou jednotlivých oblastí polyetylénimínom a dietylénimínom, nanášaných pomocou zahušťovacích prostriedkov. Zahustovacie prostriedky nemajú vplyv na dosiahnuté efekty. Potlačené oblasti sa fixujú nasýtenou parou a následne farbia na svetlé až stredné odtiene farbivami na proteínové vlákna. Potlač je charakterizovaná presnými a ostrými obrysami a väčšou sýtosťou farebného odtieňa než pozadie. Časy fixácie potlače a vyfarbenia sú kratšie než časy tradičných technológií.

#### **Stálosť vyfarbenia celulózových textílií zafarbených reaktívnymi farbivami v otore**

*MELLAND TEXTILBERICHTE*, 82, 2001, č. 10, s. 831-836

Zlé stálosť vyfarbenia bavlnených materiálov v mokrom otore sú príčinou častých reklamácií. V článku sa podrobne skúmajú vedecké a aplikačno-technologicke predpoklady ako aj faktory, ktoré ovplyvňujú stálosť v otore celulózových textílií zafarbených reaktívnymi farbivami. Uvedené sú príčiny zlých stálosť vyfarbení, možnosti ich zlepšenia a diskutuje sa o dôležitej otázke, či a ktoré bavlnené kvality sú z hľadiska stálosť v otore vhodné na farbenie reaktívnymi farbivami. Výsledky dopĺňajú doterajšie poznatky o problematike stálosť bavlnených materiálov v otore.

#### **Meranie vzniku kyslíka pri peroxidovom bielení**

*MELLAND TEXTILBERICHTE*, 82, 2001, č. 11/12, s. 920-926

V príspevku je predstavená nová metóda na automatické meranie vzniku kyslíka počas peroxidového bielenia. Dosiahnuté výsledky sú reprodukovateľné a diferencovanejšie než doterajšie merania zvyškového peroxidu, stupňa belosti a poškodenia vlákien. Na trhu existuje veľa moderných anorganických a organických stabilizátorov, ktoré inhibujú rozpad peroxidu vodíka a priaznivo ovplyvňujú parametre, napr. stupeň belosti, katalytické efekty, poškodenie vlákien, procesovú bezpečnosť.

#### **Silikónové povrstvenia zvyšujú pevnosť textílií v natrhnutí**

*MELLAND TEXTILBERICHTE*, 82, 2001, č. 11/12, s. 939-940

Nové typy úprav silikónovým kaučukom zlepšujú pevnosť v natrhnutí a mnohonásobne predlžujú životnosť povrstvených polyamidových a polyesterových tkanín. S optimalizovanými receptúrami na báze kvapalného silikónového kaučuku a disperzií sa dosiahli lepšie výsledky než s doterajšími úpravami. Príčinou

môže byť vysoká flexibilita, malý modul E elastomérov. Silikóny sa môžu kombinovať s organickými polymérmi (polyuretán, akrylát).

### **Vlákno kontra rast baktérií**

*MELLIAND TEXTILBERICHTE*, 82, 2001, č. 11/12, s. 952

Na výstave "Premiere Vision" v Paríži predstavila rakúcka firma Lenzing, a.s. nový variant svojho modálového vlákna Lenzing Modal Fresh s bakteriostatickým účinkom. Účinná látka, ktorá inhibuje rast baktérií sa pridáva aj do kozmetických prípravkov a zubných pásť. Vlákno je dermatologicky a fyziologicky testované podľa ISO-10993-10:1995 a certifikované podľa Öko-Tex Standard 100. Je vhodné na výrobu spodnej bielizne, športových odevov, ponožiek, posteľnej bielizne, pracovných odevov, atď. Prvé rotorové priadze sa budú vyrábať v zmesi s bavlnou alebo mikromodálovým vláknom.

### **Bakteriostatické strieborné vlákno**

*MELLIAND TEXTILBERICHTE*, 82, 2001, č. 11/12, s. 952

Firma DuPont prichádza na trh so strieborným vláknom X-Static vyvinutým vo firme Nobel. Toto vlákno sa okrem antistatických vlastností vyznačuje vysokou tepelnou vodivosťou, dobrým transportom vlhkosti a odvádzaním prebytočného tepla z povrchu tela. Švajčiarsky výrobca konfekcie Christian Eschler začal vyrábať z bakteriostatického a antistatického vlákna X-Static funkčnú spodnú bielizeň.

### **Rotorové pradenie - technológia budúcnosti**

*MELLIAND TEXTILBERICHTE*, 83, 2002, č. 1/2, s. 23-26

V tomto príspevku predstavuje nemecký výrobca textilných strojov Rieter Ingolstadt, ktorý stál pri zdrode rotorového dopriadania a vo výraznej miere prispel k jeho zdokonaleniu, ďalšie perspektívy tejto technológie. Rotorové dopriadanie dokazuje aj v súčasnej situácii svoje silné stránky a aj v budúcnosti sa bude významnou mierou podieľať na výrobe priadzí, aj napriek meniacim sa podmienkam.

### **Tencelové textílie s ľahkou údržbou**

*MELLIAND TEXTILBERICHTE*, 83, 2002, č. 1/2, s. 62-64

Jednou zo základných požiadaviek na textilné plošné útvary je ľahká údržba. Požadované vlastnosti (ľahká údržba) sa nedosiahnu len profilom vlastností lyocelového vlákna Tencel, ale aj vhodnou konštrukciou tkани, efektívnu predúpravou tkaniny a vysokoúčinnou konečnou úpravou. V príspevku je uvedený postup, ktorého výsledkom je vysokokvalitný hotový výrobok.

### **Testovanie komfortu pri nosení pracovných odevov**

*MELLIAND TEXTILBERICHTE*, 83, 2002, č. 1/2, s. 68-70

V práci sa porovnávajú klasické textílie, z ktorých sa vyrábajú pracovné odevy pre zubných lekárov, s alternatívnymi materiálmi na pracovné odevy. Okrem textilných vlastností sa probandénovým testom zistuje aj komfort vybraných textilných plošných útvarov počas reálneho ošetrovania. V článku sú uvedené výsledky týchto testov.

### **Ovládanie dávkowania peroxidu pri oxidácii kypových farbív**

*MELLIAND TEXTILBERICHTE*, 83, 2002, č. 4, s. 232-233

Pracovná skupina „Optimalizácia spotreby chemikálií“ patriaca do holandského združenia „Die Voorzorg“ vykonała skúšky týkajúce sa redukcie a oxidácie kypových farbív. Výsledkom skúšok je, že pH hodnotu je možné použiť ako regulačnú hodnotu pri dodatočnom dávkovaní peroxidu do oxidačných kúpeľov. Zo skúšok vyplynulo ďalej, že oxidáciu je možné uskutočniť pri teplote 40 °C. Uskutočnené skúšky ukázali o. i., že peroxid je možné v rámci bežného dodatočného dávkowania ušetriť.

### **Antimikrobiálne úpravy a modifikácie**

*MELLIAND TEXTILBERICHTE*, 83, 2002, č. 4, s. 238-243

Cieľom správy je vecne a diferencovane predstaviť moderné antimikrobiálne úpravy, resp. ich modifikácie, účinky, odlišnosť, akým medicínskym požiadavkám podliehajú, hodnotenie antimikrobiálnej účinnosti, atď. V normalizačnom výbere ISO/TC 38 (Test Methods for Antibacterial Finished Textile Products) sa vypracúva jednotný medzinárodný standardizovaný skúšobný systém na skúšanie antimikrobiálne modifikovaných textílií.

### **Nová aplikáčná metóda pre prípravky na nešpinivú úpravu**

*MELLIAND TEXTILBERICHTE*, 83, 2002, č. 4, s. 248-250

Pri priemyselnej výrobe textilných podlahových krytin z polyamidu sa aplikujú prípravky proti špineniu obyčajne v dvoch stupňoch. V článku je predstavený nový spôsob aplikácie týchto prípravkov. Predmetom článku je patentovaný prípravok druhej generácie „Zelan 8236“. Uvedené sú výhody aplikáčnej metódy „Hot Shock“. Dlhodobé skúšky dokazujú vhodnosť aplikáčnej metódy pre koberce do domácností a objektov.

### **Zošľachťovanie textílií pomocou nanosolových povrstvení**

*MELLIAND TEXTILBERICHTE*, 83, 2002, č. 4, s. 251-253

Technológia sól-gél umožňuje nanášanie transparentných kremičitých vrstiev na tkaniny. Impreg-

novaním textilných materiálov nanosolmi obsahujúcimi oxid kremičitý sa pri nasledujúcom sušiacom procese vytvorí tenký, transparentný gélovitý film. Chemická a

fyzikálna modifikácia tohto nánosu ponúka neobmedzené množstvo variácií materiálov a prispieva ku zlepšeniu povrchových vlastností textilií.

*Pre publikovanie pripravila Ing. Valéria Čapeková,  
VÚTCH-CHEMITEX spol. s r. o. Žilina,  
Slovenská republika*

# **1<sup>st</sup> International Textile, Clothing & Design Conference (ITC&DC 2002)**

## **MAGIC WORLD OF TEXTILES**

(October 6<sup>th</sup> to 9<sup>th</sup> 2002, Dubrovnik, Croatia)

ITC&DC 2002 was organised by the Faculty of Textile Technology, University of Zagreb, to celebrate 40 years of university education and scientific research in the field of textiles and textile technology in Croatia. The Conference was an international forum for presentation and exchange knowledge, experience, results and information related to scientific, technological and practical aspects of textiles, garment, design, advanced materials and technologies, as well as marketing.

- The Conference dealt with the following research areas:
- A textile fibres and advanced materials, (33 contributions)
  - B manufacture and properties of yarns, fabrics and nonwovens, (17)
  - C processes and technologies of textile finishing and care, (21)
  - D clothing technologies and engineering, (19)
  - E analysis, testing and quality control, (28)
  - F design and marketing of textile and clothing, (14)
  - G environment protection, ecology and energy management, (15)

235 participants from all the world took part in the Conference, 99 oral contributions and 45 poster presentation. Organising committee prepared valuable social programme for the participants of the Conference. Proceedings and information concerning the Conference you will find in address:

Prof. Zvonko Dragcevic,  
Faculty of Textile Technology,  
University of Zagreb,  
Zagreb, Croatia

ITC&DC 2002 organizovala Fakulta textilnej technológie, Univerzity v Záhrebe pri príležitosti 40. výročia vzdelávania a vedeckého výskumu v odbore Textil a Textilná technológia v Chorvátsku. Zámerom konferencie bolo vytvoriť medzinárodné fórum pre prezentáciu a výmenu poznatkov, skúseností, výsledkov výskumu a informácií týkajúcich sa vedeckých a technologických aspektov textilu, odevníctva a dizajnu, nových materiálov, technológií a marketingu.

- Konferencia bola zameraná na nasledovné oblasti:
- A Textilné vlákna a nové materiály (33 príspevkov)
  - B Výroba a vlastnosti priadzí, textilií a netkaných materiálov (17)
  - C Procesy a technológie textilných úprav a údržby (21)
  - D Odevné technológie (19)
  - E Analytika, skúšobníctvo a riadenie kvality (28)
  - F Dizajn a marketing textilu a odevov (14)
  - G Ochrana prostredia, ekológia a energetický manažment (15)

**Ad A:** Príspevky orientované na nové technologické

postupy a vlákna s novými a zlepšenými vlastnosťami ako aj na ich aplikáciu v textilných materiáloch (žmolkovanie a morfológia PES vláken, nadmolekulová štruktúra a mikroštruktúra PA6 a PP vláken, aplikácia enzýmov pri úprave vláken, zmesné vlákna, viaczložkové vlákna, antibakteriálne vlákna a ďalšie).

**Ad B:** Nové postupy prípravy tkaných a netkaných ako aj pletených textilií pre odevné i technické aplikácie (biaxiálne pleteniny, filtračné materiály, vrstvené pleteniny, spracovanie ľanu bavlneným postupom, zmesovanie strižových a nekonečných vláken, termický spájané textilie).

**Ad C:** Nové postupy textilných úprav, farbenie, enzymatické úpravy (farbenie v nadkritickom CO<sub>2</sub>, úprava textilií plazmou, farbenie v hmote, enzymatické úpravy bavlny, mikrovlnné žiarenie pri potlači, úpravy cyklodextrínom, alkáliami a organicky modifikovanými silikátmi).

**Ad D:** Príspevky zamerané na nové technológie a modelovanie v odevníctve ako aj na vlastnosti nových výrobkov (nové postupy modelovania textilných štruktur, mechanické vlastnosti a kvalita textilií, vodivé textilie, technológie šitia, zdravotnícke a medicínske textilie, komfort ochranných odevov, transportné vlastnosti textilií).

**Ad E:** Súčasný vývoj testovacích a analyticko-fyzikálnych metód v textile (meranie zákrutu priadze, pôrovitosti textilií, elektrostatických a reologických vlastností vláken, povrchovej drsnosti, hydraulických vlastností geotextilií, antibakteriálnych vlastností, flexibility, termických vlastností a ďalších).

**Ad F:** Nové metódy a postupy v dizajne a marketingu v textile a odevníctve (prezentácia dizajnérskych postupov, architektúra a dizajn textilu, inovácie v textilnom dizajne, nové metódy modelovania textilných štruktur).

**Ad G:** Environmentálne problémy, ekológia a manažment (problematika odpadných vôd z hľadiska iónov Cr, Cu, pigmentov, farbív a ďalších látok, šetrenie energiou, využitie geotermálnej energie, zvýšenie efektívnosti textilných výrob).

Konferencie sa zúčastnilo 235 vedeckých a odborných pracovníkov z odboru vláken, textilu a odevníctva z krajín Európy, Ameriky a Ázie. Odznelo 99 prednášok a bolo prezentovaných 45 posterov. Organizátori konferencie pripravili pre účastníkov konferencie tiež hodnotný spoločenský program. Materiály konferencie a ďalšie informácie o konferencii sú dostupné na adrese:

Prof. Zvonko Dragcevic  
Faculty of Textile Technology,  
University of Zagreb, Zagreb, Croatia

*Anton MARCINČIN*