



VLAČNÁ TEXTIL

VÚTCH



CHEMITEC



Výskumný ústav
Gumárenský
MATADOR

**Ročník 13.
2006**

ISSN 1335-0617

Indexed in:

**Chemical
Abstracts,**

**World Textile
Abstracts**

EMBASE

**Elsevier
Biobase**

**Elsevier
GeoAbstracts**

Vlákna a Textil (3) 2006

Fibres and Textiles (3) 2006

CONTENTS

FIBRE-FORMING POLYMERS

- 51 Brejka O., Krivoš Š., Laskafeld M.
The effect of the technological conditions on an evaluation of the filterability of TiO₂ pigment concentrates

TEXTILE MATERIALS

- 59 Jambrich M., Balogová J., Hardoňová D.
The structure and properties of textiles based on PP fibres with different geometries
- 66 Stepanovic J., Radivojevic D.
Analysis of the coherence of the deformational characteristics of fabrics

TEXTILE FINISHING

- 71 Folvarčíková K., Brejková A., Brejka O.
Polypropylene fibres with special colour effects.
I. Photochromic dyestuffs

RESEARCH

- 78 Sodomka L.
Nanofibres-structure, properties, technology, applications
- 87 Dulíková M.
Structure and barrier properties of PP fibres modified by nanoadditives.
II. Barrier properties of fibres modified by nanoadditives

91 NEWS FROM DEPARTMENTS

OBSAH

VLÁKNOTVORNÉ POLYMÉRY

- 51 Brejka O., Krivoš Š., Laskafeld M.
Vplyv technologických podmienok hodnotenia na filtrovatelnosť koncentrátov TiO₂ pigmentov

TEXTILNÉ MATERIÁLY

- 59 Jambrich M., Balogová J., Hardoňová D.
Štruktúra a vlastnosti textílií na báze PP vláken s rôznou geometriou
- 66 Stepanovic J., Radivojevic D.
Analýza súdržnosti deformačných charakteristík tkanín

ZOŠLACHŤOVANIE

- 71 Folvarčíková K., Brejková A., Brejka O.
Polypropylénové vlákna so špeciálnym farebným efektom.
I. Fotochrómne farbivá

VÝSKUM

- 78 Sodomka L.
Nanovlákna-struktura, vlastnosti, technologie, použití
- 87 Dulíková M., Ujhelyiová A.
Štruktúra a bariérové vlastnosti PP vláken modifikovaných nanoadditívmi.
II. Bariérové vlastnosti vláken modifikovaných nanoadditívmi

91 Z VEDECKO-VÝSKUMNÝCH A VÝVOJOVÝCH PRACOVÍSK

THE EFFECT OF THE TECHNOLOGICAL CONDITIONS ON AN EVALUATION OF THE FILTERABILITY OF TiO_2 PIGMENT CONCENTRATES

Brejka O.¹, Krivoš Š.¹, Laskafeld M.²

¹*Research Institute of Man-Made Fibres, Inc., Štúrova 2, 059 21 Svit, Slovak Republic*

²*Agrofert Holding, PRECOLOR o.z., Nábřeží Dr. E. Beneše 1170/24, 751 52 Přerov, Czech Republic*

Checking changes in the effects of the technological conditions of the methodology of the TiO_2 pigment polyester concentrates (masterbatches), evaluation of filterability as a thermal regime of a test, the concentration of pigment in the filter mixture, the apparatus output and the concentration of polyester in the filter mixture on the filter index's final value, evaluated melt density and kinetic parameters of the apparatus are presented in the report.

Simultaneously, the effect of the humidity content of polyester concentrates on the measurement's predictive value has been quantified. The measured experimental results are presented in a graphic form after their processing using polynomial regression.

Key words: TiO_2 pigment, concentrate, filterability, concentration, polyester, polypropylene

1. INTRODUCTION

Today, the use of additive concentrates presents the most frequently used method of the physical modification of polymeric materials. The effective processing of additives such as, for example, colouring agents, light and thermal stabilizers, and fire retardants, has a basic effect on the optimal utilization of the qualities of additive and polymeric materials.

In the production of a concentrate it is necessary to arrange the processing prescriptions in a suitable way, so as to increase the utilization of the pigments and dispersants, where the type and amount are mostly limited by the type of polymeric surroundings, [1] used.

The efficiency of pigments in applications is dependent on their colouristic, stability and processing qualities, which are given by the chemistry of the pigment's surface and its physical form. Pigment providers can use production methods, the most suitable technologies, syntheses, surface modification and finalization in order to optimalize the physical qualities of pigments (the type of crystalline form, its shape, the particle sizes and their distribution) to improve their application in the production of concentrates, increase their qualitative parameters, or improve the economy of their production, [2].

Increasing the concentrates' parameters by removing oversized particles of pigments can also be realized by the use of suitable polymeric filters with the advantage of continually working, which does not affect the pressure conditions in the production of concentrates, or compounds, [3–5] in a negative way by their construction. Increased demands on the compounding quality also reinitiate technological apparatus producers to aim for the development of an on-line control system which can monitor the particle sizes and their distribution in the polymeric surroundings, [6] continuously in the extruder with the help of a laser.

In evaluating the degree of pigment homogenization in concentrates, the filterability method is used today, where the final level of the filterability describes not only the degree of the product's quality, but also informs about the presence of impurities and the level of the polymeric concentrate's viscosity, which is directly shown onto the optimum sphere of the concentrate's application. Based on the experimental data, the utilization of the concentrate for the production of various assortments of synthetic fibres, [7] can be determined from the filterability level. The principle of the method of the filterability evaluation is the determination of the increase in the pigmented melt pressure on the defined configuration of the sieves, [8, 9].

In the article the experimental results of checking the effect of the evaluation conditions on the filter index's resulting level are presented. In the method of the planned experiment, multiple independent and dependent parameters have been used, which were developed into graphic dependencies through a polynomial regression.

2. EXPERIMENTAL PART

Raw materials used

- PET concentrate (prepared at VUCHV, a.s.) with a content of 20% of white inorganic TiO_2 anatase pigment fibre grade of the PRETIOX AV-03 F/S type (Precoolor o.z. Přerov)
- PP granulate HG-1007 (Slovnaft, Inc.) with a melt flow rate of 10–12 g/10 min.

The testing apparatus

- The model filter line of the TS-32 type with the following characteristics:

- 1-screw extruder with a smooth, non-slotted case and a screw without the mixing part
- the extruder diameter: $\phi = 32$ mm
- configuration of filter sieves: 85, 640, 6400 and 15 600 holes/cm²
- An air oven with the air internal circulation (conditions of drying the concentrate: 140 °C, 2 h).

The evaluation methodology

- The determination of the filterability of the PET concentrates: PPS-1/98.

This methodology for evaluating the filterability was developed at VÚCHV a.s. and is a purposefully modified method according to the DIN 13 900-5 norm (the process of dispersion and checking dispersability in plastics) for an evaluation of the PET concentrates.

The methodology utilizes an experimental mixture consisting of a PES concentrate and a basic testing polymer (polypropylene) in an exact concentration to check the dispersability of the pigments in the PET concentrates. Due to its low moisture content a PP polymer is used for preparing the final testing samples (blend of PET concentrates + PP polymer).

The mixture is extruded into the testing apparatus in exact technological conditions by a dosing pump through a system of filter screens. In front of this filter system the pressure sensor scans the increase in the melt pressure. The pressure difference between the starting and maximal pressure will be used for calculating the FILTERINDEX value.

According to the following equation, the FILTERINDEX, which is defined as the pressure increase reached for a kg of pure pigment, is calculated:

$$F = (P_{\max} - P_s)/M_C$$

where F – filter index value, [MPa·kg⁻¹], P_s – melt starting pressure, [MPa], P_{max} – melt maximal pressure, [MPa], M_C – pigment amount used in the test, [kg].

In Fig. 1 the running of the pressure model is shown.

During the experimental tests the melt pressure between the extruder and the dosing pump was kept at the level of 3 MPa to guarantee of sufficient pump filling and suitable melt homogeneity.

In the evaluation of the effect of the measurement of the technological conditions on the final filterability of the pigment concentrate, the method of the planned experiment was used.

3. RESULTS AND DISCUSSION

In the method of the planned experiment following, the independent and dependent parameters were used:

Independent parameters of the planned experiment:

The thermal regime of the filter test:

270, 280, 290, 300, 310 °C

Pigment concentration in the filter mixture:

2.0 4.0 6.0 8.0 10.0 wt.%

Filter apparatus output:

4,583; 5,472; 6,500; 7,694; 8,361·10⁻⁷m³·s⁻¹

Polyester concentration in the filter mixture:

4.67; 7.43; 9.0; 9.33; 11.14; 12.00; 14.00;

14.86; 18.67; 23.33; 24.00 wt. %

Dependent parameters of the planned experiment:

Polymeric mixture filterability MPa·kg⁻¹

Operating parameters of the filter apparatus:

Circumferential velocity of the scroll screw m·s⁻¹

Filtered melt dosing kg·s⁻¹

Filtered melt density kg·m⁻³

3.1 Setting the basic conditions of the filter test process

The data of the planned experiment are presented in the following table, (Tab. 1):

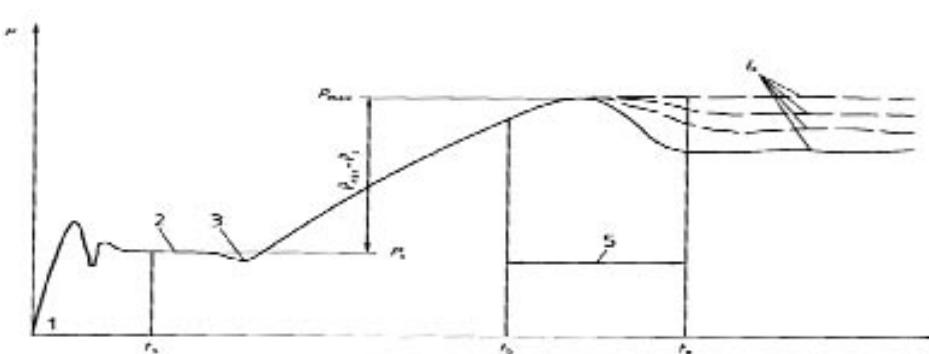


Fig. 1 Record of pressure development: 1 – start – up phase, 2 – starting pressure P_s; 3 – possible pressure decline conditioned by different rheological qualities, 4 – different running of pressure, dependent on the experimental mixture, 5 – cleaning the apparatus using 100 g of basic testing polymer, t_s – measurement of starting pressure P_s and filling the experimental mixture into the feeding hopper, t_c – finishing the experimental mixture and filling the basic polymer, t_c – the end of the pressure record and setting the maximal pressure P_{max}

Table 1 The planned experiment data of the filterability testing method of the TiO₂ anatase pigment masterbatch

	Melt temperature (°C)	Pigment concentration in testing sample (wt. %)	Dosing of testing sample (10^{-7} kg.s ⁻¹)	Filter index of pigments (MPa.kg ⁻¹)	Circumferential velocity of screw (10^{-2} m.s ⁻¹)	Output of testing line (10^{-7} m ³ .s ⁻¹)	Melt density (kg.m ⁻³)	Concentration of PES in testing sample (wt.%)
1	280	4	3.31	100	4.52	5.47	793	12.00
2	280	4	8.61	81	5.03	6.50	796	9.33
3	280	4	10.14	70	5.70	7.69	791	7.43
4	280	6	7.50	72	4.68	5.47	824	18.00
5	280	6	8.83	71	5.37	6.50	817	14.00
6	280	6	10.69	60	5.87	7.69	835	11.14
7	280	8	8.06	70	3.63	5.47	885	24.00
8	280	8	9.58	57	4.30	6.50	886	18.67
9	280	8	10.97	60	3.73	7.69	856	14.86
10	290	4	7.31	80	5.03	5.47	803	12.00
11	290	4	8.50	71	5.37	6.50	786	9.33
12	290	4	10.17	75	5.68	7.69	793	7.43
13	290	6	7.56	63	6.70	5.47	830	18.00
14	290	6	9.06	58	7.37	6.50	837	14.00
15	290	6	10.56	56	5.80	7.69	824	11.14
16	290	8	7.50	66	5.37	5.47	824	24.00
17	290	8	9.17	60	5.87	6.50	847	18.67
18	290	8	10.56	59	5.92	7.69	824	14.86
19	300	4	6.94	63	5.70	5.47	763	12.00
20	300	4	8.25	57	6.37	6.50	763	9.33
21	300	4	9.58	53	6.70	7.69	748	7.43
22	300	6	7.42	59	6.37	5.47	815	18.00
23	300	6	8.67	57	7.37	6.50	801	14.00
24	300	6	10.19	53	7.53	7.69	796	11.14
25	300	8	6.97	64	8.35	5.47	766	24.00
26	300	8	8.42	57	7.53	6.50	778	18.67
27	300	8	9.72	46	7.45	7.69	759	14.86
28	310	6	8.25	57	9.22	6.50	763	14.00
29	270	6	9.44	52	4.18	6.50	873	14.00
30	290	10	10.91	43	6.70	6.50	1009	23.33
31	290	2	8.06	83	5.03	6.50	745	4.67
32	290	6	11.30	51	6.70	8.36	812	9.00
33	290	6	6.31	58	5.37	4.58	826	24.00

The measured values showed the dependency of the parameter "screw circumferential velocity of the filter apparatus" on the "melt temperature and polyester concentration in the mixture". These parameters were consequently evaluated in a graph using polynomial regression, (Fig. 2).

With the increase in the PET content in the filtered blend (> 4 wt.%) and the melt temperature, it is necessary to set a higher circumferential velocity of the screw.

The processing of the dependency of the final value of the concentrate's filterability on the circumferential velocity of the filter apparatus screw and the pigment concentration in the mixture is recorded in the graph in Fig. 3.

The character of the dependence of the filter index on the circumferential velocity of the screw gradually changes within a range of the pigment content of 2–10 wt.% in the testing samples.

Within the range of the circumferential screw velocity of $6.70\text{--}7.30 \cdot 10^{-2}$ m.s⁻¹, the content of the pigment in the blend does not have an important effect on the filter index.

In a direct proportion, the melt density affects the total melt weight dosed by a gear pump into a filter apparatus. The density of the filtered multicomponent blending melt is affected by the chemical composition and melt temperature. The dependency of the melt density on the pigment content and melt temperature is shown in Fig. 4.

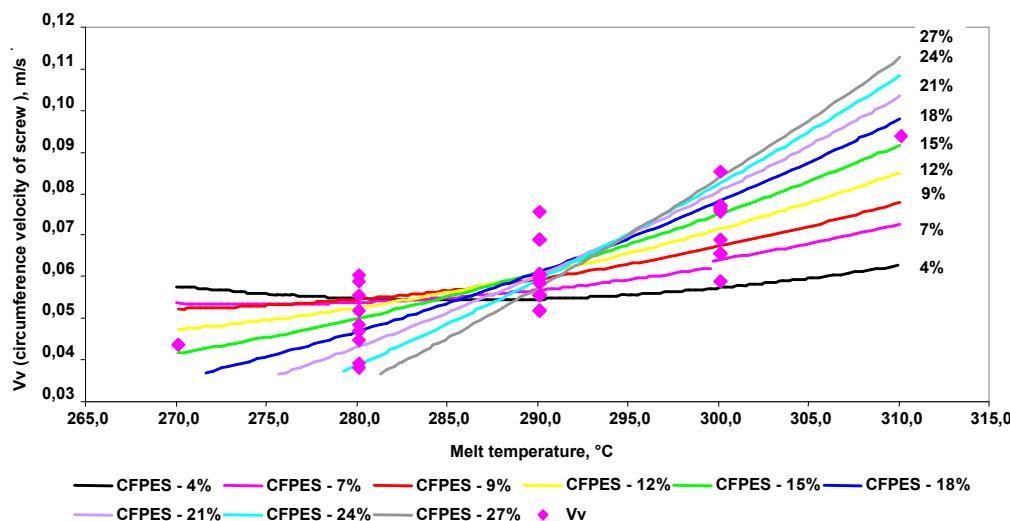


Fig. 2 The effect of the melt temperature and concentration of PES in the testing sample on the circumferential velocity of the screw

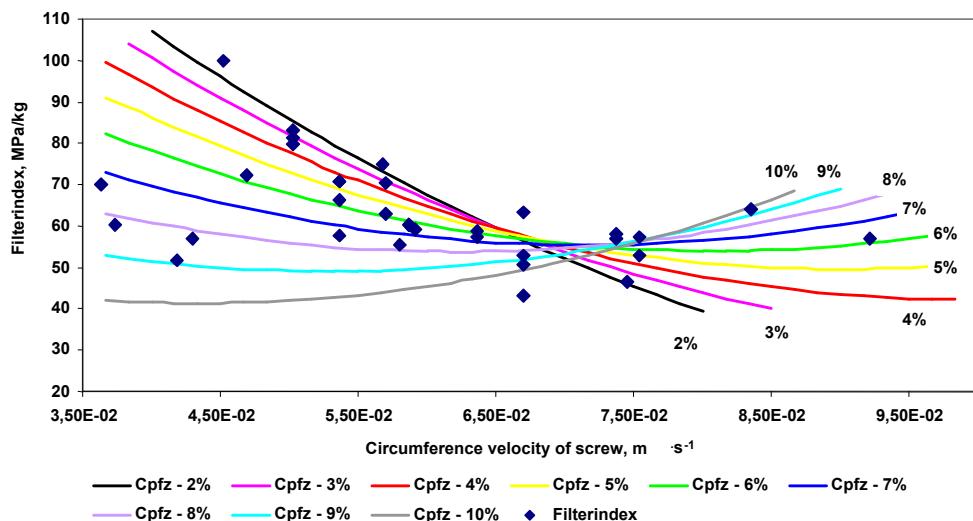


Fig. 3 The effect of the circumferential velocity of the screw and concentration of pigment in the testing sample on the filter index of the masterbatches

The run of the dependencies is linear, and the incline of the individual straight lines depends mainly on the TiO_2 pigment in the filter mixture.

The melt density of the sample with a content of 2 wt. % pigment changes with the temperature very slowly. By increasing the pigment content in the samples, the melt density of the samples decreases by more importantly the temperature.

In this case the density calculation can be simplified by the linear additive model according to the percentage of the presence of the individual mixture components and by the changes in the polymeric melt density, solely depending on the temperature.

Based on this knowledge we can evaluate the effect of the filter apparatus's output on the volume ratio of the pigment filterability in connection with the pigment's concentration in the filter mixture. The graphic solution is presented in Fig. 5.

It is clear from the dependency that the filterability

value mildly decreases with the increase in the filter apparatus's output and the increase in the pigment concentration in the filter mixture. That is why, for example, we can expect that by using the filter mixture with a pigment content of 5 wt.% and filtered under a volume output of $6.67 \cdot 10^{-7} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$, the filter index is close to 60 MPa.kg $^{-1}$, which can be lowered to a value of 55 MPa.kg $^{-1}$ by increasing the filter apparatus's output to a value of $8.61 \cdot 10^{-7} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$.

The graphic solutions presented in Figs. 2 and 3 show a minimum in the relatively narrow interval of the technological parameters:

V_v circumferential velocity of the filter apparatus screw $6.17 \cdot 10^{-2} \div 7.50 \cdot 10^{-2} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$

T_M melt temperature $285 \div 295 \text{ }^\circ\text{C}$

The limited area of the technological parameters covers the minimizing side effects of the filtration process in the wide scale of the chemical composition of the filter mixture.

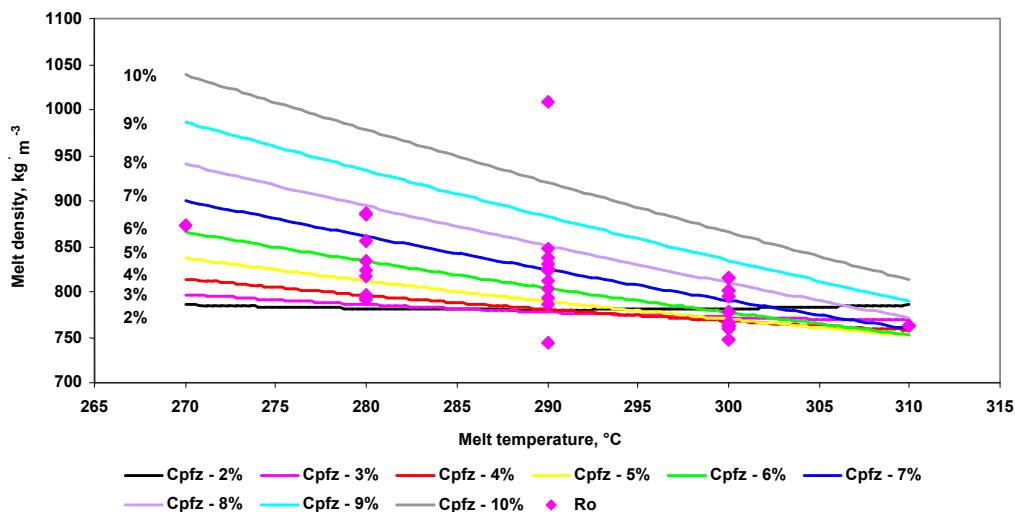


Fig. 4 The effect of the melt temperature and TiO_2 pigment concentration in the testing sample on the melt density

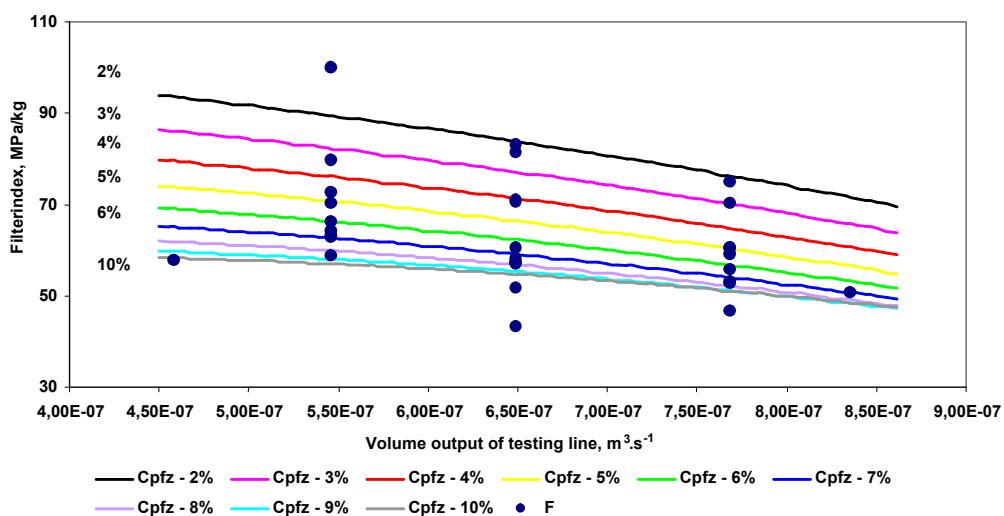


Fig. 5 The effect of the volume output of the testing line and the TiO_2 pigment concentration in the testing sample on the filter index

The determination of the basic technological parameters for the value of the pigment filterability at intervals of $45 \pm 55 \text{ MPa/kg}$ can be determined in this case based on the dependency from Figs. 2 to 5 quite exactly:

The configuration of the filter sieves

85, 640, 6400 and 15,600 holes/cm².

V_v Screw circumferential velocity of the filter apparatus $6.5 \cdot 10^{-2} \pm 3.3 \cdot 10^{-3} \text{ m.s}^{-1}$

T_m Melt temperature $290 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$

C_{pfz} Pigment concentration in the filter mixture $5 \pm 0.01 \text{ wt.\%}$

C_{PES} Polyester concentration in the filter mixture $9 \div 24 \text{ wt.\%}$

P_v Volume output of the filter apparatus $7.19 \cdot 10^{-7} \pm 5.56 \cdot 10^{-9} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$

3.2 The determination of the pressure difference's corrective value

The increase in pressure is also caused by the addition of the polymers used while filtrating the three part mixture of TiO_2 pigment, polypropylene and polyester. In the case of the use of poorer quality polymers, this can lead to a negative effect of the pigment filterability; which is why it is necessary to determine the pressure difference which will be subtracted from the final pressure value. In order to determine the value of the correction's pressure difference, we monitored the amount of the overflowing polymer in dependence on the total overflowing amount under the following conditions:

The melt temperature $290 \text{ }^\circ\text{C}$

Volume output of the filter apparatus $7.19 \cdot 10^{-7} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$

Screw circumferential velocity of the filter apparatus $6.5 \cdot 10^{-2} \text{ m.s}^{-1}$

Table 2 Values of the pressure difference and filtrated quantity of the polymer carriers

Time (s)	Quantity (kg)	Pressure (P) (MPa)	Pressure difference (P_d) (MPa)
0	0.000	1.800	0.000
900	0.442	1.900	0.100
1440	0.722	2.050	0.250
2160	1.072	2.150	0.350
3660	1.820	2.300	0.500
4560	2.268	2.450	0.650
6000	3.014	2.600	0.800
7860	3.920	3.050	1.250
9240	4.618	3.550	1.750

The configuration of the filter sieves 85, 640, 6400 and 15,600 holes/cm²

The recorded changes of the pressure difference are presented in Tab. 2.

The measured values were evaluated using regression by the polynomial of the third grade. The regression statistics are presented in Tab. 3 and a comparison of the values is shown in Fig. 6.

According to the corrected pressure difference (0.1 ÷ 0.4 MPa) and the concentration of TiO₂ pigment in the concentrate, we determined the amount of the overflowing filter mixture. The overflowing amount values are presented in Tab. 4 and Fig. 7.

This results from the graphic dependency that the affection of the value of the pigment filterability by polymer is significant at TiO₂ pigment concentrations in a concentrate lower than 20 wt. %.

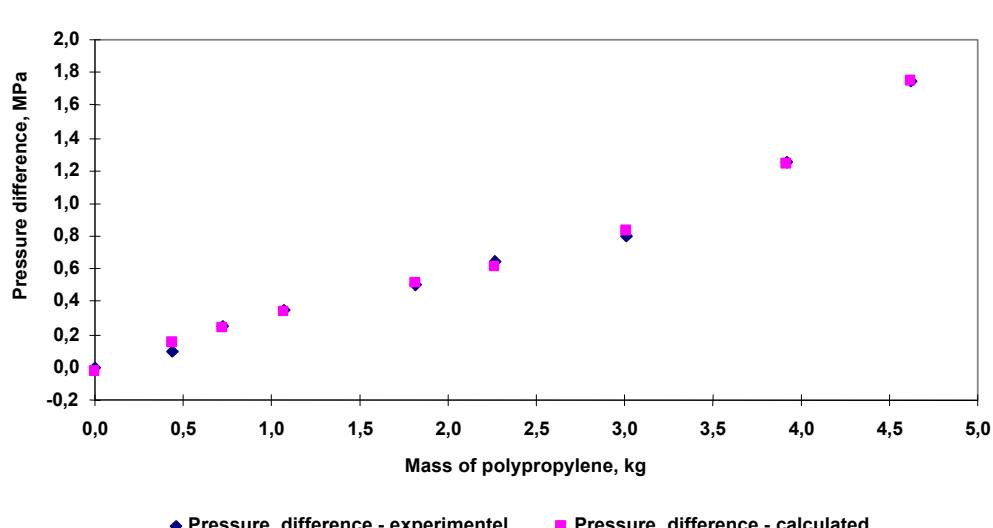
The amount of 2 kg of overflowing filtered melt with a content of 5 wt. % TiO₂ pigment at a corrected pressure difference of 0.3 MPa presents a reducing filter index by 3 MPa·kg⁻¹.

Table 3 Statistical regression data

Correlation coefficient R	0.9989			
Definiteness coefficient B	0.9978			
Mean value error	0.0339			
Number of observations	9			
	Difference	Stochastic relation	Model relation	F test
Regression	3	2.5798	0.8599	749.619
Residues	5	0.0057	0.0011	
Totally	8	2.5856		
Regression	Coefficients	Mean value error	T stat	Significance
A ₀	-0.0239	0.0300	0.7979	Insig.
A ₁	0.4474	0.0642	6.9666	Sig.
A ₂	-0.1310	0.0342	3.8247	Sig.
A ₃	0.0254	0.0049	5.1777	Sig.

Table 4 The effect of the pigment concentration in the master batch and filtrated mass of the sample on the value of corrected pressure difference

Concentration of TiO ₂ pigment in PES master batch (wt.%)	Corrected pressure difference, in MPa, depending on the filtrated mass of sample			
	0.1	0.2	0.3	0.4
	(kg)			
10	0.617	1.433	2.213	2.955
15	0.463	1.075	1.660	2.216
20	0.411	0.956	1.475	1.970
25	0.386	0.896	1.383	1.847
30	0.370	0.860	1.328	1.773
40	0.352	0.819	1.265	1.689
50	0.343	0.796	1.229	1.642
60	0.336	0.782	1.207	1.612

**Fig. 6** A comparison of the experimental and calculated values of the pressure difference depending on the filtrated polypropylene mass

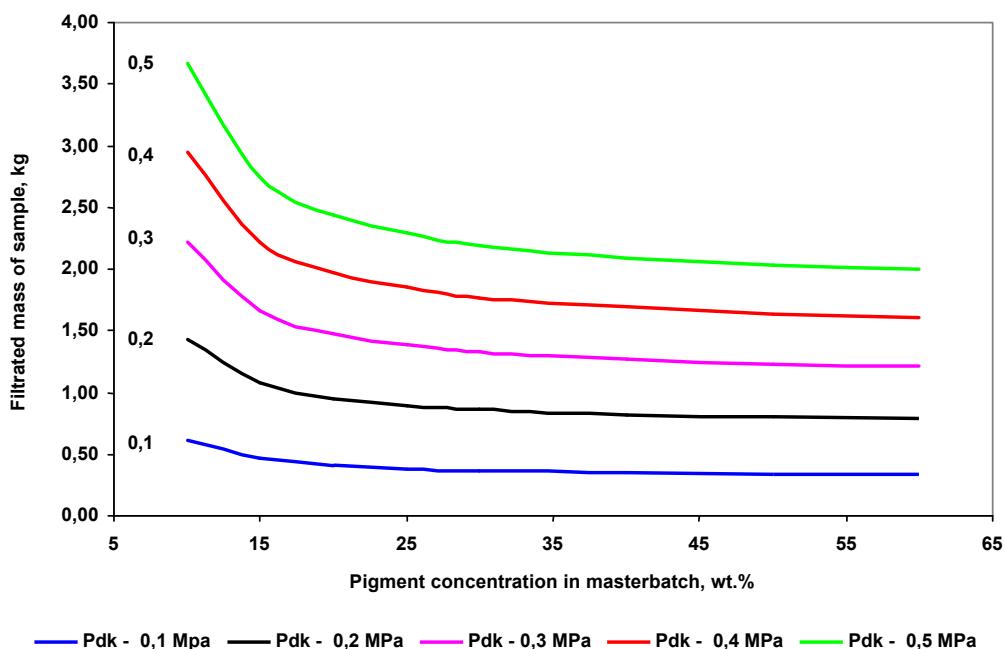


Fig.7 The effect of the pigment concentration in masterbatch and the filtrated mass of the sample on the corrected pressure difference for testing a sample with a content of 5% the of TiO_2 pigment

The filterindex value with a increase in the overflowing melt amount is reduced markedly.

This is the reason to use a corrected pressure difference according to the following rules:

Overflowing melt amount	Corrected pressure difference
to 0.499 kg	0.0 MPa
from 0.5 to 0.999 kg	0.1 MPa
from 1.0 to 1.499 kg	0.2 MPa
over 1.5 kg	0.3 MPa

The maximal value of the filter index correction is 4 $\text{MPa} \cdot \text{kg}^{-1}$ through the use of fibre-grade quality polymers. For different polymer types it is necessary to evaluate the dependency of the corrected pressure difference on the overflowing amount of the filter melt and on the pigment concentration in the concentrate.

3.3 The effect of drying on the filterability of TiO_2 pigment PET concentrates

For a comparison of the effect of the drying of the concentrate on the concentrate filter index's final value, a PET concentrate was used with a content of 20% TiO_2 pigment, the drying of which was realized in a drying oven with an inner circulation under these conditions:

Air temperature 140 °C Drying time 2 hours
We realized 10 determinations of filterability values for the comparison under standard conditions:

Melt temperature	290 °C
TiO_2 pigment content in the filtered mixture	5wt.%
Configuration of filter sieves	
85, 640, 6400 and 15,600 holes/cm ²	

Table 5 The effect of drying the sample on the filter index of the PES masterbatches

Frequency	Dried concentrate ($\text{MPa} \cdot \text{kg}^{-1}$)	Non-dried concentrate ($\text{MPa} \cdot \text{kg}^{-1}$)
1	69	88
2	77	80
3	60	72
4	65	43
5	58	62
6	74	76
7	62	51
8	67	53
9	63	38
10	69	40
Average	66.30	60.09
S ($\text{MPa} \cdot \text{kg}^{-1}$)	6.18	16.89
Cv (%)	9.32	28.10

The measurement results are presented in Tab. 5.

An evaluation using the basic descriptive statistics has shown the necessity to dry the PET concentrate before the determination of the filterindex value. The dried concentrate achieves the better reproducibility of the filterability values (lower standard deviation and lower variation coefficient).

4. CONCLUSION

Today the method of filterability presents one of the basic methods of evaluating the dispersion of addi-

tives and pigments in a polymeric material. However, it is a complex method, where a lot of the information about the sample's purity, its rheological qualities, possibilities for the most suitable application, and pigment extraction is hidden in the final value of the filter index concentrates. At the same time it is necessary to know and quantify the effects of the individual measurement conditions on the final level of the filterindex.

In the experimental part of this work, information about the effect of the independent variables (thermal regime of the filter test, pigment concentration in the filter mixture, output of the filter apparatus, and polyester concentration in the filter mixture) on the selected dependent variables (filterability of the polymeric mixture and operational parameters of the filter apparatus such as the circumferential velocity of the scroll screw and filter melt dosing) has been obtained and quantified during the evaluation of the filterability of the polyester concentrate TiO_2 anatase pigment and the fibre-grade polypropylene mixture. It was realized by the method of a planned experiment and by using a mathematical evaluation using the polynomial regression form.

Simultaneously the essential effect of drying PES concentrate samples on the final value of the filterability and measurement equality has been confirmed.

Acknowledgement : This research was performed for Agrofert Holding, Precolor o.z. Přerov.

5. REFERENCES

1. Additives for Polymers, October 2004, p. 2
2. Watson, R.N.R.: Chemical Fiber International 54, September 2004, pp. 246–248
3. Plastic Additives and Compounding, March/April 2006, pp. 34–38
4. Schmidt, O.: Chemical Fiber International 56, January 2006, pp. 48–59
5. W. Dreu; Kunststoffe 2/204, pp. 67–72
6. Stephan, M., Grosse, S., Balnkschein, U., Stintz, M.: Kunststoffe, 9, 2005, pp. 160–163
7. Brejka, O., Staruch, R., Krivoš Š.: In: 8th International Conference COLORCHEM '2000 14.–18.5.2000), Špindlerův Mlýn
8. Königstein, V., Meyer, H.P., Müllerferli, G.: Chemical Fibers International 54, September 2004, pp. 249–250
9. Lüdtge, C.: Kunststoffe, 9, 2005, pp. 175–177

Received: August 2006

Vplyv technologických podmienok hodnotenia na filtrovateľnosť koncentrátov TiO_2 pigmentov

Translation of Abstract:

The effect of the technological conditions on an evaluation of the filterability of TiO_2 pigment concentrates

V príspevku je uvedené preverenie vplyvov zmien technologických podmienok metodiky hodnotenia filtrovateľnosti polyesterových koncentrátov TiO_2 pigmentov ako teplotného režimu skúšky, koncentrácie pigmentu vo filtračnej zmesi, výkonu zariadenia a koncentrácie polyesteru vo filtračnej zmesi na výslednú hodnotu filterindexu, hustoty hodnotenej taveniny a kinetických parametrov zariadenia. Zároveň bol kvantifikovaný vplyv obsahu vlhkosti v polyesterových koncentrátoch na vysvetľiacu hodnotu merania. Namerané experimentálne výsledky sú uvedené v grafickej forme po ich spracovaní prostredníctvom polynomiálnej regresie.

THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF TEXTILES BASED ON PP FIBRES WITH DIFFERENT GEOMETRIES

Jambrich M.¹, Balogová J.², Hardoňová D.¹

¹*University of A. Dubček in Trenčín, Faculty of Industrial Technology,
I. Kraska 491/30, 02032 Púchov, Slovak Republic*

²*Chemosvit-Fibrochem, a.s., Štúrova 101, 05921 Svit, Slovak Republic*

Fibrous materials represent an important product in the application of fibres destined for clothing production, indoor textiles production and technical textiles production. Different kinds of clothing are used in direct or indirect contact with human skin. These types of textiles require appropriate utility properties, mainly suitable heat and moisture transport – physiological properties. This study examines the effect of the geometry of PP fibres on the structure and utility properties of textiles – thermoclothing.

1. INTRODUCTION

The production of clothing textiles is mostly ensured by natural and chemical fibres or by a mixture of these fibres. Usually, they are knitted or woven. Natural fibres have maintained a dominant position in the production of clothing textiles for a relatively long time, but nowadays, chemical fibres dominate, [2]. In 2004, the consumption share of chemical fibres was 60%, from which the most represented types of fibres were PES and PP fibres, [3]. In clothing textiles, a lot of attention is focused on the development and application of microbial types of fibres, especially polyactides, [4–5].

During the preparation of new clothing products, the manufacturer is obliged to ensure that the given product meets criteria for physiological and wearing comfort, [1]. Such an approach corresponds to a complex evaluation of one-dimensional, two-dimensional and three-dimensional textiles – i.e., the product, [6].

An analysis of these structural and utility properties (mainly physiological ones) consists of three levels:

- level of one-dimensional textiles – laboratory tests
 - sort and type of fibre and its
 - a) molecular, supramolecular, morphological and macromorphological structure – geometry
 - b) physical-mechanical properties
- level of two-dimensional textiles
 - a) macro-morphological structure
 - b) physiological, surface and volume properties, air and fibre ratio – laboratory tests
- level of three-dimensional textiles
 - a) physiological and comfort properties
 - b) geometric form – clothing design
 - c) field and method of utilization
 - d) care technique

A further evaluation is carried out using tests on models and wearing tests.

It is necessary to maintain a high standard in the realization of a new product in order to achieve the most significant power of the physiological and comfort

properties as well as the utility properties of the clothing product, [7–11].

2. EXPERIMENTAL PART

PP fibres with different unit linear densities (T_{dj}) of 1.0, 1.7 and 3.3 dtex were used for preparation of the double jerseys and thermoclothing.

The physical-mechanical properties, macromorphological structure and utility properties of the textile materials were evaluated.

3. DISCUSSION

The physical-mechanical properties of these fibres are listed in Table 1.

The different tenacity and elongation values of PP the fibres were due to the parameters of the supramolecular structure, especially the orientation evaluated by Δn . The highest values of Δn were measured out in PP

Table 1 Physical-mechanical properties of PP fibres according to the STN ISO 2060 norm, 2062

Property	Prolenvel®FT 50/50 x 2	Prolenvel®FT 56/33 x 2	Prolenvel®FT 110/33 x 1
Linear density [dtex]	97.7	111.4	109
Unit linear density [dtex]	1.0	1.7	3.3
Tenacity [cN/dtex]	2.9	3.1	2.8
Elongation [%]	90.4	80.2	88.1
Number of fibrils	100	66	33

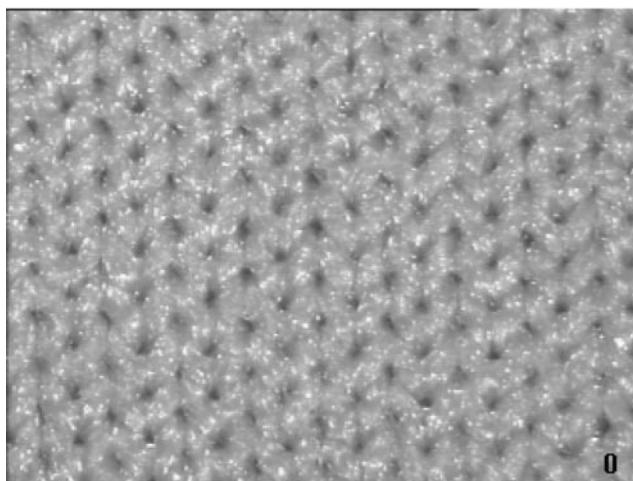


Fig. 1 Knitted fabric made of 100% PP with a linear density of 50/50 x 2; tight side of a double jersey

fibres with a linear density of 56 dtex/33 x 2, whereas the lowest values were found in PP fibres with a linear density of 110 dtex/33 x 1. Double jerseys were prepared from the mentioned fibres, Fig. 1.

The knitted fabrics were analyzed with regard to:

- abrasion resistance (STN 800816)
- capillarity elevation using a 0.5% solution of KMnO₄
- sorptive ability using an unconventional method for evaluating thermoclothing

The abrasion resistance of knitted fabrics made of PP fibres with linear densities of 50 dtex/50 x 2 (A), 56 dtex/33 x 2 (B) and 110 dtex/33 x 1 (C) tested on a rotary abrader is shown in Fig. 2.

The values of the abrasion resistance of the knitted fabrics shown in Fig. 2 unambiguously confirm the prediction that the finer the fibre, the lower its abrasive resistance.

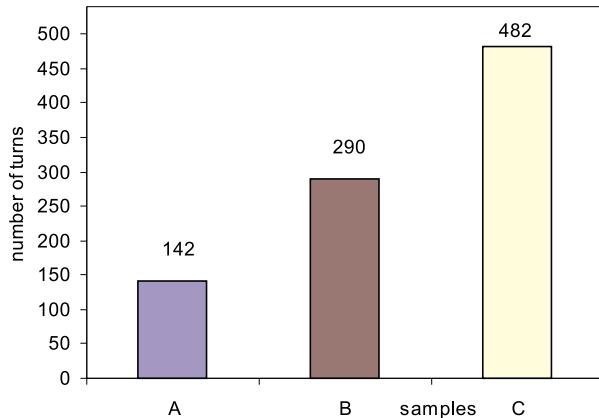


Fig. 2 The abrasion resistance of knitted fabrics at a constant abrader head loading of 200g and at an abrasive paper granularity of 500 (STN 800816)

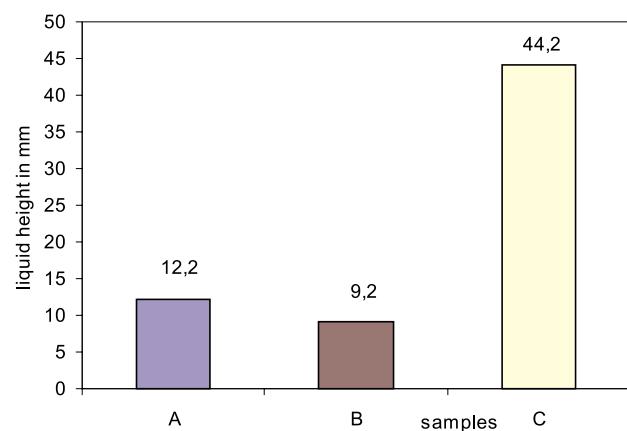


Fig. 3 Capillarity elevation of knitted fabrics made of PP fibres with linear densities of 50 dtex/50 x 2 (A), 56 dtex/33 x 2 (B) and 110 dtex/33 x 1 (C)

The effect of a fibre's fineness on capillarity elevation was evaluated using a 0.5 % solution of KMnO₄. The results obtained are shown in Fig. 3.

The capillarity elevation is conditioned on the specific surface (MP) of a fibre and its supramolecular structure. The specific surface of the examined fibres is arranged as follows: MPA > MPB > MPC. One would expect that the arrangement of the MP values would be the same as the arrangement of the capillary attraction values. However, Fig. 3 clearly shows that the arrangement of the capillary attraction values is backwards. This result could be explained by the fact that the macro-morphological structure of knitted fabrics made of these fibres (the mutual position of the fibres) does not allow us to take full advantage of the fibre's surface. The effect of the fibre's orientation manifests the same way, this orientation being higher in PP fibres with Tdj of 1.0 and 1.7 dtex.

The same result was obtained while testing the sorp-

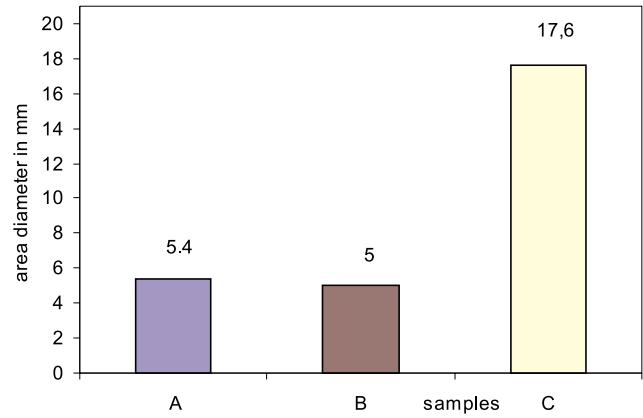


Fig. 4 Sorptive ability of knitted fabrics made of PP fibres with linear densities of 50 dtex/50 x 2 (A), 56 dtex/33 x 2 (B) and 110 dtex/33 x 1 (C)

tive ability of knitted fabrics made of the mentioned PP fibres, Fig. 4.

The causal connection between the described relationships can again be found in the different macro-morphological structures of knitted fabrics made of the mentioned PP fibres and in the different parameters of their supramolecular structures. The macromorphological structure was studied by means of picture analysis and orientation using Δn .

One of the most important utility properties of thermo clothing is its thermal-insulating ability, which is characterized by the heat transfer through the textile. Textile fibrous materials are in fact composite of fibres and air. The need for the transfer of heat through the textile changes according to the physical loading of the organism and according to the climatic conditions. Generally, the heat can be transferred through the layer of the fibrous material by conduction, convection and radiation.

The thermal conductivity (λ) is described as the speed of the heat transfer in a fabric and can be influenced by its structure, [12].

The amount of heat Q transferred through a textile layer with the thickness h is given by the following relationship:

$$Q = (\lambda \cdot A \cdot \Delta T) / h \quad (1)$$

Q – amount of heat [W], λ – thermal conductivity [W/mK], A - measured area [m^2], ΔT – temperature difference ($T_1 - T_2$) [K], T_1 – temperature under the measured layer [K], T_2 – temperature above the measured layer [K], h – thickness of the measured layer [m].

The specific area resistance of heat conduction [r]:

$$r = h / \lambda \quad (2)$$

r – specific area resistance of heat conduction [mK/W].

The thermal contact method and a thermovision camera were used for measuring the thermal-insulating properties of thermoclothing, [13].

Through an analysis of the thermograms from the figurants' thermoclothings, which was obtained by a thermovision camera, we could determine the difference in the average temperature on the surface of the product's tight side compared to the laboratory temperature. The lower this temperature difference obtained at the same time, the better the thermal-insulating properties of the product. The results of the analysis of thermoclothing made of PP fibres with different linear densities of 50 dtex/50 x 2 (A), 56 dtex/33 x 2 (B) and 110 dtex/33 x 1 (C) are shown in Fig. 5.

The results of the measurements displayed in Figure 5 show that the products of PP fibres with a linear density of 50 dtex/50 x 2 (unit linear density of 1.0 dtex) have partly better thermal-insulating properties than the products of PP fibres with linear densities of 56 dtex/33 x 2 and 110 dtex/33 x 1. The causal connection can

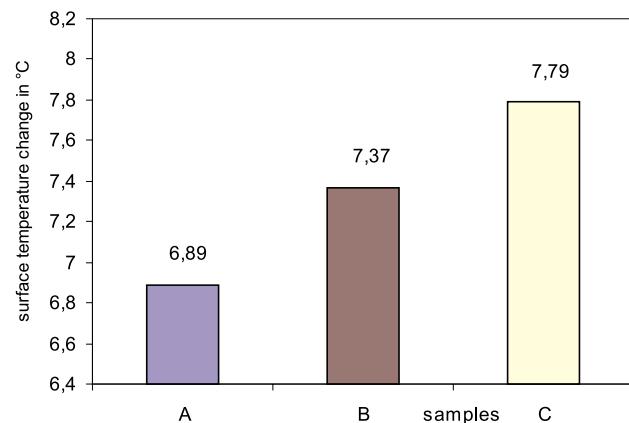


Fig. 5 Surface temperatures of the samples of PP fibres with linear densities of 50 dtex/50 x 2 (A), 56 dtex/33 x 2 (B) and 110 dtex/33 x 1 (C)

be found in the macro-morphological structure of the knitted fabrics.

Another suitable method for the evaluation of the utility properties of the textile products (thermoclothing) is the wearing test method. The following conditions and indicators were specified for the evaluation of the utility properties by means of wearing tests:

- a) conditions
 - number of usages of each sample – 10 times
 - maintenance of the sample at 40 °C after each usage
 - assignment of an evaluation mark according to a scale of 1–5 points after each usage

- b) indicators
 - feel
 - abrasion resistance
 - pilling effect
 - thermal-insulating properties
 - shape fastness
 - wearing comfort

The wearing test was performed on 10 figurants. A subjective evaluation of thermoclothing is presented in Fig. 6.

The evaluation of the utility properties by means of wearing tests and the subjective evaluation of 5 thermoclothing indicators suggest that the PP fibre with the most favourable structure is the one with a linear density of 56 dtex/33 x 2.

4. CONCLUSION

The aim of our study was to verify the effect of the linear density of PP fibres on the physical-mechanical and utility properties of double jerseys and thermoclothing. PP fibres with a T_{dj} of 1.0, 1.3 and 3.3 dtex were used for preparation of these products. Tenacity and elongation were the properties that partly differed

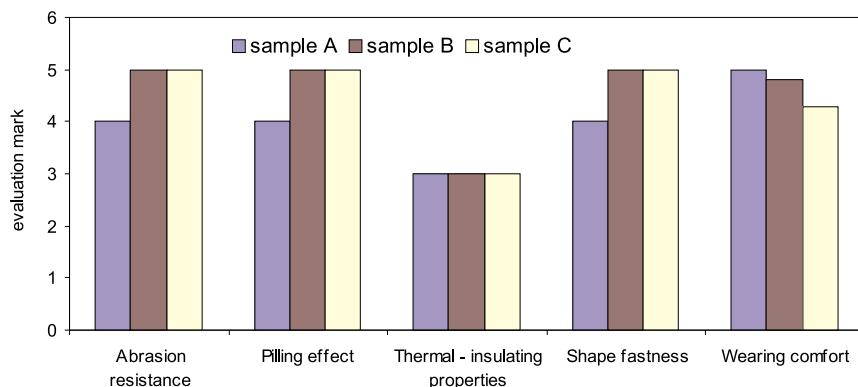


Fig. 6 Average values of the indicators of the utility properties of thermoclothing made of PP fibres with linear densities of 50 dtex/50 x 2 (A), 56 dtex/33 x 2 (B) and 110 dtex/33 x 1 (C)

among the three types of fibres. These differences are due to minor variances in the orientation of fibres, which was confirmed by the determination of Δn .

The different geometry and orientation of fibres also manifested in the macromorphological structure of the knitted fabrics as well as in their capillarity elevation and sorption properties. The highest values were measured in fibres with a unit linear density of 3.3 (110 dtex/33 x 1). On the other hand, the thermal-insulating properties of thermoclothing are partly more favourable in products made of fibres with a Tdj of 1.0 (50 dtex/50 x 2), which was nevertheless predicted pursuant to a knowledge of their macro-morphological structure evaluated by means of picture analysis.

According to the figurants participating in the wearing tests, the thermoclothing made of fibres with a Tdj of 1.7 dtex (56 dtex/33 x 2) had the best utility properties, even though its wearing comfort was at the same level as the thermoclothing made of fibres with a Tdj of 1.0 dtex (50 dtex/50 x 2), in which a minor change in shape and pilling effect were detected. All three types of thermoclothing showed an excellent skin-sensorial and thermo-physiological comfort during the wearing tests.

Acknowledgement: The support of the National Grant Agency of Slovakia VEGA 1/2451/05 is appreciated.

5. REFERENCES

- Murárová, A., Jambrich, M., Balogová, J.: Vplyv materiálového zloženia textílií na ich fyziologické vlastnosti. *Vlákna a textil* 11(1), 2004, s. 3–8
- Jambrich, M. a iní: História rozvoja výroby chemických vláken na Slovensku a v Čechách. STU, Bratislava 1996
- Budzák, D., Jambrich, M., Kochan, J., Štupák, A., Revús, M.: Aspects of the developments of special types of polypropylene fibres in Slovakia, In.: Zborník CD Medzinárodná konferencia „FIBROUS MATERIALS XXI CENTURY“ Petersburg, May, 23.–28. 2005
- Matsui, M., Kondo, Y.: A Biodegradable Fiber Made of Poly-lactid Acid (PLA). *Chemical Fibers International* 46, 1996, p. 318
- Jambrich, M., Sroková, I., Starigazda, J., Sýkorová, J., Šiarnik, M.: The structure and properties of fibre materials based on synthetic and polylactide polymers. In.: Zborník CD 2nd INTERNATIONAL MATERIAL CONFERENCE TEXCO 2006, 1.–18. August 2006, Ružomberok, s. 7–12
- Murárová, A., Jambrich, M., Murárová, Z.: Fyziológia odievania. II. Odev ako fyziologický systém. *Vlákna a textil* 1(8), 2001, s. 50–52
- Murárová, A., Jambrich, M., Krištofič, M.: Select properties of jersey knitted fabrics made of a cotton/PP blend (50/50). *Tekstil* 40 (7), 2000, p.377–381
- Strecký, J.: Odevné tovaroznalectvo. Alfa, Bratislava, 1996
- Barborák, O.: Odevníctvo I. TnU AD, Trenčín, 2001
- Jambrich, M., Ďurčová, O., Šimo, R.: Aplikácia PP vláken vo viacvrstvových vláknitých materiáloch. In.: „Tatranská vláknarská konferencia“, Vysoké Tatry, September 1982
- Hajdúchová, L.: Austenické ocele ako progresívny materiál pre teplotne namáhané súčiastky“. Dizertačná práca, FPT TnU AD Púchov, 2004
- Jambrich, M.: „Štruktúra a vlastnosti vláken“. Učebné texty, FPT TnU AD Púchov, 2004
- Kopal, I.: A thermovision inspection of a special type of fibred textile materials, In.: Zborník CD 2nd “International material conference TEXCO 2006”, 17.–18. August 2006 Ružomberok, p. 13–17

Received: July 2006

Štruktúra a vlastnosti textílií na báze PP vláken s rôznou geometriou

Translation of Article:

The structure and properties of textiles based on PP fibres with different geometries

Vláknité materiály sú významným produkтом aplikácie vláken určených na zhovovanie odevov, bytových a technických textílií. Jednotlivé druhy odevov sa používajú v priamom a nepriamom kontakte s pokožkou tela. Tieto typy textílií musia mať vhodné úžitkové vlastnosti, najmä vhodný transport tepla a vlhkosti – fyziologické vlastnosti. V príspevku sa pojednáva o vplyve geometrie PP vláken na štruktúru a úžitkové vlastnosti textílií – termobielizne.

1. ÚVOD

Výroba odevných textílií sa zabezpečuje prevažne z prírodných a chemických vláken alebo z ich zmesi. Zvyčajne bývajú pletené, alebo tkané. Prírodné vlákna mali pomerne dlho dominantné postavenie vo výrobe týchto textílií. V tomto období hlavné zastúpenie majú chemické vlákna, [2]. V r. 2004 ich podiel činil 60%, kde PES a PP vlákna mali najsilnejšie zastúpenie, [3]. Veľká pozornosť sa v odevných textíliach venuje vývoju a aplikácii mikrobiálnych typov vláken, najmä polyaktidovým, [4–5].

Pri príprave nového odevného výrobku musí výrobca sledovať cieľ, aby daný produkt spĺňal kritériá na fyziológiu a komfort pri jeho nosení, [1]. Takto prístup zodpovedá komplexnému hodnoteniu jednorozmernej, dvorozmernej a trojrozmernej textílie – výrobku, [6].

Analýza štruktúry a úžitkových vlastností, najmä fyziologických, je orientovaná do troch úrovní:

- na úrovni jednorozmernej textílie – laboratórne skúšky
- druh a typ vlákna a jeho
 - a) molekulová, nadmolekulová, morfologická a makromorfologická štruktúra – geometria
 - b) fyziálno - mechanické vlastnosti
- na úrovni dvorozmernej textílie
 - a) makromorfologická štruktúra
 - b) fyziologické, povrchové a objemové vlastnosti, podiel vzduchu a vlákna – laboratórne skúšky
- na úrovni trojrozmernej textílie
 - a) fyziologické a komfortné vlastnosti
 - b) geometrický tvar – strih odevu
 - c) oblasť a spôsob využívania
 - d) spôsob osetrovania.

Ďalšie hodnotenie sú skúšky na modeloch a skúšky nosením.

Náročnosť na realizáciu nového výrobku je vysoká, avšak potrebná, aby výpovedná schopnosť o fyziologických, komfortných a úžitkových vlastnostiach odevného výrobku bola čo najvyššia, [7–11].

2. EXPERIMENTÁLNA ČASŤ

Pre prípravu termobielizne boli použité PP vlákna o rôznej Tdj-1.0, 1.7, 3.3 dtex.

Z uvedených vláken boli pripravené obojlícne pleteniny a z nich termobielizeň. Hodnotili

sa fyziálno-mechanické vlastnosti vláken, makromorfologická štruktúra a úžitkové vlastnosti pletenín a výrobkov z nich pripravených.

3. HODNOTENIE

Fyziálno-mechanické vlastnosti PP vláken sú uvedené v tabuľke 1.

Tab. 1 Fyziálno-mechanické vlastnosti PP vláken podľa noriem STN ISO 2060, 2062

Rozdielne hodnoty pevnosti a ľahkosti PP vláken boli podmienené parametrami nadmolekulovej štruktúry, najmä orientáciou hodnotenou pomocou Δn . Najvyššie hodnoty Δn boli namerané u PP vláken 56 dtex/33 x 2 a najnižšie u PP vláken 110 dtex/33 x 1. Z uvedených vláken boli pripravené obojlícne pleteniny, obr. 1.

Obr. 1 Pletenina zo 100% PP s jemnosťou 50 dtex/50 x 2, lícna strana obojlícnej pleteniny

Pleteniny boli analyzované z hľadiska:

- a) trvanlivosti na oder STN 800816
- b) kapilárnej vzlínavosti pomocou 0,5% roztoku $KMnO_4$
- c) sorpčnej schopnosti nekonvenčnou metódou pre hodnotenie termobielizne

Na obrázku 2 je uvedená trvanlivosť pletenín z PP vláken 50 dtex/50 x 2 (A), 56 dtex/33 x 2 (B) a 110/33 x 1 (C) na rotačnom odierači.

Obr. 2 Odolnosť PP pletenín na oder pri konštantnom zaťažení odieracej hlavy 200g a zrnitosti brúsneho papiera 500 (STN 800816)

Hodnoty odolnosti PP pletenín voči oderu uvedené na obrázku 2 jednoznačne potvrdzujú očakávanie, že čím je vlákno jemnejšie, tým je jeho odolnosť nižšia.

Vplyv jemnosti vláken na kapilárnu vzlínavosť bol posudzovaný pomocou 0,5% roztoku $KMnO_4$. Získané

výsledky sú uvedené na obrázku 3.

Obr. 3 Kapilárna vzlínavosť pletení z PP vlákien 50 dtex/50 x 2 (A), 56 dtex/33 x 2 (B) a 110 dtex/33 x 1 (C)

Kapilárna vzlínavosť je podmienená merným povrchom (MP) vlákna a jeho nadmolekulovou štruktúrou. Merný povrch skúmaných vlákien má nasledujúcu kontinuitu: MPA > MPB > MPC. Tejto postupnosti MP by mali zodpovedať i hodnoty kapilárnej vzlínavosti. Z obrázku 3 vyplýva, že postupnosť je opačná. Túto skutočnosť môžeme vysvetliť tým, že makromorfologická štruktúra pletení z týchto vlákien (vzájomné uloženie vlákien) neumožňuje v plnom rozsahu využiť povrch vlákien. Rovnako sa prejavuje i vplyv orientácie vlákien, ktorá je vyššia u PP vlákien s jemnosťou Tdj 1,0 a 1,7 dtex.

Rovnaký priebeh sa prejavil i pri hodnení sorpčnej schopnosti pletení z uvedených PP vlákien, obr. 4.

Obr. 4 Sorpčná schopnosť pletení z PP vlákien 50 dtex/50 x 2 (A), 56 dtex/33 x 2 (B) a 110 dtex/33 x 1 (C)

Príčinnú súvislosť uvedených vzťahov môžeme opäť hľadať v rozdielnej makromorfologickej štruktúre pletení z uvedených PP vlákien a rozdielnych parametroch ich nadmolekulovej štruktúry. Makromorfologickú štruktúru sme posudzovali obrazovou analýzou a orientáciu pomocou Δn .

Jednou z rozhodujúcich úžitkových vlastností termobielizne je aj tepelno - izolačná schopnosť. Táto je charakterizovaná prestupom tepla cez textíliu. Textilné vláknité materiály sú v podstate kompozitom z vlákien a vzdachu. Požiadavka na prestup tepla cez textíliu sa mení podľa fyzickej záťaže organizmu a klimatických podmienok. Prestup tepla cez vrstvu vláknitého materiálu sa vo všeobecnosti uskutočňuje vedením, žiareniom a prúdením.

Tepelnú vodivosť λ charakterizuje rýchlosť prestupu tepla v určitej látke, ktorú môže ovplyvniť jej štruktúra, [12].

Množstvo tepla Q, ktoré prejde cez vrstvu textílie s hrúbkou h je dané vzťahom:

$$Q = (\lambda \cdot A \cdot \Delta T) / h \quad (1)$$

Q – množstvo tepla, [W], λ – tepelná vodivosť, [W/mK], A – merná plocha, [m^2], ΔT – tepelný rozdiel ($T_1 - T_2$), [K], T_1 – teplota pred meranou vrstvou [K], T_2 – teplota za meranou vrstvou [K], h – hrúbka meranej vrstvy [m].

Plošný merný odpor vedenia tepla r:

$$r = h / \lambda \quad (2)$$

r – plošný merný odpor vedenia tepla [mK/W].

Meranie tepelno – izolačných vlastností termobielizne bolo uskutočnené termokontaktnou metódou a pomocou termovíznej kamery, [13].

Hodnenie termogramov získaných termovíznou kamerou termobielizne na probantovi umožňuje určiť

rozdiel priemernej teploty na povrchu lícnej strany výrobku oproti teplote laboratória. Čím menší je tento teplotný rozdiel dosiahnutý za rovnaký čas, tým lepšie sú tepelno – izolačné vlastnosti výrobku. Na obrázku 5 sú uvedené získané poznatky termobielizne z PP vlákien o dĺžkovej hmotnosti 50 dtex/50 x 2 (A), 56 dtex/33 x 2 (B) a 110 dtex/33 x 1 (C).

Obr. 5 Povrchové teploty vzoriek z pletení z PP vlákien 50 dtex/50 x 2 (A), 56 dtex/33 x 2 (B) a 110 dtex/33 x 1 (C)

Z uvedených výsledkov meraní (obr. 5) vyplýva, že výrobky z PP vlákien 50 dtex/50 x 2 (Tdj 1,0 dtex) majú čiastočne lepšie tepelno – izolačné vlastnosti ako výrobky z PP vlákien o dĺžkovej hmotnosti 56dtex/33 x 2 a 110dtex/33 x 1. Príčinnú súvislosť treba hľadať v makromorfologickej štruktúre pletení.

Vhodnou metódou hodnenia úžitkových vlastností odevných výrobkov – termobielizne je aj nosenie. Pre hodnenie úžitkových vlastností nosením sa stanovili nasledovné podmienky a ukazovatele:

a) podmienky

- počet použitia každej vzorky – 10 krát
- údržba vzorky po každom použití pri 40 °C
- hodnotiaca známka po každom použití podľa stupnice (1-5)

b) ukazovatele

- ohmat
- odolnosť proti oderu
- žmolkovitosť
- tepelno-izolačné vlastnosti
- stálosť tvaru
- komfort pri nosení

Skúšky nosením boli realizované s 10 probantami. Subjektívne hodnenie termobielizne je uvedené na obr. 6.

Obr. 6 Priemerné hodnoty ukazovateľov úžitkových vlastností termobielizne z PP vlákien 50dtex/50 x 2 (A), 56dtex/33 x 2 (B) a 110dtex/33 x 1 (C)

Hodnenie úžitkových vlastností nosením a subjektívne hodnenie 5 ukazovateľov termobielizne poukazuje na najpriaznivejšiu štruktúru PP vlákna o dĺžkovej hmotnosti 56dtex/33 x 2.

4. ZÁVER

Cieľom našich prác bolo overiť vplyv dĺžkovej hmotnosti PP vlákien na fyzikálno – mechanické a úžitkové vlastnosti dvojlíčnych pletení a termobielizne. Pre prípravu týchto výrobkov boli použité PP vlákna o dĺžkovej jednotkovej hmotnosti Dj 1,0, 1,3 a 3,3 dtex. Použité vlákna s rozdielou Dj mali čiastočne rozdielne pevnosti a ľahkosť. Tieto rozdiely sú spôsobené malými rozdielmi v ich orientácii, ktoré sme potvrdili stanovením Δn .

Rozdielna geometria a orientácia vlákien sa prejavili i v makromorfologickej štruktúre pletení a v ich

kapilárnej vzlínavosti a sorpčných vlastnostiach. Najvyššie hodnoty boli namerané u vlákien s Tdj 3,3 dtex (110dtex/33 x 1). Naproti tomu tepelno – izolačné vlastnosti termobielizne sú čiastočne priaznivejšie u výrobkov z vlákien s Tdj 1,0 dtex (50 dtex/50 x 2), čo sa očakávalo na základe poznania makromorfologickej štruktúry hodnotenej pomocou obrazovej analýzy.

Úžitkové vlastnosti termobielizne hodnotené nosením probantami sa javili najlepšie u termobielizne z vlákien Tdj 1,7 dtex (56dtex/33 x 2), a to napriek tomu, že komfort nosenia bol na úrovni termobielizne z vlákien Tdj 1,0 dtex (50dtex/50 x 2) (obr. 6), u ktorej bola nepatrná zmena tvaru a nižšia žmolkovitosť. Všetky tri druhy termobielizne mali počas nosenia výborný

ANALYSIS OF THE COHERENCE OF THE DEFORMATIONAL CHARACTERISTICS OF FABRICS

Stepanovic J.¹, Radivojevic D.²

¹*Faculty of Technology, Leskovac, Nis University*

²*Technical High School of Textiles, Leskovac
Email: jovan64@yahoo.com*

Knowing the mutual coherence of the deformational characteristics of fabrics, their regular projections are provided according to their future assignment. The limit of elasticity and the creep limit of the fabrics are characterized, by which their behavior during exploitation can be simulated. Therefore, in this work, analyzed is the relationship between the breaking forces, the elasticity limit forces and the creep limit of the fabrics produced from filament PA yarns and Wo-PES mixed yarns. Also, according to the values obtained of the forces that the fabrics can be subjected to during the exploitation, can be projected, without the perturbation of their quality.

1. Introduction

The stability of the structure of fabrics during the effect of various forces depends on their mechanical characteristics, which are conditioned by the characteristics of all the elements of the lower structural range (fibers, yarns, warp, weft) that occur during their production, such as by the parameters of the construction and structure, [1] of those fabrics (warp spacing, weft spacing, warp weaving-in, weft weaving-in etc.). Also, the technology of woven fabrics production can have a critical effect on the structural stability of the woven fabrics.

The elasticity modulus of a material is determined on the basis of the dependence $\sigma-\varepsilon$, [2] and is defined as a straight line slope (Fig. 1), to which the following dependence applies:

$$E = \operatorname{tg} \alpha = \frac{\Delta \sigma}{\Delta \varepsilon}$$

The behavior of fabrics subjected to lower loads is mostly that of linear elasticity, which means that there is a linear ratio between the load and the deformation.

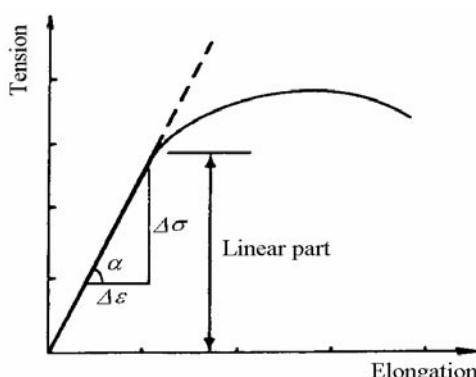
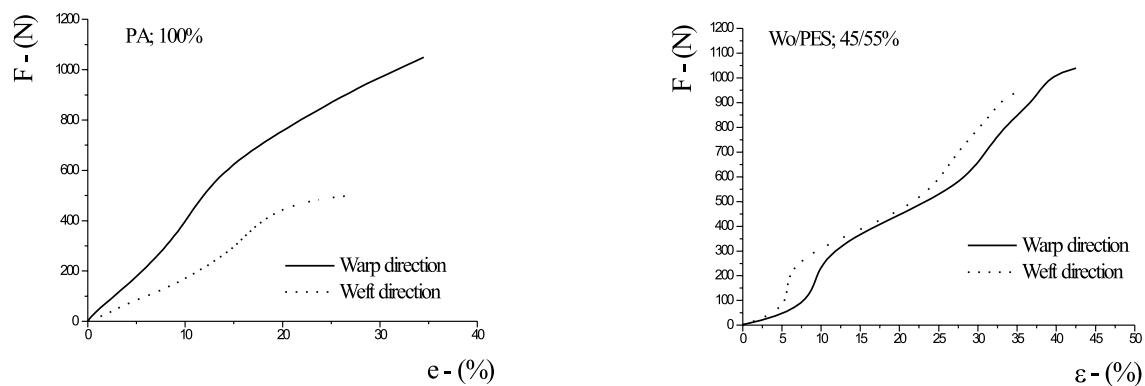


Fig. 1 Theoretical curve $\sigma-\varepsilon$ σ – tension, ε – elongation

The maximum elasticity modulus occurs in this area and the material exhibits the elasticity properties of the solid bodies. After the release of load, the material returns into its initial form, so that the deformation value upon the removal of the force is zero (elastic recovery). Following the elasticity region, there appears the plasticity region. In this region, the material deformations are plastically elastic or highly elastic. The boundary between the elastic and plastic deformations is the creep limit, [3–6]. By further increasing the load beyond the elasticity limit, of the creep limit, the ration between the load and deformation is no longer linear, but there occurs a plastic or permanent deformation. Thus, the creep limit represents the amount of load that a material can be subjected to during use or in the production process.

However, real curves (Fig. 2) differ from theoretical ones, [7–8]. It is known that fabrics have all three rheological features (elasticity, viscoelasticity and plasticity), and that under tension, all three deformation characteristics are present, but their speeds are different. This means that in textile materials, there is no pure Hook's elasticity, since these are regions dominated by adequate deformations. Fabric elongation can be observed as a procedure in which the inner equilibrium of fabric elements is disturbed and the system moves into a new state of equilibrium. In the beginning, straightening of the wire system occurs in the direction of the action of the elongation forces, causing a change in the position of the contact points between the warp and weft wires and a change in the fabric's structure. After that, elongation of the given wire system occurs in the direction of the force's action.

The fabric release or the degree of its elastic recovery depends on the intensity and the time of load application. When the load is below the creep limit most of the deformation is reversible, while the load above the creep limit causes mostly irreversible (permanent) deformations.

Fig. 2 Experimental curves $F-\epsilon$, F – force, ϵ – elongation

2. MATERIALS AND METHODS

For the purpose of this examination, twenty different fabrics were woven on looms with projectiles and without shuttles. Their technical characteristics are given in Table 1.

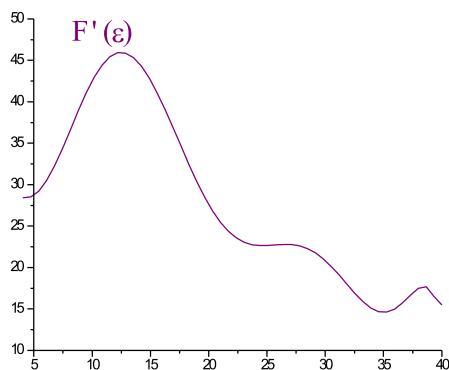
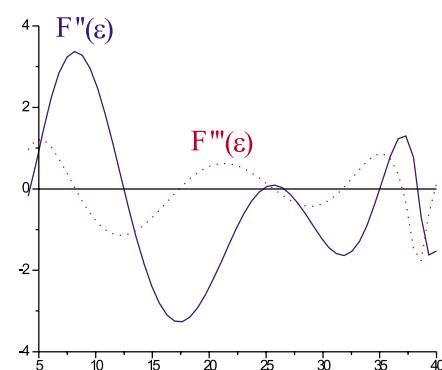
For examination of the breaking force and breaking elongation, ten samples of each fabric were prepared (ISO 13934-1:1999). In addition to the breaking characteristics (F_b and ϵ_b), the dependence force-relative elongation was graphically presented on a dynamometer. For each of the samples, a mean curve $F-\epsilon$ was made on the basis of 10 measurements.

On the basis of the $F-\epsilon$ curve, the force and relative elongation values on the border of the fabric's elasticity (F_e) was determined (maximum $F'(\epsilon)$) (Fig. 3), i.e. $F''(\epsilon) = 0$, which are shown in table 2. The forces and relative elongation values have also been determined, on the border of the creep (F_c), when the lasting deformation occurs after the elasticity border, and is numerically determined at the point where $F''(\epsilon)$ has minimum i. e. $F'''(\epsilon) = 0$ (Fig. 4), [3 and 7].

The actual breaking force (A_a) action were determined (by adequate software) on the basis of the force-elongation dependence curve (Table 2).

Table 1 Technical characteristics of the raw fabrics

Fabrics	Loom	Raw material structure	Longitudinal mass of yarns (tex)		Wire density (cm^{-1})		Weave
			warp	weft	warp	weft	
1	OMNI	PA; 100 % filament	6.7	6.7	82.0	48.0	Plain
2						50.0	
3						52.0	
4						54.0	
5						56.0	
6	TSUDAKOMA	PA; 100 % filament	11.6	8.2	52.0	28.0	Twill 2/2 Z
7						30.0	
8						32.0	
9						34.0	
10						36.0	
11	STB	Wo/PES; 35/65%	16 x 2	16 x 2	30.5	19.8	Twill 2/1 Z
12						19.0	
13						18.6	
14						18.0	
15						17.6	
16	STB	Wo/PES; 45/55%	25 x 2	25 x 2	19.0	16.4	Plain
17						15.4	
18						15.0	
19						14.4	
20						14.0	

**Fig. 3** $F'(\epsilon)$ **Fig. 4** $F''(\epsilon)$ and $F'''(\epsilon)$ **Table 2** The results of the examination of the fabrics

Fabrics:		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
F_e (N)	warp	400.0	413.0	422.5	410.5	430.0	326.5	324.0	290.0	350.5	331.5
	weft	350.0	388.0	382.0	388.0	423.0	304.0	344.0	367.5	405.9	421.5
ϵ_e (%)	warp	10.0	11.75	11.6	11.7	12.5	9.0	9.0	8.5	10.4	10.2
	weft	16.5	16.5	15.9	15.8	16.3	15.0	15.8	16.3	16.7	16.8
F_{cr} (N)	warp	599.0	613.0	639.2	625.0	639.5	504.5	511.5	461.0	549.0	504.5
	weft	450.0	490.0	532.5	528.0	576.0	448.0	495.0	530.5	596.5	614.5
ϵ_{cr} (%)	warp	14.25	16.0	16.7	16.7	17.5	13.3	13.5	12.7	15.5	14.6
	weft	21.0	22.0	21.0	20.1	20.7	20.0	21.0	21.5	22.3	22.4
F_b (N)	warp	1080	1105	1120	1160	1150	950	955	970	970	955
	weft	495.0	535.0	600.0	640.0	700.0	650.0	685.0	750.0	805.0	855.0
ϵ_b (%)	warp	39.5	41.0	42.0	45.0	45.0	39.5	39.5	42.5	42.5	43.0
	weft	27.0	28.0	30.0	31.0	34.0	42.5	41.5	44.4	44.0	45.0
A_a (J)	warp	52.93	54.46	56.81	63.35	62.33	46.70	46.66	51.68	50.90	50.74
	weft	14.35	17.07	20.38	22.38	27.78	33.08	33.99	39.25	42.74	46.62
Fabrics:		11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
F_e (N)	warp	191.5	192.8	190.6	190.5	191.3	186.6	187.8	188.0	186.4	185.0
	weft	121.6	107.2	92.5	92.0	84.5	157.2	149.1	132.6	128.4	119.9
ϵ_e (%)	warp	8.3	7.8	7.6	7.6	7.2	10.0	9.7	9.6	9.3	9.2
	weft	3.4	3.1	3.0	2.8	2.6	5.6	5.5	4.8	4.8	4.4
F_{cr} (N)	warp	311.1	311.6	314.3	317.8	312.4	298.0	300.5	300.0	304.8	299.0
	weft	210.8	203.1	187.0	174.5	171.8	247.2	238.5	221.5	216.5	206.7
ϵ_{cr} (%)	warp	10.35	11.35	10.80	11.00	11.30	11.64	11.95	11.93	12.2	12.1
	weft	5.70	5.60	5.60	4.90	4.60	7.15	6.65	5.80	5.80	5.75
F_b (N)	warp	1000	1000	1000	990	990	1040	1050	1050	1050	1050
	weft	600	550	540	500	480	950	930	920	850	840
ϵ_b (%)	warp	40.5	41.0	41.0	39.0	42.0	42.50	43.0	43.5	42.5	43.5
	weft	27.5	26.5	26.0	25.5	25.0	35.50	34.0	33.5	33.0	32.5
A_a (J)	warp	41.967	40.333	40.908	37.418	40.484	41.306	43.631	44.158	41.186	42.112
	weft	17.329	16.103	14.719	13.803	13.438	32.408	29.962	29.426	27.956	26.736

3. RESULTS AND DISCUSSION

The results obtained show that in relation to the decrease in the warp wires' spacing in fabrics, the fabric's breaking force in the warp direction increases, due to the greater number of connecting points between the warp and weft wires on a certain unit of fabric surface.

Also, according to the results obtained, it can be concluded that greater action is needed for the fabric's elasticity border in the weft direction, when the weft spacing in fabrics is greater. Namely, applying the greater weft spacing enables greater breaking forces and elongation in a certain direction. Therefore, that action up to the fabrics' elasticity border in the weft direction increases to the value of the action for weaving-in surmounts, at the tension in the weft's direction. Figs. 5 and 6 show the connection between the force at the border of the elasticity and the force at the border of the creep with the breaking forces of the analyzed fabrics in the weft direction.

The results obtained can be used for finding the connection between the breaking force, the force at the border of the creep, and the force of the fabrics' elasticity.

For the fabrics of PA filament yarns with a plain weave, the following dependences are:

$$\begin{aligned} F_e &= 0.2788 \cdot F_b + 220.583 \quad (\text{N}) \\ F_{cr} &= 0.5659 \cdot F_b + 179.457 \quad (\text{N}) \end{aligned}$$

Also, the connection between the deformational characteristics of the fabrics of the PA filament yarns, with the applied four-wire reinforced twill weave can be presented with the following formulae.

$$\begin{aligned} F_e &= 0.5541 \cdot F_b - 46.4539 \quad (\text{N}) \\ F_{cr} &= 0.8149 \cdot F_b - 73.5204 \quad (\text{N}) \end{aligned}$$

For fabrics made of a mixture of Wo/PES fibers; 35/65%, with the applied three-wire twill weave, the following dependences are:

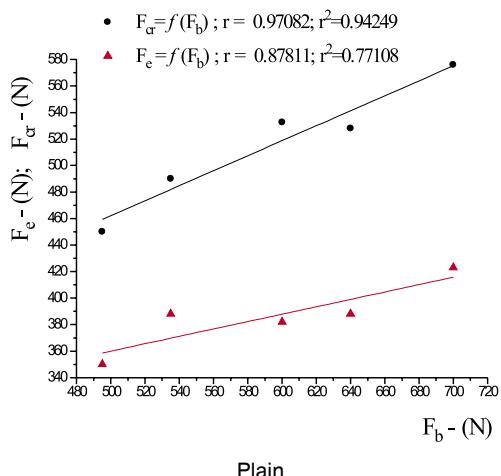


Fig. 5 The connection between the deformational characteristics of the fabrics of PA yarns, F_e – the force at the border of the elasticity, F_{cr} – the force at the border of the creep, F_b – breaking force in the weft's direction

$$\begin{aligned} F_e &= 0.2987 \cdot F_b - 59.9541 \quad (\text{N}) \\ F_{cr} &= 0.3525 \cdot F_b + 1.18050 \quad (\text{N}) \end{aligned}$$

Also, the connection between the deformational characteristics of the fabrics made of a mixture of Wo/PES fibers; 45/55%, with a plain weave applied can be presented by the following formulae:

$$\begin{aligned} F_e &= 0.2779 \cdot F_b - 112.0913 \quad (\text{N}) \\ F_{cr} &= 0.3015 \cdot F_b - 44.6652 \quad (\text{N}) \end{aligned}$$

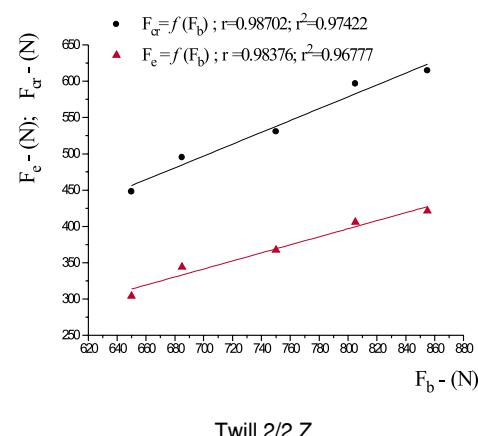
Therefore, the given dependences are concerned with the raw fabrics which are going to be produced in the conditions that correspond to the weaving of the given examples of the fabrics.

Based on the results obtained, it can be said that there is a good correlation between, [9] the high values of the correlation coefficients of the breaking force, the elasticity limit and the creep limit of a fabric in the weft direction. These results can serve to predict the behavior of the fabric in the consequent technological processes or during use, [10].

4. CONCLUSIONS

The deformational characteristics of fabrics depend on their structural and constitutional solutions. Therefore, the most important part is the raw composition, the structural and physico-mechanical characteristics of the applied yarns, the warp and weft spacing, and the warp and weft weaving-in, such as the applied weave of the fabric.

The results obtained show that increasing the weft spacing leads to changes in the fabrics' characteristics, whereby the trend of the growth is at the breaking force in the weft direction, then the action leading to the breakdown of the fabrics in the weft direction, and the force at the border of the fabric's elasticity in the weft direction, such as the force at the border of the creep in the weft's direction.



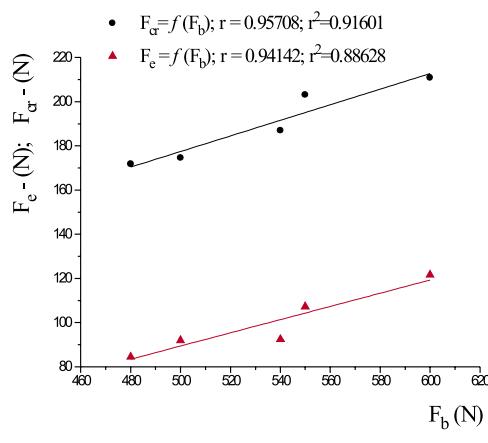
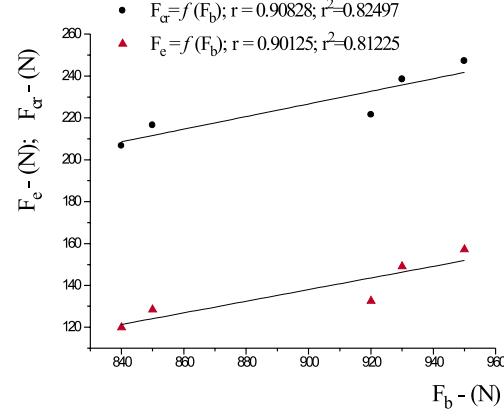


Fig. 6 The connection between the deformational characteristics of the fabrics made of the mixture fiber Wo/PES, F_e – the force at the border of the elasticity, F_{cr} – the force at the creep, F_b – the breaking force in the weft direction

Also, there exists a high correlation between the breaking forces of the woven fabrics tested, and their elasticity limit and creep limit, which can be of use in the process of their construction.

Knowing the connection between the breaking forces of the fabrics at the border of the creep and the forces at the border of the elasticity, there is a possibility of simulation of the fabrics' behavior during the exploitation. In addition, the conditions for the correct projection of the fabrics are provided according to their future function. Therefore the technical preparation of the production point is made simpler and the conditions for the exclusion trial series of the fabrics are realized, which contribute to a saving of energy and raw materials.



5. REFERENCES

1. Stepanovic, J., Antic, B., Stamenkovic, M.: Melland Textilberichte, 9, 2002, p. 627–630
2. Adanur, S.: Melland Textilberichte, 6, 1995, p. 396–399
3. Bukosek, V.: Tekstilec, 12, 1983, p. 24–29
4. Gersak, J.: Int. J. Cloth. Sci. Technol., 3–4, 1998, p. 244–251
5. Gersak, J.: Int. J. Cloth. Sci. Technol., 1–2, 2004, p. 238–251
6. Muršić, M.: Uvod v reologijo, Univerza v Ljubljani, Ljubljana 1973
7. Stepanovic, J., Stamenkovic, M., Antic, B.: Vlákna a textil, 6, 1999, p. 58–61
8. Antić, B., Stepanović, J.: Tehnologija tkanja, Tehnološki fakultet, Leskovac, 2001
9. Čepujnoska, V.: Statistička kontrola na kvalitetot vo tekstilnoto proizvodstvo, Univerzitet "Kiril i Metodij", Skopje, 1987, p. 206
10. Stepanović, J., Zafirova, K., Antić, B.: Tekstilna industrija, Beograd, 3–4, 2002., p.17–20

Received: July 2005

Analýza súdržnosti deformačných charakteristík tkanín

Translation of Abstract:

Analysis of the Coherence of the Deformational Characteristics of Fabric

Poznanie vzájomnej súdržnosti deformačných charakteristík tkanín, ich riadny prenos sú poskytnuté podľa ich budúceho určenia. Charakterizované sú limitná elasticita a limité zošúverenie tkaniny, ktorými možno simulovať chovanie sa počas používania.

POLYPROPYLENE FIBRES WITH SPECIAL COLOUR EFFECTS

I. PHOTOCHROMIC DYESTUFFS

Folvarčíková K., Brejková A., Brejka O.

Research Institute for Man-Made Fibres, JSC., Štúrova 2, 059 21 Svit, brejka@vuchv.sk

The current development of man-made fibres and textile materials is oriented towards the preparation of intelligent 'smart' materials, which are defined as textiles or parts of the clothing which are able to evaluate, signalise and react to a change in colour, shape and other qualities during the monitoring of a person's health functions. The article is dedicated to the application of a group of these materials – photochromic dyestuffs (they react to a change in a coloured shade depending on the ratio of the UV radiation to the polypropylene fibres). The aim of the experimental work is the development of special fibres capable of photochromic effect.

1. INTRODUCTION

Photochromic colouring agents (e.g., based on spiroxazine and opiropyrene) change a shade after its exposure to the UV radiation (e.g. sunlight), while after removing the UV radiation source, they get back their original coloured shade, [1]. Before the exposure most of these dyes are colourless, or they have a matte shade, which become more intensive through the effect of the exposure. It is possible to obtain intensive shades at low concentrations of dyestuffs (0.05–0.3 %), and this fact compensates for their very high price. To the contrary, too high concentrations of these dyestuffs inhibit the photochromic effect. The dyestuffs can be mixed with conventional dyestuffs in order to achieve darker initial shades.

The main problem in measuring the kinetic behaviour of photochromic pigments (coloured change depending on time) with the help of a classic spectrophotometer is the relatively long period of time between the individual measurements (5s) and the inability to measure the whole running of the coloured change during the exposure without an interruption in the sample's illumination during the measurement, [2]. The speed of the shade change is high and moves on a scale from 70 to 100% in 60 seconds.

Dyestuffs can be maintained for a long time, and they partly offer protection against UV radiation. They are stable at processing temperatures of up to 250 °C and this fact restricts the possibility of their application in the process of colouring synthetic fibres in mass, [3].

The addition of HALS or UV types of absorber stabilizers significantly improves the service life of spiroxazine types of dyestuffs without the significant effect on their coloured demonstration.

In the article, [4] the production and testing of the sensors from the fabrics and non-woven textiles in the use of photochromic pigments, which are applied in the form of paint coats or colouring en masse is described. The results show that the produced sensors are sensitive depending on the amount of time and intensity of

the UV radiation. Photochromic dyestuffs have different absorption spectra in both states (before the exposure and after the exposure). It follows from the results that the speed of the coloured change is higher during the phase of the exposure than during the phase of the reversal, [4].

In the article the results of the application of four types of photochromic dyestuffs to polypropylene (PP) fibres at low concentrations (up to 0.08 %) are developed. The effect of the additives on the mechanical properties of PP fibres and the ability to change the intensity of the coloured shade of the prepared fibres after the activation by light in dependence on the type and concentration of the additive or fibre textures was researched.

2. EXPERIMENTAL

a) Material specifications:

- Fibres: PP polymer with Melt Flow Ratio (MFR) = 20–30 g/10 min.
- Instead of concentrates, powder mixtures of: 99% PP powder polymer + 1% photochromic dyestuffs were prepared. Powdered mixture with photochromic dyestuffs: powdered PP polymer with MFR = 20–30 g/ 10 min, photochromic dyestuffs characterisation (Tab. 1)

b) Preparation of the fibres

Device: TS-32/16, LOY system
with the following drawing

Polymer: PP with MFR = 20–30 g/10 min.

Individual fineness: 7 dtex

Table 1 Characterisation of the photochromic dyestuffs applied.

The dyestuff label	Melting temperature [°C]	The dyestuff label	Melting temperature [°C]
Chroma Yellow	~189	Chroma Blue	~170
Chroma Red	153–154	Chroma Grey	187–189

The measurements of the mechanical properties of the prepared fibres

- The measured values of the fineness, tenacity and elongation of the undrawn and drawn flat PP fibres together with the variational indexes are presented in Tabs. 2. and 3. The results of the fineness were achieved according to the STN EN ISO 1973 norm, and the results of the tenacity and elongation were measured according to the STN EN ISO 5079 norm.

The measurement of the colour properties of the prepared fibres

- The drawn flat and textured fibres were tested.
- The measurement of the fibres' colour properties (**CIELab**) by the remission spectrophotometer ULTRASCAN XE (HunterLab, U.K.) was performed under the following exposure conditions :
 - 1.) 5 minutes of exposure of the fibres in the illumination chamber in the D65 light
 - 2.) after 60 min of exposure of the fibres in the illumination chamber in the D65 light
 The values a^* (red-green shade), b^* (yellow-blue shade), DE^* (colour difference) were measured.
- The results of the PP flat and textured fibres colour properties with the different contents of dyestuffs and the time of exposure are shown in Figs. 1.–8.

The gradational time change of the coloured shade of the PP flat and textured fibres with the different contents of the photochromic dyestuffs is presented in Figs. 1.–4. (The increase in the dyestuff's concentration in the fibre is indicated by the values of the fibre concentration of 0 and 0.08 %.)

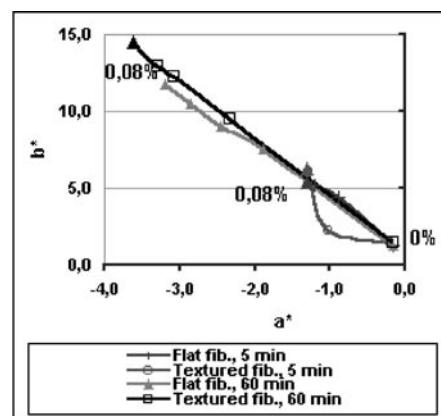


Fig. 1 The effect of the dyestuff concentration of **Chroma Yellow** (0–0.02–0.04–0.08%), exposure time and texturing of PP fibres on the parameters a^* and b^* .

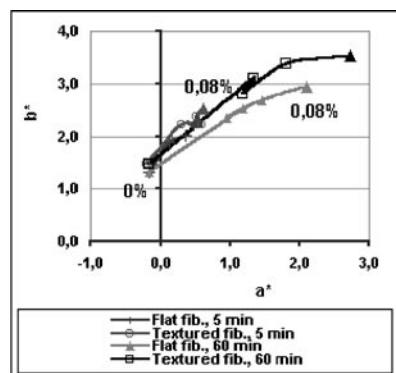


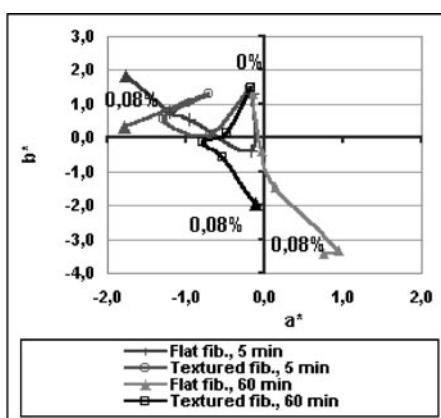
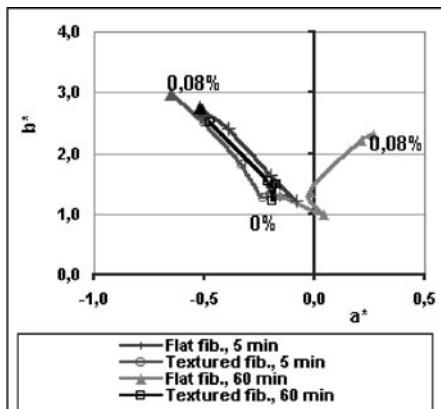
Fig. 2 The effect of the dyestuff concentration of **Chroma Red** (0–0.02–0.04–0.08%), the time of the exposure and the texturing of the PP fibres on the parameters a^* and b^* .

Table 2 The mechanical properties of the undrawn PP fibres with contents of photochromic dyestuffs.

ID	Photochromic dyestuff		Undrawn fibres					
			Fineness	Cv_F	Tenacity	Cv_T	Elongation	Cv_E
Type	[%]	[dtex]	[%]		[cN/dtex]	[%]	[%]	[%]
537/06	Chroma Yellow	0	818.9	0.28	0.99	6.31	605.4	5.95
538/06		0.02	823.8	0.21	0.98	4.53	569.8	4.43
539/06		0.04	827.9	0.14	0.97	4.10	577.8	3.25
540/06		0.06	824.5	0.12	0.99	3.58	594.4	3.28
541/06		0.08	824.8	0.12	0.95	4.84	580.1	4.28
542/06	Chroma Red	0.02	822.8	0.42	1.00	5.31	591.9	2.72
543/06		0.04	829.4	0.24	0.96	4.10	585.4	2.77
544/06		0.06	825.3	0.21	1.00	2.87	601.7	3.15
545/06		0.08	825.5	0.12	1.00	3.33	602.0	4.63
546/06	Chroma Blue	0.02	817.7	0.28	1.06	3.94	602.4	4.50
547/06		0.04	824.6	0.09	1.02	3.87	586.4	3.12
548/06		0.06	825.7	0.09	1.01	3.40	583.1	2.93
549/06		0.08	824.4	0.13	1.00	4.58	595.3	3.83
550/06	Chroma Grey	0.02	809.6	1.46	1.03	4.56	605.8	4.73
551/06		0.04	824.5	0.31	1.00	3.14	612.2	3.65
552/06		0.06	826.1	0.08	1.02	3.13	608.5	3.54
553/06		0.08	828.9	0.23	1.01	4.25	608.6	3.61

Table 3 The mechanical properties of the drawn PP fibres with contents of photochromic dyestuffs.

ID	Photochromic dyestuff		Drawn fibres				
			Fineness	Cv _F	Tenacity	Cv _T	Elongation
	Type	[%]	[dtex]	[%]	[cN/dtex]	[%]	[%]
537/06	Chroma Yellow	0	282.2	0.38	2.95	3.24	93.5
538/06		0.02	285.0	0.80	2.99	3.93	93.2
539/06		0.04	285.3	0.65	3.00	2.36	95.0
540/06		0.06	284.5	0.83	2.94	2.53	92.8
541/06		0.08	285.0	0.32	2.96	2.66	98.3
542/06	Chroma Red	0.02	286.3	0.93	2.97	1.58	91.0
543/06		0.04	286.0	0.47	2.89	3.74	94.4
544/06		0.06	286.4	0.48	2.85	1.68	96.2
545/06		0.08	286.9	0.48	2.93	2.06	96.3
546/06	Chroma Blue	0.02	283.7	1.05	2.89	4.50	90.2
547/06		0.04	285.6	0.60	2.94	2.52	93.5
548/06		0.06	285.7	0.59	2.93	2.77	95.8
549/06		0.08	284.6	0.42	2.91	2.42	96.8
550/06	Chroma Grey	0.02	284.6	0.59	2.94	1.62	97.2
551/06		0.04	271.8	1.05	3.01	3.25	92.1
552/06		0.06	284.3	0.55	2.87	2.90	92.9
553/06		0.08	284.0	0.99	2.96	2.55	93.6

**Fig. 3** The effect of the dyestuff concentration of **Chroma Blue** (0–0.02–0.04–0.08%), the time of the exposure and the texturing of the PP fibres on the parameters a* and b*.**Fig. 4** The effect of the dyestuff concentration of **Chroma Grey** (0–0.02–0.04–0.08%), the time of the exposure and the texturing of the PP fibres on the parameters a* and b*.

Note: The zero axes of parameters a* and b* are marked by thicker lines.

3. Discussion

Because of the small amount of dyestuffs powdered dyestuff and a PP polymer mixture were used for the fibres' preparation. Preparing PP fibres with a photochromic effect at a very low concentration of colourant is important, because of the high price of the photochromic dyestuffs / pigments.

Upon the application of the photochromic dyestuffs at a concentration of 0–0.08%, the following facts were obtained during the preparation of the PP fibres (7 dtex):

- The preparation of the fibres was realised without any problems.
- The applied concentrations of the dyestuff did not have a significant effect on the change in the mechanical properties of the prepared fibres.
- The changes in the colouristic parameters were strongly affected by the type of the dyestuff.
- The increase in concentration has an insignificant effect on the change in colour properties (parameters a* (red-green shades) and b* (yellow-blue shades)) of the fibres with a content of Chroma Grey and a significant effect on the fibres with a content of the Chroma Blue, Chroma Red and Chroma Yellow dyestuffs.
- Prolonging the fibres' exposure time from 5 to 60 min under the D65 light caused a decrease in the brightness value (L^*) depending on the dyestuff applied

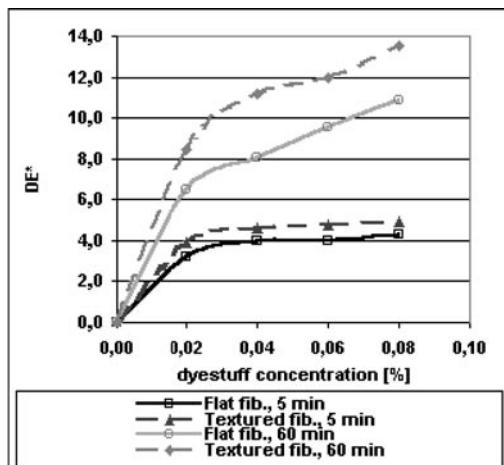


Fig. 5 The effect of the dyestuff concentration of **Chroma Yellow** and exposure to the D65 light on the colour difference DE^* of the flat and textured PP fibres 7 dtex.

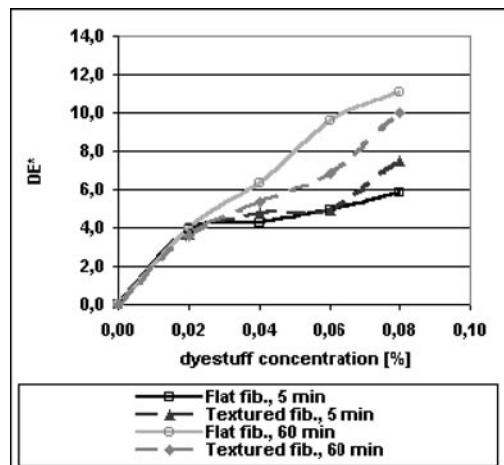


Fig. 7 The effect of the dyestuff concentration of **Chroma Blue** and exposure to the D65 light on the colour difference DE^* of the flat and textured PP fibres 7 dtex.

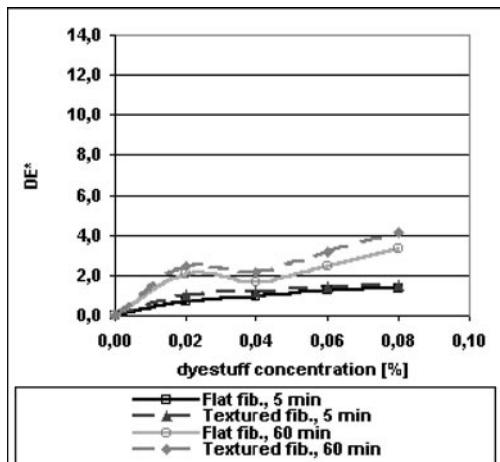


Fig. 6 The effect of the dyestuff concentration of **Chroma Red** and exposure to the D65 light on the colour difference DE^* of the flat and textured PP fibres 7 dtex.

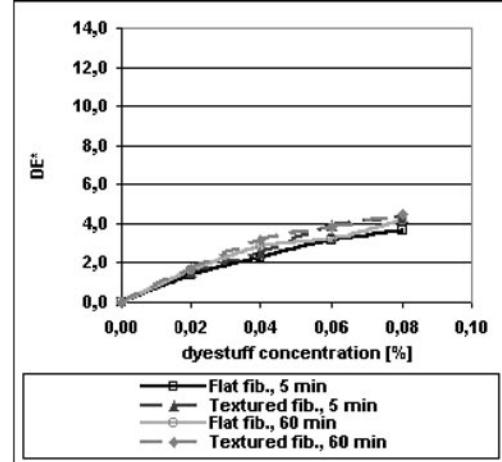


Fig. 8 The effect of the dyestuff concentration of **Chroma Grey** and exposure to the D65 light on the colour difference DE^* of the flat and textured PP fibres 7 dtex

and changes the a^* , b^* values i.e., the prolonging of the exposure changes the shade and deepens the saturation of the colour shades. The effect of the exposure time on the movement of the colour shade can be marked in the following way (in an order from the most to the least distinctive change): Chroma Blue, Chroma Yellow > Chroma Red > Chroma Grey.

- The texturing of the PP fibres causes only an insignificant or small effect on the colouristic values a^* and b^* .
- Prolonging the fibres' exposure time from 5 to 60 min under the D65 light caused an increase in the colour difference (DE^*) depending on the dyestuff applied. The most distinctive DE^* were shown on the fibres with Chroma Yellow and Blue. The effect of the exposure time on the colour difference can be marked in the following way from the most to the

least distinctive change: Chroma Yellow > Chroma Blue > Chroma Red > Chroma Grey. The increase in the dyestuff content had a sharp effect on the colour difference up to a content of 0.02% for fibres with a content of the Chroma Yellow and Blue dyestuffs, but after passing this concentration of the dyestuff, it just had a moderate effect on the DE^* .

- The most significant changes in the colour properties of the fibres depending on the type, concentration, exposure time and texturing can be summarized in the following order: Chroma Yellow, Chroma Blue > Chroma Red, Chroma Grey.
- The results obtained are supported by photographic pictures of the fibres which are not published in this article.
- The subjective observations show the shade intensity of the fibres depends on the type of light source under the exposure.

4. CONCLUSION

The results obtained support the possibility of the application of photochromic dyestuffs into PP fibres. Very low concentrations of dyestuffs up to 0.08% were sufficient for preparing the fibres with an evident photochromic effect. The dyestuff concentrations used had no significant effect on the mechanical properties.

The remaining problem is to develop and specify the precise evaluation of the fibres' colour properties with the content of the photochromic colourants. The assessment of photochromism is particularly difficult, mainly because the change in the colour of the photochromic dyeings reverts fairly quickly.

Acknowledgements: This research was performed thanks to the APVV grant agency (Grant No. 20-011404).

5. References

1. THE COLOURING OF PLASTICS, Professional training of f. AMI, SEPTEMBER 1995, CHESHIRE (U.K.), pp. 51–52
2. Viková, M.: Colour changes in the kinetic behaviour of photochromic SMART textile sensors. In: 4th Central European Conference on Fibre-Grade Polymers, Chemical Fibres and Special Textiles, 7–9. September 2005, Liberec
3. Nicolai, M., Nechvata, I. A.: Photochrome Färbeeffekte für Stickerei-Erzeugnisse. Melliand Textilberichte 5, 2006, pp. 345–348
4. Viková, M.: Textile Photochromic Sensors for Protective Textile. Vlákna a textil 10 (2) 2003, pp. 82–85

Received: July 2006

Polypropylénové vlákna so špeciálnym farebným efektom, I. Fotochrómne farbívá

Translation of Article:

Polypropylene fibres with special colour effects. I. Photochromic dyestuffs

Súčasný vývoj chemických vláken a textilných materiálov smeruje k príprave inteligentných „smart“ materiálov, ktoré sú definované ako textílie, resp. časti odevu, schopné vyhodnotiť, signálizovať a reagovať zmenou farby, tvaru a ďalších vlastností pri monitorovaní zdravotných funkcií človeka.

Článok sa venuje aplikácii jednej skupiny týchto materiálov - fotochrómnych farbív (reagujú zmenou farebného odtieňa v závislosti od podielu UV žiarenia) do polypropylénových vláken. Cieľom experimentálnej práce je vývoj špeciálnych vláken schopných fotochrómneho efektu.

1. Úvod

Fotochrómne farbiace prostriedky (napr. na báze spiroxazínu a opiropyránu) menia po expozícii UV žiareniom (napr. slnečným svetlom) odtieň, pričom po odstránení zdroja UV žiarenia sa im prinavrátia pôvodný farebný odtieň, [1]. Pred expozíciou je väčšina týchto farbív bezfarebná, resp. má matný odtieň, ktorý sa vplyvom expozície zintenzívni. Intenzívne odtiene možno získať už pri nízkych koncentráciách farbív 0,05–0,3 %, čo kompenzuje ich veľmi vysokú cenu. Naopak, príliš vysoké koncentrácie týchto farbív fotochrómny efekt potláčajú. Farbívá môžu byť zmiešané s konvenčnými farbivami za účelom dosiahnutia tmavších nábehových odtieňov.

Hlavným problémom merania kinetického chovania sa fotochrómnych pigmentov (farebnej zmeny v závislosti od času) pomocou klasického spektrofotometra je relatívne dlhá časová períoda medzi individuálnymi meraniami (5s) a neschopnosť zmerať celý priebeh farebnej zmeny počas expozície bez prerušenia osvetlenia vzorky počas merania, [2]. Rýchlosť zmeny

odtieňa je vysoká a pohybuje sa v rozsahu 75–100 % počas 60 sekúnd.

Farbívá majú dlhodobú trválosť a čiastočne poskytujú ochranu voči UV žiareniu. Sú stabilné pri teplotách spracovávania do 250 °C, čo obmedzuje možnosť ich aplikácie v procese farbenia syntetických vláken v hmote, [3]. Prípadok stabilizátorov typu HALS či UV absorbérov významne zlepšuje životnosť spirooxazínových typov farbív bez výrazného ovplyvnenia ich farebného prejavu.

V článku, [4] je popísaná výroba a testovanie senzorov z tkanín a netkaných textílií za použitia fotochrómnych pigmentov, ktoré sú aplikované formou náterov alebo farbenia v hmote. Výsledky ukazujú, že vyrobené senzory vykazujú citlosť v závislosti od doby a intenzity UV žiarenia. Fotochrómne farbívá majú v oboch stavoch (pred expozíciou, po expozícii) rozdielne absorpcné spektrá. Z výsledkov tiež vyplýva, že rýchlosť farebnej zmeny je vyššia počas fázy expozície než počas fázy reverzie, [4].

V článku sú spracované výsledky aplikácie 4 typov fotochrómnych farbív do polypropylénových (PP)

vlákien pri nízkych koncentráciách (do 0,08%). Bol skúmaný vplyv aditív na fyzikálno-mechanické vlastnosti PP vlákien a schopnosť zmeny intenzity farebného odtieňa pripravených vlákien po aktivácii svetlom v závislosti od typu a koncentrácie aditíva, či tvarovania vlákien.

2. Experimentálna časť

a) Špecifikácia materiálov

- Vlákna: PP polymér s Indexom Toku (IT) = 20–30 g/10min
- Namiesto koncentrátov boli pripravené práškové zmesi: 99% PP práškového polyméru + 1% fotochrómnych farbív. Prášková zmes s fotochrómnymi farbivami: práškový PP polymér s IT = 20–30 g/10min, fotochrómne farbivá (Tab. 1)

Tab. 1 Charakterizácia použitých fotochrómnych farbív

b) Príprava vlákien

Zariadenie:	TS-32 / 16, LOY systém s následným dĺžením
Polymér:	PP s IT 20-30 g/10 min.
Jednotková jemnosť:	7 dtex

Meranie fyzikálno-mechanických vlastností vlákien

- Namerané hodnoty jemnosti, pevnosti a ľažnosti nedĺžených a dĺžených hladkých PP vlákien spolu s variačnými koeficientmi sú uvedené v Tab. 2. a 3. Výsledky jemnosti vlákien boli stanovené pomocou normy STN EN ISO 1973, výsledky pevnosti a ľažnosti podľa normy STN EN ISO 5079.

Tab. 2 Mechanické vlastnosti nedĺžených PP vlákien s obsahom fotochrómnych farbív

Tab. 3 Mechanické vlastnosti dĺžených PP vlákien s obsahom fotochrómnych farbív

Meranie koloristických vlastností pripravených vlákien

- Boli testované dĺžené hladké a tvarované vlákna.
- Meranie koloristických vlastností vlákien (CIELab) na remisnom spektrofotometri ULTRASCAN XE (Hunterlab, U.K.) s transmisnou kyvetou boli uskutočnené za týchto podmienok expozície:
 - 1) 5 minút expozície vlákien v osvetľovacej komore pri svetle D65
 - 2) po 60 min expozície vlákien v osvetľovacej komore pri svetle D65
- Boli stanovované parametre: a* (červeno-zelené tóny), b* (žltomodré tóny), DE* (farebná odchýlka)
- Výsledky hodnotenia koloristických vlastností PP hladkých a tvarovaných vlákien s rôznym obsahom farbív a dobu expozície sú znázornené na Obr. 1.–8.

Postupná časová zmena farebného odtieňa PP hladkých a tvarovaných vlákien s rôznym obsahom fotochrómneho farbiva je znázornená na Obr. 1.–8. (Narastajúca koncentrácia farbiva vo vlákne je naznačená hodnotami koncentrácie farbiva 0 a 0,08%).

Pozn.: Hrubšími čiarami sú vyznačené nulové osi parametrov a* a b*.

Obr. 1 Vplyv koncentrácie farbiva **Chroma Yellow** (0–0.02–0.04–0.08%), doby expozície na svetle a tvarovania PP vlákna na parametre a* a b*.

Obr. 2 Vplyv koncentrácie farbiva **Chroma Red** (0–0.02–0.04–0.08%), doby expozície na svetle a tvarovania PP vlákna na parametre a* a b*.

Obr. 3 Vplyv koncentrácie farbiva **Chroma Blue** (0–0.02–0.04–0.08%), doby expozície na svetle a tvarovania PP vlákna na parametre a* a b*.

Obr. 4 Vplyv koncentrácie farbiva **Chroma Grey** (0–0.02–0.04–0.08%), doby expozície na svetle a tvarovania PP vlákna na parametre a* a b*.

Obr. 5 Vplyv koncentrácie farbiva **Chroma Yellow** a expozície vo svetle D65 na farebnú odchýlku DE* hladkých a tvarovaných PP vlákien 7 dtex.

Obr. 6 Vplyv koncentrácie farbiva **Chroma Red** a expozície vo svetle D65 na farebnú odchýlku DE* hladkých a tvarovaných PP vlákien 7 dtex.

Obr. 7 Vplyv koncentrácie farbiva **Chroma Blue** a expozície vo svetle D65 na farebnú odchýlku DE* hladkých a tvarovaných PP vlákien 7 dtex.

Obr. 8 Vplyv koncentrácie farbiva **Chroma Grey** a expozície vo svetle D65 na farebnú odchýlku DE* hladkých a tvarovaných PP vlákien 7 dtex.

3. Diskusia

Kvôli malému množstvu fotochrómneho farbiva bola pri príprave vlákien aplikovaná prášková zmes farbiva a polyméru. Z dôvodu vysokej ceny fotochrómnych farbív / pigmentov je dôležitá príprava PP vlákien s fotochrómnym efektom pri nízkych koncentráciách farbiva.

Po aplikácii fotochrómnych farbív v koncentračnom rozsahu 0–0,08% hmotn. pri príprave PP vlákien o jednotkovej jemnosti 7 dtex boli získané nasledujúce zistenia:

- Príprava vlákien prebehla bez problémov.
- Aplikované koncentrácie farbív nemali výrazný vplyv na zmenu fyzikálno-mechanických vlastností pripravených vlákien.
- Zmeny koloristických parametrov boli ovplyvnené typom aplikovaného farbiva.
- Zvýšenie koncentrácie má nepatrny vplyv na zmenu koloristických vlastností (parameter a* (červeno-zelené tóny) a b* (žltomodré tóny)) u vlákien s obsahom Chroma Grey a výrazný vplyv na vlákna s obsahom farbív Chroma Blue, Chroma Red a Chroma Yellow.

- Predĺženie doby expozície vlákien z 5 na 60 min pod svetlom D65 spôsobil pokles hodnoty jasu L* v závislosti od aplikovaného farbiva a posun súradníc a*, b*, tj. zmenu odtieňa a prehĺbenie sýtosti farebných odtieňov. Vplyv doby expozície na posun farebného odtieňa možno naznačiť nasledovne (v poradí od najvýraznejšej zmeny): Chroma Blue, Chroma Yellow > Chroma Red > Chroma Grey.
- Tvarovanie PP vlákien má na koloristické súradnice a* a b* nepatrny alebo malý vplyv.
- Predĺženie doby expozície vlákien z 5 na 60 min pod svetlom D65 spôsobil nárast farebnej odchýlky (DE*) v závislosti od aplikovaného farbiva. Najvýraznejšiu DE* vykazovali vlákna s obsahom Chroma Yellow a Red. Vplyv doby expozície na posun farebného odtieňa možno naznačiť nasledovne (v poradí od najvýraznejšej zmeny): Chroma Yellow > Chroma Blue > Chroma Red > Chroma Grey. Nárast obsahu farbiva má výrazný vplyv na farebnú odchýlku do obsahu 0,02% u vlákien s obsahom Chroma Yellow a Blue, ale po prekročení tejto koncentrácie je vplyv na DE* len mierny.
- Najvýraznejšie zmeny koloristických vlastností

vlákien v závislosti od typu, koncentrácie, doby expozície a tvarovania možno zhrnúť v nasledovnom poradí: Chroma Blue, Chroma Yellow > Chroma Red, Chroma Grey.

- Získané výsledky sú podporené fotografickými snímkami vlákien, ktoré však vzhľadom na formát časopisu nie sú uverejnené.
- Zo subjektívnych zistení vyplýva, že intenzita farebného odtieňa je tiež závislá od typu svetelného zdroja pri expozícii.

4. ZÁVER

Získané výsledky potvrdzujú možnosť aplikácie fotochrómnych farbív do PP vlákien. Na získanie vlákien s evidentným fotochrómnym efektom boli postačujúce koncentrácie farbiva do 0,08%. Aplikované koncentrácie nemali výrazný vplyv na fyzikálno-mechanické vlastnosti vlákien. Problémom zostáva vývoj a špecifikácia presného hodnotenia koloristických vlastností vlákien s obsahom fotochrómnych pigmentov, keďže merať fotochromizmus je dosť náročné, pretože farebná zmena je veľmi rýchla

NANOVLÁKNA - STRUKTURA, VLASTNOSTI, TECHNOLOGIE, POUŽITÍ

Sodomka L.

TUL v Liberci, Česká republika,
lubomir.sodomka@volny.cz

1. ÚVOD

Kondenzované látky, [1, 2], což jsou reálné plyny, kapaliny a pevné látky v sobě skrývají tolik jevů a vlastností, a to jak v makroskopickém měřítku (elastické moduly, piezoelektrický jev, piezomagnetický jev, pyroelektrický jev, elektrická vodivost, tepelná vodivost, [3–5]), tak v měřítkách nižších řadů (mikro-, nanoskopických), tj. jevy a vlastnosti v atomových a molekulových rozměrech. Takovýmito vlastnostmi se zabývá již po dlouhou dobu chemie. Pojmy nanostruktura, nanotechnologie atd. zavedl do fyziky v roce 1959 nositel Nobelovy ceny za fyziku pro rok 1965 R.P. Feynman, [6]. Pojmem nano (trpaslík, 10^{-9} m) se kvantifikují jevy a technologie v atomových a molekulových rozměrech. Poněvadž v nanostrukturách a nanotechnologiích se objevují nové jevy, které mají četné aplikace, [10], studují se tyto nanojevy a nanotechnologie v současnosti velmi intenzivně ve všech oborech. V geometrických rozměrech, a to 0D, 1D a 2D jako částice, [2], [11], vlákna, [12] a membrány.

Tento příspěvek je věnován nanovláknům, jejich technologiím, struktuře vlastnostem a použitím.

2. Teoretická část

Prvním využitím tenkých vláken pro objevitelské účely bylo v torzních vahách, jejichž citlivost umožnila měřit silové působení mezi náboji a formulovat Coulombův zákon, gravitační silové působení v laboratoři a z něho určit gravitační konstantu, [30]. Torzní váhy jsou založeny na vztahu mezi kroutícím momentem M využitěm na krut vlákna, jeho poloměrem r, délku vlákna závesu L a úhlem stočení φ, který je tvaru, [15]

$$M = (\pi/2)Gr^4\phi/L \quad (1)$$

Mají-li být torzní váhy co nejcitlivější musí být poloměr závesného vlákna r co nejmenší, což vede až k použití nanovláken.

Dalším mechanickým problémem vláken je jejich ohebnost Φ, měřená obvykle převisem jednostranně vetknutého nosníku S určeného vztahem, [15]

$$S = FL^3/4E bh^3 \quad (2)$$

kde F je síla způsobující převis S, L jeho délka, E modul v tahu, b šířka a h tloušťka nosníku. Pro nosník

kruhového průřezu o poloměru r přejde vztah (2) na

$$S = FL^3/64E r^4 \quad (3)$$

Užijeme-li vztah (3) na vlákna vidíme, že opět převis vlákna závisí silně na jeho poloměru r.

Pro manipulaci s takto citlivými měřidly bylo třeba vlákna s určitou pevností F_p , která je určena výrazem, [15]

$$F_p = K r^3/L, \quad (4)$$

kde K je materiálová konstanta.

Ze (4) je vidět, že pevnost závesových vláken působí proti požadavkům citlivosti na vlákna. Takže již mechanické důvody pro konstrukci citlivých zařízení coulombmetrů, galvanometrů, citlivých torzních vah vedly k požadavkům použití vláken s co nejmenším průměrem mikrometrů až nanometrů již od 17. století. Bylo pak již jen otázkou času, kdy se podaří mikrovlákná až nanovlákná připravit.

Pak přišly další požadavky filtrační techniky a chemické katalýzy, kdy byly požadavky na velké povrchové plochy, případně v poslední době požadavky na inteligentní textilie, kde se mohou nanovlákná ve velké míře uplatnit. Proto je otázkou dne připravovat nanovlákná všech možných typů materiálů počínaje kovy, skly, keramikou a polymery konče. Technologie nanovláken otevírá možnosti pro nové technologie, studium struktury povrchů, vlastností a použití nanovláken.

Struktura nanovláken

Nanovlákná jsou vlákna, jejichž příčné rozměry jsou nanometry, tj. leží v intervalu 0,1 až 1000 nm. Nanovlákná mohou vznikat na všech typech pevných látek krystalických a amorfních, a to na kovech, nekovech, sklech, na keramice i polymerech. Zajímavé jsou mikro- až nanovlákná krystalická, nazývané viskry (z angl. whiskers, vousy). Viskry jsou produktem teoretických představ fyziky kondenzovaných látek, [1, 2]. Ve snaze dosáhnout shody teorie a experimentu v hodnocení pevnosti pevných látek, bylo přistoupeno k tvorbě bezporuchových krystalů, nebo krystalů s nepohybli-vými dislokacemi. Tak byly vytvořeny viskry s jedinou šroubovitou dislokací v ose viskeru. Viskry tak vykazují téměř teoretickou pevnost, [20, 21]. Nanoviskry lze vytvářet z plošně středěných kovů jako jsou zlato, stříbro, měď, olovo, γ-železo, kadmium, zinek, indium a další. Rozměry průměru některých viskerů zlata stříb-

ra a dalších dosahují ~100 nm, takže tvoří nanovlákna. Jsou známy i uhlíkové viskery, které lze vytvářet při provozu svíček spalovacích motorů, viskery karbidu křemíku a oxidu hlinitého, které se užívají na zpevnění keramické nebo kovové matrice kompozitů. Tyto typy krystalických nanoviskerů se vyznačují vysokou pevností a vysokými mechanickými moduly.

Je možné vytvářet nanovlákna i z amorfních látek jako jsou skla. Podstatou tvorby takových nanovláken je struktura skelné sítě, či Paraj-Košicovy představy nanočásticové struktury skel, [2, 17, 18].

Mnohem zajímavější jsou nanovlákna organických polymerů, které jsou významnými součástmi tkání všech živých organismů, rostlin i živočichů a v současné době nabývají nanovlákna ze syntetických polymerů využití v chemii (katalýza, filtrace), v medicíně (spojení tkání v chirurgii a neurochirurgii) a ve vojenství. Proto je výzkumu polymerových nanovláken věnována mimořádná pozornost. Velmi rozšířená je technologie tvorby těchto nanovláken v elektrostatickém poli, [2], [11], [12], [16], <http://www.google.com/nanofibers>). V polymerových strukturách se vytvářejí nanovlákna nejčastěji. Nejjednoduššími nanovlákny jsou polymerové makromolekuly, které ve válcovém modelu mají poloměr až 0,5 nm. Jejich spojením v makromolekulové svažky intermolekulovými van der Waalsovými silami, [2] vznikají pak složitější nanovlákna. Vláknové struktury jako jsou lineární, vláknové polymery, jsou vhodnými prekurzory nanovláken, tj. dostačně předupravené roztoky či taveniny lineárních polymerů k rychlému zvlákňování v nanovlákna, a to jak plná tak i vlákna dutá. Zvláštní nanovlákna jsou tvořeny fulerenovými trubičkami jedno i vícestěnovými, které představují svinuté bazální roviny grafitu, [2]. Jejich pevnost se pak blíží pevnosti grafitu ve směru bazálních rovin a nazývají se také grafenové tubulenky.

Velmi významnou částí kondenzovaných látek je jejich povrch, který jako univerzální porucha je současně vstupní branou do objemu kondenzované látky. Důležitou vlastností nanovláken je jejich velký měrný objemový a hmotnostní povrch, měřený veličinami S_v a S_M . Pro vlákna kruhového tvaru o poloměru R dostaneme v tento výraz

$$S_M = S_v/R = 2/R_p \quad (5)$$

což pro průměry nanovláken 10, 100, a 1000 nm dává pro S_v tyto hodnoty $S_{v10} = 2 \cdot 10^8 \text{ m}^{-1}$, $S_{v100} = 2 \cdot 10^7 \text{ m}^{-1}$, $S_{v1000} = 2 \cdot 10^6 \text{ m}^{-1}$. 1000 nm nanovlákna mají vzhledem 10 nm nanovláknům pouze 1% objemového měrného povrchu. Je to právě mimo jiné i velký měrný povrch, který činí nanovlákna pro výzkum přitažlivá.

Teoretické představy

Významnou strukturní vlastností nanovláken je jejich velký měrný povrch, tj. povrchová část tvoří podstatný díl jejich objemu. S povrchem souvisejí povrchové

elektronové stavy, které jsou určující vytvářející jejich nejrůznější elektronické vlastnosti, jako jsou kontaktní potenciály, P-N přechody, případně jejich elektroluminiscenční vlastnosti, [1], [2].

Povrchy určují také adsorbční vlastnosti, důležité pro katalytická a adhezní vlastnosti.

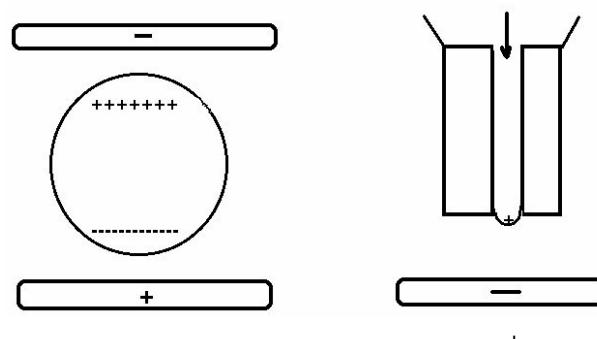
Teoreticky zpracovat jiné způsoby přípravy nanovláken kromě zvlákňování elektrostatickým polem je velmi obtížné. Pro elektrostatické zvlákňování bylo učiněno několik pokusů vytvořit elementární teorie poskytující kvantitativní vztahy. Uvedeme základní myšlenky některých z nich.

Tyto skutečnosti jsou nezávislé na technologii přípravy nanovláken. Pro výrobu jsou žádoucí pak takové technologie, které poskytují vysokou produktivitu. V tomto smyslu jsou výhodné technologie, které zpracovávají vláknové prekurzory, kterými jsou lineární polymery. Ty se dají ještě tokem i jinak dále orientovat a paralelizovat, čímž se vytvářejí výhodnější podmínky k zvlákňování polymerů. Polymery se dají zvlákňovat jednak z roztoků a jednak z taveniny. Obě techniky se užívají i k tvorbě nanovláken. Nejrozšířenější je v současnosti zvlákňování polymerů v nanovlákna působením elektrostatického pole. I když působení elektrostatického pole na kapalinové objekty pochází již z let 1745, působení elektrického pole na kapaliny s možností tvorby nanovláken dal patentovat až v letech 1934 až 1944 A. Formhals, [16], [12].

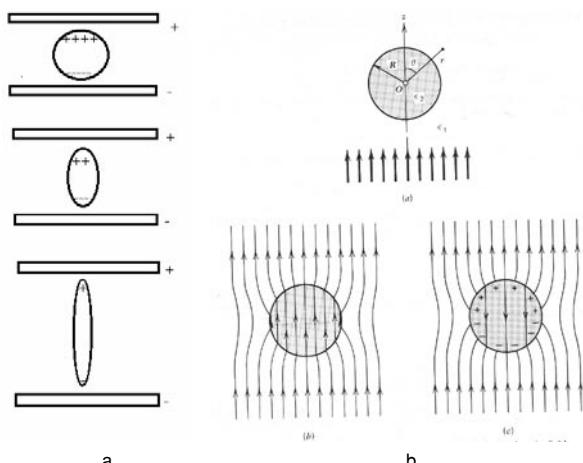
Důležitost zvlákňování nanovláken v elektrostatickém poli potvrzuje i nedávno vydaná knižní publikace, [7] v roce 2005 spolu s uvedením mechanismu jejich tvorby a druhá část se zabývá vlastnostmi a využitím nanovláken.

Podívejme se na působení homogenního elektrostatického pole na kulovou kapku polymerové tekutiny a na polokulovou část tekutiny, vystupující ze zvlákňovací trysky průměru $2r$ (obr.1).

Působí-li elektrostatické pole na kapku nebo kulový vrchlík tekutiny, dojde k jejich protahování až do konečného útvaru, kterým je nanovlákno. Je-li otvor zvlákňování trysky velikosti $1\mu\text{m}$, pak po již malém protažení kulového vrchlíku dostáváme nanovlákna. Působením se kulička případně polokoulička protahují, jak je naznačeno v obr.2 až do konečného tvaru nanovlákn.



Obr. 1 Kapka tekutiny a polokulový útvar v elektrickém poli



Obr. 2 Vliv elektrostatického pole na kapku tekutiny (a) a deformace pole přítomností dielektrika (b)

Je-li kulička průměru $1\mu\text{m}$, je možné přeměnit její objem na 100 nm nanovlákno délky $133\text{ }\mu\text{m}$ a na nanovlákno 10 nm délky $13,3\text{ mm}$. Výhodou polokuličky na konci trysky je, že vlákno vytažené elektrostatickým polem může být nekonečné.

Za předpokladu, že zvláčkovaná tekutina má polarizovatelnost α , povrchové napětí γ a součinitel dynamické viskozity η , je síla působící na kulový vrchlík F tvaru

$$F = 4\pi\alpha R^2 E^2 - 2\pi R\gamma - 2\pi\eta rL \quad (6)$$

kde R je poloměr kuličky, r poloměr nanovlákna a E intenzita elektrického pole. Je-li modul kapaliny E_Y , lze určit maximální délku nanovlákna o poloměru r užitím vztahu [24]

$$\Delta L_{\max} = 4(2\alpha RE^2 - \gamma - 2\pi\eta rL/R)/E_Y \quad (7)$$

Pro vyšší teploty lze činitele η a γ ve vztazích (6) a (7) zanedbat a pro protahovací sílu nanovlákna F a jeho maximální délku ΔL_{\max} způsobené elektrickým polem o intenzitě E získat zjednodušené výrazy pro sílu F a protážení vlákna ΔL_{\max} , [24]

$$F = 4\pi\alpha R^2 E^2 \quad (8)$$

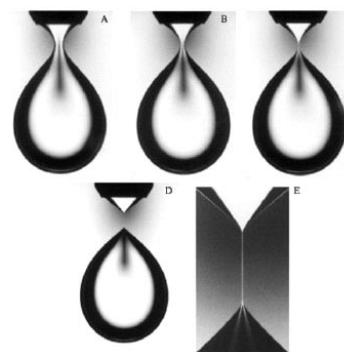
$$\Delta L_{\max} = 8\alpha R E^2 \quad (8a)$$

Oba výrazy silně závisejí na intenzitě elektrostatického pole, která je rozhodujícím vnějším působením na tvorbu nanovláken, na poloměru kapičky a polarizovatelnosti zvláčkované kapaliny, jak bylo ukázáno v [24], což jsou vlastnosti zvláčkovaného materiálu.

Síla F působí na záčátek tvořícího se nanovlákn. Označme-li hmotnost počátku základní jednotky nanovláknna m a polarizovatelnost této části vlákna α' , pak pohybová rovnice této části vlákna bude mít pro zvýšené teploty tvar

$$m \frac{d^2r}{dt^2} = 4\pi\alpha' R^2 E^2 \quad (9)$$

a hmotný element počátku vlákna m se bude pohybovat přímočarým pohybem rovnoměrně zrychleným.



Obr. 3 Vytváření nanovláken z kapek tekutiny

Z obr. 2 je vidět, že původní homogenní pole se působením kapky deformuje a stává se nehomogenním a řešení jednoduché rovnice (9) se komplikuje. Jak se vytvářejí nanovláknka z kapek tekutiny působením tíže znázorňuje obr. 3

Fyzikální principy tvorby nanovláken jsou v odkazu [25]. Oddělování kapek tekutiny od objemu tekutiny z kapiláry jsou studovány v práci [26]. V práci [27] byl sledován vliv polarity elektrického pole mezi tryskou a kolektorem na průlezové obrazce a poloměr vláken. Pro kladně nabité trysku a záporně nabité kolejek jsou štěpné části vláken a jejich poloměr větší než při obrácené polaritě. Polarita elektrického pole je dalším technologickým parametrem zvláčkovaní technologie nanovláken.

Nanovláknka svou vysokou hodnotou měrného objemového povrchu, vytvářejí na povrchu povrchové Tammyovy hladiny a nabíjejí se podle okolnosti kladně nebo záporně a vytvářejí tak elektrey [2]. Je-li lineární hustota náboje σ , je intenzita el. pole E v okolí vlákna určena výrazem $E = \sigma/2\pi\epsilon r$, kde ϵ je permitivita vlákn, r vzdálenost od jeho osy, [30]. Jeli vlákno kladně nabité, odpuzuje kladně nabité částice a záporně nabité přitahuje a naopak. Neutrální částice pak také přitahuje v důsledku elektrostatické indukce.

Mechanické vlastnosti nanovláken

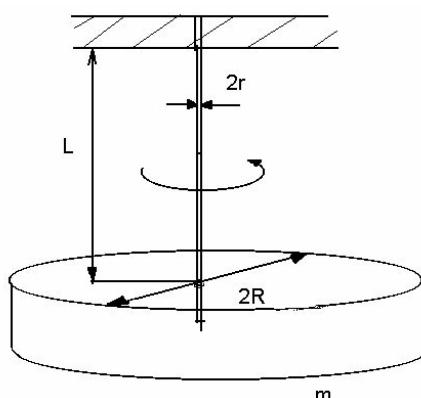
V mnoha případech se zajímáme o mechanické vlastnosti nanovláken, ať již jde o jejich moduly, pevnosti, tažnosti a z nich odvozené vlastnosti jako je ohebnost a další.

Modul pružnosti v tahu je možné měřit z průhybu vláken užitím upraveného vztahu (2), takže

$$E = FL^3/64Sr^4 \quad (10)$$

Lze jej také měřit přímo na nanotrhačce vhodné konstrukce.

Modul pružnosti G ve smyku (torze) je možné měřit na torzním válcovém nanokyvadle z doby kmitu T , jehož podstatu ilustruje obr. 4, užitím vztahu, [19]



Obr. 4 Podstata torzního kyvadla

$$G = 4m L R^2/T^2 r^4 \quad (11)$$

kde m je hmotnost válcového disku kyvadla, R jeho poloměr, L délka závěsného vlákna, T doba kmitu, r poloměr měřeného vlákna.

Stočíme-li kruhový disk zavěšený na vlákně o úhel φ působením momentu síly M , je možné určit G úpravou vztahu (1) na

$$G = (\pi/2) r^4 \varphi / LM \quad (12)$$

Základem pro torzní váhy je torzní kyvadlo, kterým je možné určovat nejen modul G , ale i součinitel tlumení vlákna a , dekrement tlumení a logaritmický dekrement α z těchto hodnot a spolu s přídavným zařízením akustické emise (ENV), [2], [30], [33] usuzovat na strukturní kvalitu vláken.

Podle teorie pevnosti látek, [1], [2] dosahují teoretické pevnosti látky krystalické bez poruch. Čím je menší objem látky, tím je pravděpodobnost výskytu poruch nížší a u vláken jako jsou viskry minimální. Čekali bychom podobný vliv i u nanovláken. Ten je skutečností jen u látek krystalických. U částečně amorfních látek jako je tomu o polymerových nanovláken, nelze očekávat jejich velké pevnosti. Výjimku činí grafitická nanovlákna a grafenové nanotubulky, kde jde o vlastnosti bazálních rovin grafitu, [2], s vysokou pevností.

Povrchové vlastnosti

Velké hodnoty měrného objemového a hmotnostního povrchu vytvářejí z nanovláken látky povrchově velmi aktivní. Polymerová nanovlákna jsou izolanty se zaplněným valenčním pásem a volným pásem vodivostním. Přítomné poruchy v polymerech, vytvářejí v zakázaném pásu hladiny poruch, které mohou být zodpovědné za luminiscenci (fotoluminiscenci, termoluminiscenci, elektroluminiscenci aj.), fotovodivost a další, [2]. Vzhledem k tomu, že sám povrch je velkou univerzální poruchou, hrají v nanovláknech silnou úlohu povrchové Tammovy hladiny. Ty jsou pak nositeli takových vlastností jako je povrchový náboj, silný triboelektrický jev, adhezní vlastnosti, adsorpční

vlastnosti, elektretový jev a další. Povrchové hladiny umožňují vytvářet elektronické diody, transistory a jiné elektronické prvky, [2].

Význam povrchů ve fyzice kondenzovaných látek je tak velký, že byly zpracovány četné monografie fyziky povrchů, jak o tom svědčí např. [28], [29]. Jsou proto nanovlákna také potenciálními prvky pro konstrukci vláknové elektroniky. Nanovlákna grafitová a grafenové trubičky mohou být dokonce i supravodivé.

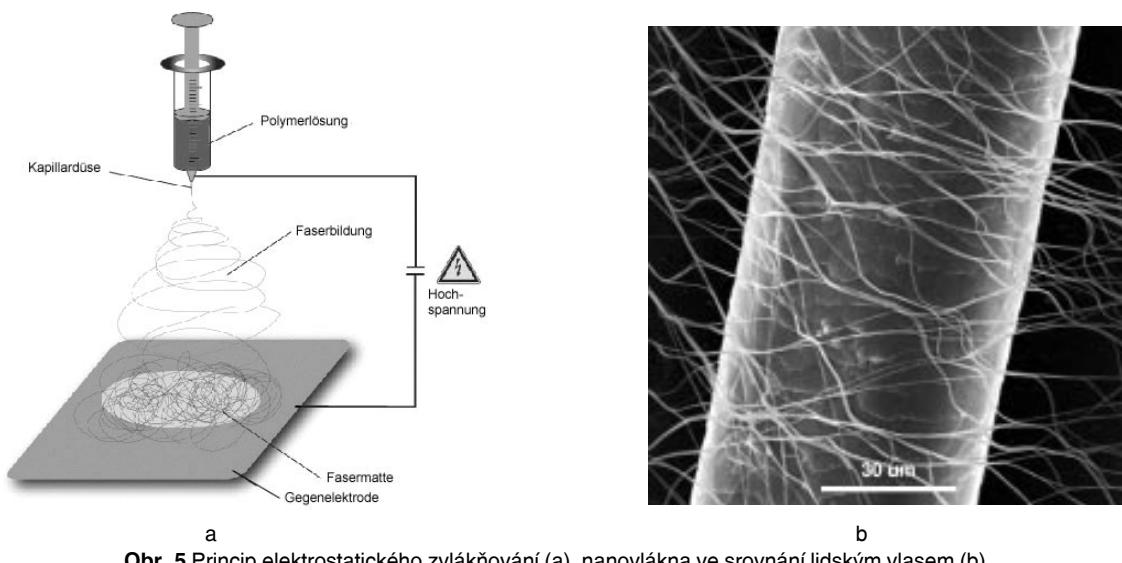
Technologie

Přes všechny teoretické úvahy o nanovlánech, nejdůležitější je technologie jejich přípravy. Ve vývoji nových materiálů předbíhala obvykle technologie přípravy jejich teorii. Nové technologie mohou vznikat empirií, intuitivitou nebo na základě teorie. Jako příklady lze uvést technologii oceli a rozvoj textilního průmyslu. Obě technologie vznikaly dálno před tím, než vznikla jejich teorie. Podobně je tomu i s nanovláknami pouze s menším odstupem.

Prvním pozorováním vzniku tenkých vláken je při odkapávání poměrně velké kapky z malých otvorů, kdy gravitace urychlí rychlý pád kapky a vytvoří se tenké vlákno (viz obr.3). Nahrazením gravitace působením elektrického pole je možné tento proces lépe řídit. Další technologií tvorby nanovláken byly přípravy viskrů v parách plynu. Za příklad může sloužit vznik grafitových viskrů na svíčkách spalovacích motorů. Zdánlivě jednoduchá technologie tvorby nanovláken působením gravitační síly F padající kapky má jedinou proměnnou k řízení procesu, a to hmotnost padající kapky, která se řídí poměrně obtížně. U elektrostatického zvlákňování je působící síla na kapku úměrná podle vztahu (8) polarizovatelnosti periodické části strukturní jednotky polymerové části materiálu kapky, což je konstanta, čtverci poloměru kapky R , a čtverci intenzity elektrického pole, což umožňuje citlivou regulaci technologie. Rovněž regulace tvorby nanovláken podobně jako u viskrů je velmi obtížná. Jeví se tedy příprava nanovláken z tekutin polymerů řízená elektrickým polem dosud jako nejvhodnější.

Elektrostatické zvlákňování nanovláken

I když byla technologie zvlákňování nanovláken v elektrostatickém poli zpracována vyčerpávajícím způsobem do roku 2004 se 160 citacemi, je třeba uvést i v tomto příspěvku nejdůležitější z nich a chybějící doplnit, [16]. Zatím nejrozšířenější je příprava rouniny (netkané textilie) zvlákňováním přímo z polymeru (spunbonding) nebo zvlákňováním rozstřikováním z taveniny (melt blowing). Připojením elektrostatického pole do dloužícího pochodu vzniká technologie elektrostatické tvorby nanovláken. Na několika schematických obrázcích videt podstatu elektrostatického zvlákňování. Význam působení elektrostatického pole spočívá



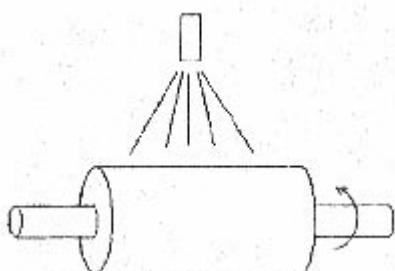
Obr. 5 Princip elektrostatického zvlákňování (a), nanovlákna ve srovnání lidským vlasem (b)

v urychlení dloužení vláken až do nanorozměrů.

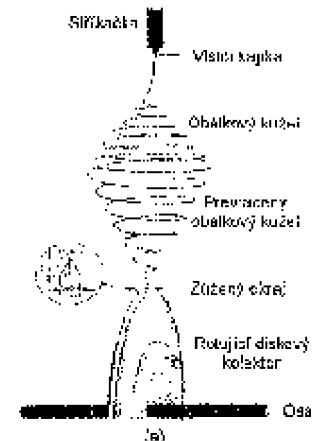
Jako ilustrativní obrázek podstaty elektrostatického zvlákňování je obr. 5a z [2]. Elektrostatické pole je připojeno mezi kovovou zvlákňovanou tryskou a protilehlou elektrodou, na kterou se ukládají vytvořená nanovlákná (kolektor). Elektrostatické pole se uskutečňuje připojeným vysokým napětím. Elektrodě může předcházet transportní zařízení vlákkenné vrstvy, sběrač (kolektor) vláken. Porovnání nanovláken s lidským vlákem je na obr. 5b.

Z nanoútváru jsou zvláště pro účely textilní velmi důležitá nanovlákná, která jsou snadno barvitelná, velmi ohebná a tedy svou jemností velmi přijemná ve styku s pokožkou, kromě dalších výhodných vlastností pro technické účely.

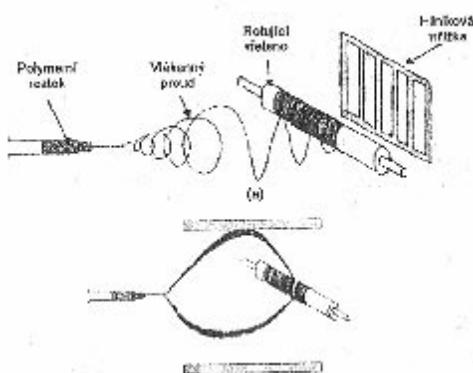
Z technologie na obr. 5a lze vytvářet nejrůznější obměny, a to v poloze tryska-protielektroda, která



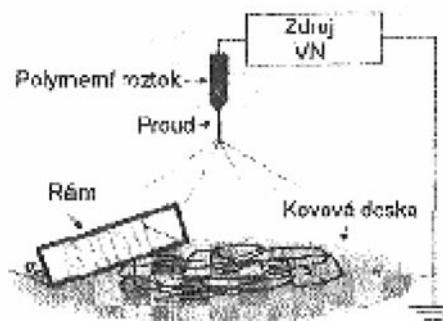
Obr. 6 Otáčivý kolektor



Obr. 8 Navíjení nanovláken na rámy



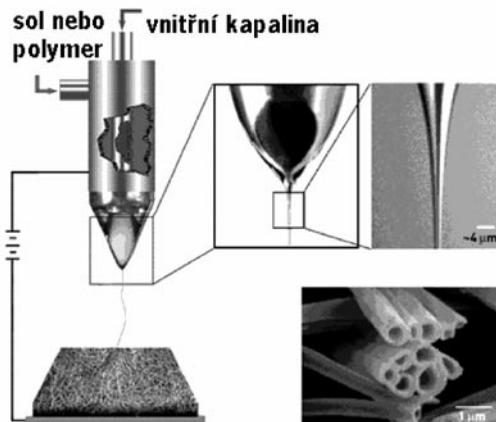
Obr. 7 Mřížková elektroda



Obr. 9 Působení víceelektrodotové soustavy

Tab. 1 Příklady polymerových materiálů pro nanovláka

roztoky		taveniny	
polymer	rozpuštědlo	polymer	provozní teplota °C
Polyamid 6.6,66	kyselina mravenčí	PE	200–220
PVA	destilovaná voda	PP	220–240
PMMA	aceton, chloroform	PA 12	220
polyvinylkarbazol	dichlorme	PET	270
polyethylenoxid	chloroform	PEN	290
polykarbonát	chloroform	PET/PEN	290
PAN	dimetylformamid		
PS	tetrahydrofuran		

**Obr. 10** Vytváření trubičkových nanovláken

může být horizontální, kolektor může být jak statický, tak pohyblivý, vlákna mohou být ukládána v rounu nebo navíjena jako monofil či příze, jak ukazují další obrázky. Na obr. 6 je otáčivý kolektor vláken, na obr. 7 užitím mřížkové elektrody dochází k paralelizaci vláken s navíjením monofilů. Navíjení monofilních vláken je možné provádět na zařízení s otáčejícím se kotoučovým kolektorem (obr. 8), nebo navíjením na rámy na obr. 9.

Byly vyvinuty i soustavy na tvorbu trubičkových nanovláken, jejichž podstata je na obr. 10.

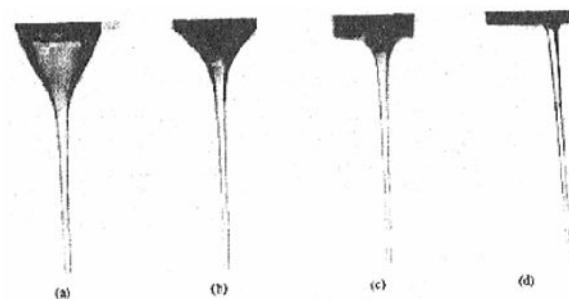
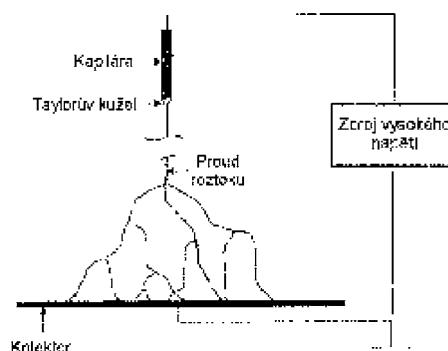
Jak ukázal pokus (obr. 11), [16] a potvrdila teorie, [24] vytváří se působením osové a radiální složky elektrického pole z polokulové kapky nejprve Taylorův kužel, který brání tvoření kapek a usnadňuje dloužení nanovláken.

V teoretických úvahách uvedených v [24] bylo ukázáno, že elektrostatické zvlákňování závisí na vlastnostech materiálů, a to na jeho polarizovatelnosti α , povrchovém napětí γ a viskozitě η , což jsou všechno veličiny molekulové struktury. Viskozitu η je snadno převést na technologické parametry, a to na hustotu částic v tekutině, délku makromolekul, jejich molekulové hmotnosti, stupně polymerace apod. Povrchové napětí odpovídá za vytváření kapek na vláknach a tzv. korálkový jev. Jejich vliv se dá potlačit zvýšenou teplotou (Eötvosův a Boltzmannův zákon), [22], [23].

Tvorbu nanovláken ovlivňuje i jejich výchozí materiál. Proto uvedeme v tab.1 příklady některých materiálů užívaných k tvorbě nanovláken. Rozsáhlejší výběr je uveden např. v [16].

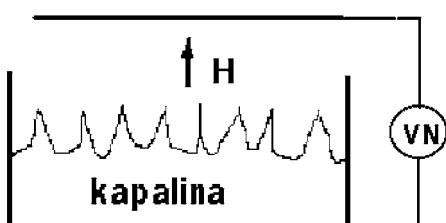
V tab.1 jsou uvedeny pouze polymerové materiály, a to aplikované v roztocích a v taveninách. Další podrobnější informace je pak možné nalézt také např. v [31].

I když se uvažovalo pouze působení homogenního elektrického pole, je zřejmé že působící pole je nehomogenní, což vede k nestabilitám soustavy a komplikovaným drahám ve šroubovicovém kuželu. Během procesu dochází také ke štěpení vláken

**Obr. 11** Vytváření a protahování Taylorova kuželes**Obr. 12** Štěpení vláken

(obr. 12). To jsou všechno problémy, které je nutné vyložit zdokonalenou teorií. Největší vliv na zvlákňování má elektrostatické pole, které je nutné považovat za homogenní a podle toho upravit i rovnice (6) až (9). Za nehomogenitu elektrického pole odpovídá geometrické uspořádání zvlákňovaní elektroda-kolektor. Volbu nehomogeneity elektrického pole lze dosáhnout různým uspořádáním vláken a kolektoru.

Zajímavým příspěvkem do technologie nanovláken vytvářením prekurzoru mohou být i magnetické kapaliny. Působením homogenního magnetického pole na tekutiny s disperzí magnetických částic, dojde k vytvoření jehlovitého povrchu obr. 13, [30]. Jehlovité útvary se pak dají dále dloužit v nanovlákna elektrickým polem.



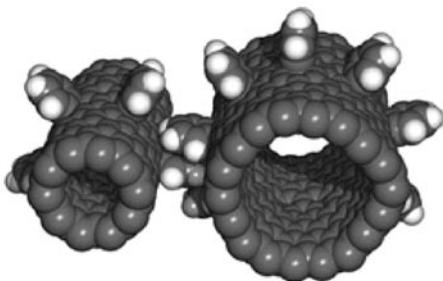
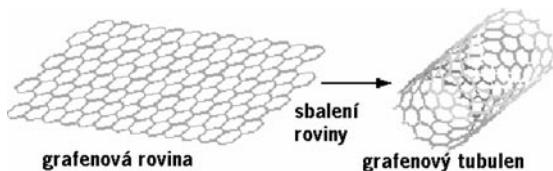
Obr.13 Vytváření jehlovitých útvarů na povrchu magnetické kapaliny intenzitou magnetického pole H

Je možné využít i elektrické analogie k magnetickým kapalinám.

Uhlíková nanovlákna

Uhlíková nanovlákna jsou jednak uhlíkové viskry, jednak uhlíková vlákna a grafenové nanotubuleny (GNT, grafenové tubuleny).

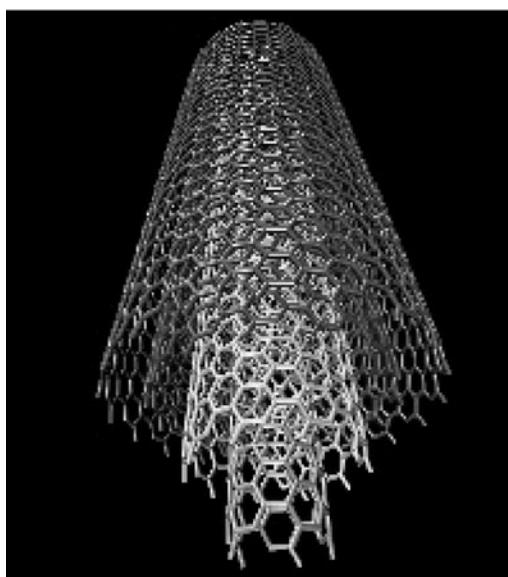
Již elektronová struktura uhlíku, [2] předurčuje uhlík k vytváření velkého počtu struktur, mezi jinými i organických. O uhlíkových strukturách viskrů byla zmínka již výše. Uhlíková nanovlákna lze tvořit reakcí v parách, grafitizací akrylonitrilových nanovláken vytvářením nanovláken z uhlíkových makromolekul polykumulenu a polynu s dvojnými a trojnými vazbami, [2]. To se podařilo zatím jen laboratorně ozařováním lasery. Největší zájem je však o vlákna se strukturou grafenových nanotubulek.



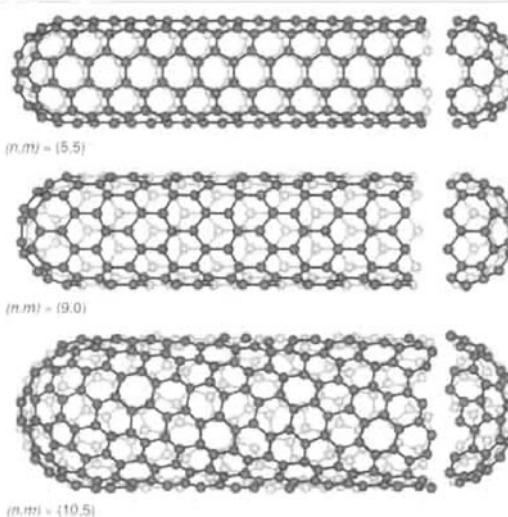
Grafenové nanotubuleny (GNT, grafenové tubuly)

Jednou významnou strukturu uhlíku tvoří i grafenové nanotubuleny, grafenové tubuleny, [2]. Jejich vývoj se datuje rokem 1991. Teoreticky je lze vytvořit sbalením bazální roviny struktury grafitu (grafenu) do trubičky, jak znázorňuje obr. 14. Jejich struktura je na obr. 14.

Technologie jejich přípravy jsou odvozeny od přípravy fullerenů. Nanotubuleny se připravují v parách CO za vysokých tlaků a teplot, vypařováním za působení pulzních laserů, chemickým ukládáním v parách a v obloku uhlíkových par. Připravují se buď jednoplášťové



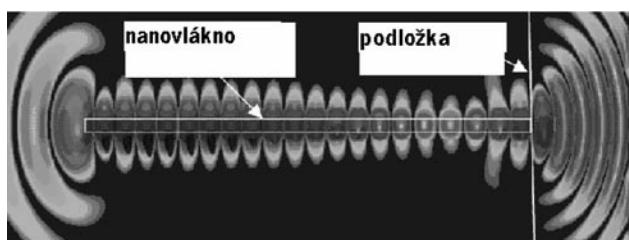
Obr. 15 Vytváření struktury více plášťových nanotubulek



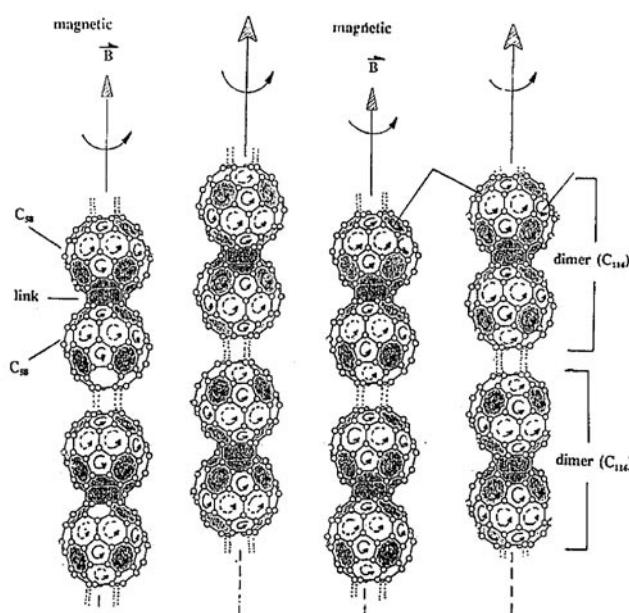
Obr. 14 Grafenové nanotubuleny

nebo víceplášťové souosé (obr. 15). Průměrná hodnota průměru nanotrubiček (NT) je kolem 1,5 nm a jejich dosud největší dosahované délky jsou kolem 7 mm. Mají však vysoké hodnoty mechanických vlastností modulů ~ 1TPa a pevnosti ~ 30GPa, což převyšuje hodnoty nejlepších ocelí.

Grafenové nanotubulky jsou středem zájmu fyziků, technologů, elektronických aplikátorů, neboť slibují převratná použití. Výzkumem nanotubulky se zabývá více než 200 předních světových laboratoří a výzkum se řadí do nanostruktur a nanotechnologií. Výzkum grafenových tubulů (nanotubulky) navazuje na objev fullerenů uzavřených uhlíkových molekul, z nichž nejznámější je fulleren C60 s tvarem fotbalového míče. Grafenové trubičky mají síť vytvořenou z uhlíkových šestiúhelníků vazbou sp^2 , [2]. Jejich kovalentní vazba činí grafenovou síť velmi pevnou a tím i pevné nanotubulky. GNT nanovlákná jsou středem zájmu současného výzkumu pro jejich univerzální vlastnosti a použití pro jejich mechanické, elektrické a optické vlastnosti s aplikacemi do konstrukcí počítačů. Jsou zprávy o vytváření nanolaserů (obr. 16). GNT nanovlákná mohou být za určitých podmínek i supravodivá.



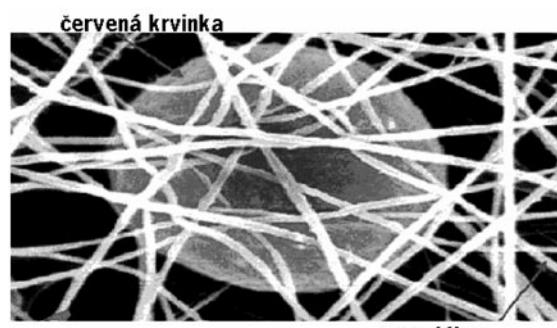
Obr. 16 Nanovláknový laser



Obr. 17 Fullerénové lineární polymery jako prekurzory pro fullerénová nanovlákná



Obr. 18 Elektretový záchranný čisticí filter na nanovláknách



Obr. 19 Záchranný čisticí filter na nanovláknách

Zvláštní pozornost do budoucnosti bude věnována fullerenovým nanovláknům, vytvořeným lineárními fullerénovými polymery, [2], [30].

Použití

Využití nanovláken je v současnosti a bude i budoucnosti vyhrazeno pro technické účely. Těžko si lze představit využití nanovláken stejně jako klasických textilií pro odívání. Zatím se nanovlákná aplikují v podobě rounových vrstev, které se využívají pro filtrační účely.

Lze jich využít jako elektretové filtry, jejichž účinnost lze srovnávat pouze s elektretovými vláknovými polypropylenovými filtry připravenými elektrickým výbojem na těchto folích, které se posléze štěpí a upravují ve vláknové vrstvy, [32].

Filtrů lze využít i k separaci buněk v mikrobiologii, k separaci disperzních částic tekutin apod. Filtrační schopnosti nanovláken jsou dány jejich velkým měrným povrchem a elektretovým působením na částice. Příklad filtračního účinku nanovláken vlivem elektretového jevu je na obr. 18, kde je vidět zachycení shluku částic na nanovlákně vlivem adsorpce. Filtrace červených krvinek na obr. 19

Kromě spletů nanovláken se vytvářejí i monofilní vlákna, z nich pak kabílky a příze. Jsou tedy připravovány podmínky i pro tvorbu nanotkanin a nanopletenin. Monofilní vlákna se mohou používat i v neurochirurgii a v nahradách buněčných tkání.

Adsorpce nanovláken se využívá v chemii ke konstrukci katalyzátorů.

Nanovlána lze v budoucnosti využívat je konstrukci elektronických prvků diod, transistorů a dalších prvků, [2]. Nanovlákná z vodivých polymerů bude možné využívat v biologických a genetických technologiích.

Daleko nejširší využití se jeví u GNT, kde se počítá i s využitím pro konstrukci počítačů. Nanovláknko GNT je také příkladem kvantového lineárního vodiče.

Grafenové tubuleny jsou perspektivní nádrže na vodík pro budoucí vodíkové spalovací motory, medicínu a jiné účely a počítá se s nimi pro konstrukci velkokapacitních akumulátorů elektřiny.

3. ZÁVĚR

Nanovlákná jsou relativně mladé a nové útvary. I když jejich historie sahá až do roku 1914, jejich moderní pojetí je možné položit do roku 1966, kdy byla připravena lehká nanovláknová rounina. K renesanci výroby nanovláken došlo až v 90.letech 20.století, [16]. Byly zjištěny jejich důležité povrchové vlastnosti, které slibovaly rozsáhlé aplikace téměř ve všech nanooborech. Dnes se výzkum nanovláken stává předmětem výzkumu, vývoje a využití ve všech laboratořích zabývajících se nanostrukturami. Jsou zprávy, že nanotubučky mohou být prekurzory konstrukce počítačů.

Věnováno památce dcery Magdičky

4. LITERATURA

1. Sodomka,L.: Fyzika kondenzovaných látek. I, II, III, Adhesiv Liberec 2002
2. Sodomka,L., Fiala, J.: Fyzika a chemie kondenzovaných látek s aplikacemi 1,2. Adhesiv Liberec 2003, 2004
3. Naj, D.: Fizičeskije svojstva kristallov. Mir, Moskva 1967
4. Sirotin, Ju. I., Šaškolskaja, M. P.: Osnovy kristallofiziki. Nauka Moskva 1975
5. Sodomka, L.: Fyzika pevných látek a polymerů. VŠST Liberec 1976
6. Sodomka, L., Sodomková, Mag.: Nobelovy ceny za fyziku. SetOut Praha 1997
7. Ramakrishna, S. et al.: An introduction to electrospinning and nanofibers. World Scientific Publisher 2006
8. Sodomka, L., Sodomková, Mag., Sodomková, Mar.: Kronika Nobelových cen I,II. Adhesiv Liberec 2002
9. Sodomka, L., Sodomková, Mag., Sodomková, Mar.: Kronika Nobelových cen. Knižní Klub Praha 2004
10. Sodomka, L.: Základy fyziky pro aplikace. Adhesiv, CD, Liberec 2005
11. Miltký, J.: Textilní vlákna, speciální vlákna. TU v Liberci, Liberec 2005
12. Miltký, J.: Nanovlákná, výroba, vlastnosti, použití. Textilie v novém tisíciletí. TU v Liberci, Liberec 2006
13. Lukáč, P.: Nanokrystaly. PMFA 38 ,1, 14, 1993
14. Miltký, J.: Nanočástice a jejich použití v textilních strukturách. Textilie v novém tisíciletí. TU v Liberci, 77, 2006
15. Grimsehl, E.: Lehrbuch der Physik. Band 1. 128-133, Teubner, Leipzig 1985
16. Růžičková, J.: Elektrostatické zvláčňování nanovláken. TU v Liberci , Liberec 2004
17. Schilling, H.: Festkörperphysik. VEB Fachbuchverlag Leipzig 1976
18. Unger, K., et al.: Festkörperphysik. Akademische Verlagsgesellschaft, Leipzig 1979
19. Sodomka, L.: Uhlíková vlákna, jejich struktura, technologie vlastnosti a použití. VZVŠST v Liberci, Ped. fakulta 1994
20. Bareš, R. A.: Kompozitní materiály. SNTL Praha 1988
21. Chwala, K. K.: Composite materials. Springer Verlag 1987
22. Moore, W. J.: Fyzikální chemie. SNTL Praha 1981. Adheze
23. Kellö, V., Tkáč, A.: Fyzikálná chémia. Alfa Bratislava 1969. Adhezia.
24. Sodomka,L.: Fundamental ideas for the nanofiber theory. Part I. Sborník 12. Mezinárodní conference STRUTEX, TU v Liberci 2005, s. 199
25. Lukáš, D., Torres, S.: Fyzikální principy elektrostatického zvláčňování. Sborník 12. Mezinárodní conference STRUTEX, TU v Liberci 2005, s. 9
26. Torres,S., Lukáš,D.: Detaching process of a liquid droplet from the capillary. Sborník 12. Mezinárodní conference STRUTEX, TU v Liberci 2005, str. 209
27. Torres,S., et al.: Effect of electrode polarity on electrospinning. Sborník 12. Mezinárodní conference STRUTEX, TU v Liberci 2005, s.203
28. Knorr, Z.: Úvodní úvahy aneb o významu studia povrchových jevů. Čs.Čas.Fyz 48 (3/4, 1998), s. 157
29. Wendorff,J.H.: Elektrospinnen von Nanofasern. http://www.unimarburg.de/Wendorff/F1_Elektrospinnen
30. Sodomka,L.: Základy fyziky pro aplikace . Adhesiv , Liberec 2005 na CD.
31. [www.google.com/nanofibers/carbon nanotube](http://www.google.com/nanofibers/carbon_nanotube)
32. Sessler, G.M.: Electrets. Springer Verlag . Berlin, Heidelberg 1987, kap.7.4, str. 367
33. Sodomka, L.: Application of acoustic emission to the evaluation of mechanical properties of textile fabrics. Sborník 12. Mezinárodní conference STRUTEX, TU v Liberci 2005, s. 193

Received : May 2006

ŠTRUKTÚRA A BARIÉROVÉ VLASTNOSTI PP VLÁKIEŇ MODIFIKOVANÝCH NANOADITÍVAMI

II. Bariérové vlastnosti vlákien modifikovaných nanoaditívami

Dulíková M., Ujhelyiová A.

*Fakulta chemickej a potravinárskej technológie, STU v Bratislave,
Radlinského 9, 812 37 Bratislava, Slovenská republika, e-mail:maria.dulikova@stuba.sk*

1. Úvod

Súčasný vývoj chemických vlákien a textilných materiálov smeruje k príprave inteligentných materiálov, ktoré s riadenými unikátnymi vlastnosťami umožňujú aktívnu ochranu a zabezpečenie komfortu človeka aj v extrémnych podmienkach. Intelligentné textílie a odevy sú definované ako textílie, resp. časti odevu, ktoré na základe zmeny farby, tvaru a ďalších vlastností sú schopné monitorovať zdravotné funkcie človeka. Cieľom prípravy takýchto materiálov je tvorba moderných textilných technológií zahŕňajúcich výrobu vlákien, tkanie, pletenie a konečné procesy.

Jedným z krokov prípravy intelligentných textílií je príprava modifikovaných syntetických vlákien so špeciálnymi vlastnosťami využitím funkčných nanoaditív. Modifikáciou vlákien funkčnými aditívami je možné pripraviť vlákna a následne textilné materiály s riadenou štruktúrou na nadmolekulovej a makromorfologickej úrovni, špeciálnymi fyzikálno-mechanickými vlastnosťami, bariérovými vlastnosťami voči UV žiareniu, elektrickou vodivostou a termoregulačnými vlastnosťami.

2. Bariérové vlastnosti vlákien a textílií

V poslednom období sa veľká pozornosť venuje hlavne bariérovým vlastnostiam textílií voči UV žiareniu. Bariérové vlastnosti voči UV žiareniu je možné vo všeobecnosti definovať ako odolnosť textilných materiálov voči prieniku UV žiarenia na pokožku človeka.

Literárne poznatky z tejto oblasti ukazujú, že pozornosť sa sústredí hlavne na fyzikálny aspekt bariérových vlastností vlákien používaných na výrobu textílií (t.j. konštrukcia textílie, povrchové úpravy atď.). Relatívne málo je rozpracovaný vplyv molekulovej, nadmolekulovej a morfologickej štruktúry na UV absorpcnú kapacitu, ako aj rôznych typov vlákien, aditív, optických zjasňovačov a pod., [1].

Poškodenie ozónovej vrstvy umožňuje UV žiareniu bez obmedzenia negatívne pôsobiť na človeka. Intenzita UV žiarenia sa môže výrazne obmedziť použitím

vhodného odevu s účinnou konštrukciou textilného materiálu, resp. za použitia modifikovaných vlákien s bariérovými vlastnosťami voči UV žiareniu.

2.1. Charakteristika UV žiarenia

UV žiarenie nepriaznivo pôsobí na viaceré materiály, dochádza k starnutiu, zmene farby a štruktúry. Z tohto dôvodu je veľmi dôležité poznanie nepriaznivých účinkov UV žiarenia a ochrana materiálov pred týmito účinkami.

UV žiarenie sa delí na:

- UV žiarenie typu A (vlnová dĺžka od 315 nm do 400 nm) je s ohľadom na fyziologické účinky najmenej nebezpečné. V rozumnom množstve je pre ľudské telo potrebné, napomáha pri tvorbe vitamínu D, zvyšuje odolnosť proti patogénnym baktériám,
- UV žiarenie typu B (vlnová dĺžka od 290 do 315 nm) je oveľa nebezpečnejšie ako žiarenie typu A, pôsobí najmä na pokožku a spôsobuje zápal kože,
- UV žiarenie typu C (vlnová dĺžka od 100 do 290 nm) je karcinogénne a veľmi škodlivé pre všetky živé organizmy.

Zo slnečného žiarenia dopadnú na zemský povrch v značnej miere len viditeľné svetlo a žiarenie UV-A a UV-B. UV-C žiarenie je plne absorbované kyslíkom vrchnej stratosféry alebo mezofréry, ako aj ozónovou vrstvou.

2.2 Ochrana pred UV žiareniom

Kedže sa často zdržiavame vonku na slnku, je potrebné sa chrániť pred UV-žiareniom. Pri nadmernom pôsobení UV žiarenia na človeka je možné pozorovať tvorbu vitamínu D₃, hnednutie a starnutie pokožky, solárnu dermatitídu, ochorenie očí až rakovinu kože. Z tohto dôvodu je potrebné chrániť pokožku vhodným odevom.

Pri dopade UV žiarenia na textiliu je možné pozorovať a definovať rôzne fyzikálne dej:

- odraz, bez infiltrácie a prieniku do textilného materiálu,
- absorbcia textilným materiálom – najmä u hustých a ľahkých textilných látok,
- prieplustnosť cez textil – spojená s rozptylom.

V prvých dvoch prípadoch nedopadá UV žiarene na pokožku, v poslednom prípade sa UV žiarene vo väčšej alebo menšej miere dostáva na povrch pokožky. Každý odev nás bezpodmienečne nechráni pred UV žiareniom. Oblečenie ponúka len čiastočnú a obmedzenú ochranu pred UV žiareniom. Napr. bavlna absorbuje podiel žiarenia UV-B horšie, ako napr. tkaniny z polyesteru. Pranie oblečenia pracími prostriedkami obsahujúcimi tzv. optické zjasňovače, sa ukázalo ako veľmi výhodné, pretože tieto látky disponujú dobrou absorpciou UV žiarenia.

Miera ochrany a preniknutia UV žiarenia cez tkaninu, resp. pleteninu určuje kvalitu ochrany pred slnečným žiareniom. Kvalita ochrany závisí od použitého vlákna (typ, jemnosť, prierez, farba atď.), konštrukcie textílií (hrúbka textilného plošného materiálu, hustota osnovnej a útkovej dostavy, typ väzby atď.) a zošľachťovania, [2].

Mieru ochrany tkanín pred slnečným žiareniom udáva ochranný slnečný faktor (SPF = Sun Protection Factor). Udáva, koľkokrát dlhšie môže človek chránený textíliou zostať na slnku, kým nedôjde k sčervenaniu kože. SPF faktor môže byť určený pomocou tzv. in vivo- alebo in vitro-metódy. Pri in vivo metóde sa robí test, pri ktorom je vybraná osoba pokrytá nejakou textíliou a vystavená svetelnému zdroju, ktorého spektrum je podobné spektru slnečného žiarenia. Merania touto metódou sú veľmi nákladné a nie sú adekvátné na určenie SPF faktora (vývoj ochrany textílií pred slnkom). In vitro-metóda sa zakladá tiež na meraniach na človeku. Testovaná osoba je ožiarená monochromatickým svetlom, a potom sa meria, aká vlnová dĺžka je potrebná pri vyžarovaní lúčov, kedy sa prejaví sčervenanie kože (vzniká erytém). Určí sa tak pôsobenie erytému od svetla pri určitej vlnovej dĺžke. Je to recipročná hodnota tejto kritickej dávky. Pôsobenie erytému je tiež proporcionálne k škodlivosti. Dá sa odvodiť, že svetlo o vlnovej dĺžke 290 nm je 1000-krát škodlivejšie ako svetlo vlnovej dĺžky 340 nm.

Pri odevoch s UV ochranou, kvôli integrovanej funkčnosti pre nositeľa, sa uvádzajú „funkčná UV ochrana“. Pri zabezpečovaní maximálnej ochrany proti UV žiareniu by samozrejme nemalo dôjsť k úplnej izolácii od prirodzeného UV žiarenia. Odevy s funkčnou ochranou sú odevy, ktoré odfiltrujú podiel prirodzeného UV žiarenia, ohrozujúceho zdravie človeka. Predstavujú účinné preventívne opatrenie hlavne pre ľudí, ktorí sa často zdržiavajú na slnku či už z pracovných dôvodov alebo vo svojom voľnom čase.

V Austrálii i v niektorých ďalších krajinách vstúpili do platnosti normy stanovujúce prípustný limit UV žiarenia prepúštaného odevou textíliou. Jeho dodržiavanie sa osobitne sleduje u pracovných odevov určených na vonkajšie použitie. Ochranný faktor stanovený ako UPF voči UV žiareniu by podľa noriem mal byť 40+. Avšak v Európe ešte neboli UPF – UV ochranný faktor specifikovaný, [3].

UPF je definovaný nasledovne:

$$\text{UPF} = \frac{\sum_{\lambda=290}^{340} E_\lambda \times S_\lambda \times \Delta\lambda}{\sum_{\lambda=290}^{340} E_\lambda \times S_\lambda \times T_\lambda \times \Delta\lambda}$$

kde E_λ je spektrálna intenzita žiarenia ($\text{W}/\text{m}^2 \cdot \text{nm}$), S_λ je spektrálna relatívna biologická účinnosť, T_λ je spektrálna prieplustnosť chrániacej zložky – textilnej tkaniny a $\Delta\lambda$ je rozsah vlnových dĺžok.

Na základe hodnoty UPF sa v literárnych odkazoch uvádzajú rôzne delenie tkanín s ohľadom na ich bariérové vlastnosti. Napríklad podľa štandardných hodnôt uvádzaných Austráliou a Novým Zélandom sa tkaniny delia nasledovne:

- | | |
|-------------|---|
| • UPF <20 | tkanina nemá žiadne ochranné vlastnosti |
| • UPF 21–30 | slabé ochranné vlastnosti |
| • UPF 32–40 | stredné ochranné vlastnosti |
| • UPF 41–50 | dobre ochranné vlastnosti |
| • UPF >50 | veľmi dobré ochranné vlastnosti |

2.3 Prostriedky chrániace pred UV žiareniom v bariérových textíliach

Aby splňali textílie vhodné bariérové vlastnosti, ktoré sa od nich vyžadujú, je potrebné do nich aplikovať látky zabezpečujúce ochrannú funkciu. S ohľadom na používané techniky sa v súčasnosti tieto prostriedky aplikujú do vláken ako aditíva (nanoaditíva) alebo nánosom vo fáze zošľachťovania textílií. V oboch prípadoch sa vyžaduje, aby textílie po úprave zachytávali minimálne 80–90 % UV žiarenia. Podstata ochrany ľudského tela pred UV žiareniom spočíva buď v absorpcii tohto žiarenia alebo v rozptýlení pred kontaktom s ľudskou kožou.

Prieplustnosť UV žiarenia textíliami je určená prechodom cez miesta medzi vláknami, ako aj prechodom cez vlákna, čiže to závisí od typu vlákna a konštrukcie tkaniny. Z toho vyplýva aj viac možností zníženia prieplustnosti žiarenia cez tkaninu, napr. vhodne navrhnutou konštrukciou tkaniny, použitým vláknom a pod. Textília, ktorá by mala zabezpečovať čo najmenšiu prieplustnosť UV žiarenia, by mala obsahovať čo najmenší voľný priestor (objem) medzi vláknami tvoriacimi tkaninu. Z hľadiska fyziológie a komfortu nosenia by takéto textílie nespĺňali požadované vlastnosti. Ďalšou možnosťou zníženia prieplustnosti UV žiarenia je príprava vláken s aditívami, ktoré zabezpečujú absorpčné, resp. reflexné vlastnosti textílie, napr. pigmenty, TiO_2 a pod. Je možné ich rozdeliť na:

- UV absorbéry (svetelné stabilizátory polymérov) na báze organických látok, ktorých absorpčné spektrá ležia v rozsahu UV-B lúčov, najčastejšie sú to aromatické zlúčeniny rôznych molekulových hmotností,
- UV rozptyľujúce, odrážajúce aditíva sú pôvodom anorganické látky malých častíc s veľkosťou

v nanometroch, napr. TiO_2 , ZnO , CaCO_3 , BaSO_4 , Mg(OH)_2 , Al(OH)_3 .

Ako UV absorbéry sa používajú aromatické zlúčeniny obsahujúce benzénové jadrá s absorpciou predovšetkým UV-B lúčov. Absorbované žiarenie je absorbované vo forme vibračnej energie, ktorá jej zmení molekulovú štruktúru, t. j. vytvorí väzbu medzi fenolickou hydroxidovou skupinou a susednou karbonylovou skupinou v zlúčenine. Následne dochádza k vyžiareniu tepelnej energie a molekula UV absorbéra sa vráti do pôvodného stavu. Používané UV absorbéry sú obyčajne na báze kyseliny salicylovej, benzofenonu a benzotriazolu.

Látky odrážajúce UV žiarenie sú väčšinou na anorganickej báze (napr. TiO_2), ktoré toto žiarenie nielen rozptylujú, ale aj absorbijú. Pri príprave špeciálnych typov textilií, ako sú slnečníky, drapérie, záclony a pod., sú často povrchovo pokované za účelom odrazu UV žiarenia všetkých typov. Do polymérov sa ako aditíva odrážajúce UV žiarenie používajú predovšetkým keramické prášky s vysokým indexom lomu. K maximálnemu rozptylu dochádza pri použití častic s veľkosťou rovnajúcou sa vlnovej dĺžke dopadajúceho žiarenia.

S ohľadom na pohlcovanie UV žiarenia je najvhodnejší ZnO , ktorý prakticky neprepúšta lúče s vlnovou dĺžkou od 300 do 370 nm a niečo menej účinný TiO_2 . Obe zlúčeniny sú tiež dostatočne odolné proti tepelnému žiareniu. Množstvo týchto látok sa vo vláknoch pohybuje až do 10 %. Niekedy sa keramický prach rozptyluje iba do jadra bikomponentných vláken (jadro – plášť), [4].

Zlepšenie ochrany voči UV žiareniu je možné dosiahnuť aj vhodnou konštrukciou textílie, resp. vhodným vyfarbením aj pri použíti klasických vláken. Čím je väčšia hustota usporiadania textílie, tým je vyššia ochrana proti UV. Je vhodnejšie použiť strižové priadze než hladký hodváb. Aj mechanické úpravy, ako je kalandrovanie a žehlenie, zamedzujú prenikaniu UV žiarenia. Z tohto hľadiska je výhodnejšie použitie tkanín, než pletenín. Tiež tmavé odtiene chránia proti UV žiareniu lepšie než svetlé odtiene, resp. biela farba. Bol zistený rozdiel v prieplustnosti UV žiarenia medzi čierou polyesterovou tkaninou (prieplustnosť pod 2 %) a bielou tkaninou rovnakej konštrukcie (prieplustnosť okolo 18 %) až o 16%, [4].

Ďalším zo spôsobov zníženia prieplustnosti textílií voči UV žiareniu je povrchová úprava textílií pomocou UV absorbérov alebo keramických častic. U polyesterových textílií sa využívajú látky typu benzotriazolu charakterizované schopnosťou väzby na vlákno. Využíva sa technika vysokoteplotného farbenia s koncentráciou 1 % UV absorbéra.

Bariérové vlastnosti modelových tkanín boli skúmané ako ochrana voči UV žiareniu pomocou absorpcnej schopnosti UV žiarenia vybraných typov polymérov a vláken obsahujúcich matovacie a optický zjasňovacie prostriedky.

Boli testované celulózové vlákna s dvomi povrchmi – matný a lesklý, polyamidové a polyesterové vlákna s matovacími a optickými zjasňovacími prostriedkami a modelové tkaniny jednoducho tkané z týchto uvedených vláken. Absorpčné vlastnosti vláken boli analyzované z hľadiska bariérových vlastností tkanín počas vystavenia UV žiareniu. Na hodnotenie bariérových vlastností tkaných tkanín počas UV radiácie boli použité dve metódy: metóda navrhnutá Vassilevou modifikovaná na oddelení Fibre Physics a UV-spektrofotometrická metóda merania indexu penetrácie UV žiarenia cez tkaninu, [1].

Metóda Vassilevovej, [5] je originálna metóda založená na hodnotení stupňa vyblednutia farebných tkanín farbených svetlocitlivými farbivami po vystavení UV žiareniu. Stupeň fotodestrukcie farbiva bol určený na základe zmien parametrov Kubelkovej-Munkovej rovnice (K/S) farbených referenčných textílií.

Spektroskopická metóda, [6] uvádzá slnečný ochranný faktor (SPF), ktorý umožňuje porovnať ochrannú kapacitu rôznych materiálov. Tento faktor sa používa v Európe a USA takmer od 50. rokov 20. storočia.

Ďalším parametrom charakterizujúcim bariérové vlastnosti textílií je UPF faktor, faktor ochrany pred UV žiareniom (vid. 2.2.). Podľa použitých metód možno povedať, že len spektroskopické metódy nám dovoľujú vysloviť nepochybne závery o bariérových vlastnostiach tkanín. Metóda navrhnutá Vassilevou s akceptovaním predpokladu, ktorý zjednodušuje tvrdenia a s použitím šedej stupnice, dovoľuje len kvalitatívne hodnotenie vplyvu rôznych faktorov na bariérové vlastnosti. V prípade tkanín s porovnatelnou hrúbkou a hustotou tkania vyrobených z rôznych typov vláken sa UPF faktor pohybuje od 4 do 17. Včlenenie matovacích činidiel do vláken spôsobuje zvýšenie UPF faktora (UPF je 4 a 29). Zlepšenie bariérových vlastností skúmaných vláken sa dosiaholo pridaním optických zjasňovačov do vláken. Podstatné zvýšenie bariérových vlastností bolo získať u všetkých tkanín vyrobených z celulózových vláken a polyesterových vláken (UPF nad 200). Avšak, pri tkaninách zo štandardného polyamidu obsahujúceho optické zjasňovače došlo k poklesu bariérových vlastností. Polyamidové vlákna vyrobené z mikrovláken s optickými zjasňovačmi dosahujú UPF hodnoty korešpondujúce s najvyššou hodnotou (UPF = 79), [1].

Na základe hodnôt UPF získaných pre polyesterové tkaniny s rôznou hustotou a hrúbkou je možné konštatovať, že z týchto dvoch štruktúrnych parametrov tkaniny má hrúbka väčší vplyv na bariérové vlastnosti tkanín, ale rozdiely sú relatívne nevýrazné.

Podakovanie: Publikovaný príspevok vznikol za finančnej podpory projektov APVV-20-011404 a VEGA 12475/05 (VEGA 926-FCHPT).

3. LITERATÚRA

1. Alvarez, J., Lipp-Symanovicz, B.: Examination of the absorption properties of various fibres in relation to UVradiation. *AUTEX Research Journal* 3 (2) 2003, p. 72–77
2. Hilfiker, R., Kaufmann, W., Reinert, G., Schmidt, E.: *Text. Res. J.* 66, (2)1996, p. 61–70
3. Hanke, D., Altmeyer, P., Böhringer, B., Schindler, G., Schön, U., Klotz, M. L.: UV protection by textiles. *Chemical Fibres International* 47, 1997, p. 130
4. Lizák, P., Militký, J.: Technické textílie. Nadácia pre rozvoj textilného a vysokoškolského vzdelávania, Ružomberok 2002, p. 244–245
5. Vassileva, V., Bulgarian Patent Application (2001)
6. Zimnicki, J., Kazmierska, M.: Dyes as a barrier to UV radiation. Part 2. „Objective assessment of protective properties of fabrics“. Barwniki. Srodki pomocznice [in Polish], 2000

Received: August 2006

SÚČASNÝ STAV POSUDZOVAJANIA ZHODY, CERTIFIKÁCIE A VÝKONU INŠPEKCIE TEXTILNÝCH A ODEVNÝCH VÝROBKOV V SKTC-119

SKTC-119 VÚTCH-CHEMITEK, spol. s r.o. Žilina v súčasnej dobe zabezpečuje skúšanie, posudzovanie zhody a certifikáciu textilných a odevných výrobkov, osobných ochranných prostriedkov (textilné a odevné OOP), zdravotníckych pomôcok z textilu, textilných hračiek a vybraných skupín stavebných výrobkov a výkon inšpekcii v uvedenej oblasti. Výkon týchto činností je zabezpečovaný v akreditovaných skúšobných laboratóriach, akreditovanom certifikačnom orgáne certifikujúcim výrobky a v akreditovanom inšpekčnom orgáne.

Súčasne je SKTC-119 notifikovaná pod č. 1296 na vybraný sortiment OOP (ochranné odevy), textilné hračky, zdravotnícke pomôcky z textilu a vybrané skupiny stavebných výrobkov (geotextília, textilné podlahové a vybrané skupiny stavebných výrobkov) podľa príslušných smerníc Rady EÚ: č. 89/686/EHS v znení neskorších predpisov, č. 93/52/EHS, č. 88/378/EHS v znení smernice č. 93/68/EHS a č. 89/106//EHS, ďalej č. 89/106/EHS.

1. Posudzovanie zhody a certifikácie textilných a odevných výrobkov

V súčasnej dobe neharmonizovanú oblasť, do ktorej patria textilné a odevné výrobky, pokrýva Vyhláška MH SR č. 635/2005 Z. z., ktorou sa ustanovujú podrobnosti o požiadavkách na bezpečnosť textilných vlákien a priadzí, textilných, usňových a odevných výrobkov z textilu a usne, určených na priamy styk s pokožkou. Táto vyhláška stanovuje prípustné hodnoty nebezpečných látok a prípravkov v uvedených výrobkoch a postupy preukazovania bezpečnosti výrobkov. Ďalej sú vo vyhláške špecifikované výrobky, na ktoré sa vzťahuje.

Z citovanej vyhlášky vyplývajú pre výrobcov, dovozcov alebo dodávateľov nasledovné povinnosti:

- každý subjekt, ktorý uvádzá na trh výrobky spadajúce do pôsobnosti tejto vyhlášky, musí splniť požiadavky v nej uvedené
- ak bol výrobok uvedený na trh v inom členskom štáte EÚ, dovozca musí preukázať, že bezpečnosť výrobku bola v inom členskom štáte skúšaná a výrobok splňa požiadavky vyhlášky. V tom prípade nie je potrebné ďalšie skúšanie a výrobok sa môže uviesť na trh v SR.
- ak výrobok neboli skúšaný v inom členskom štáte EÚ, dovozca musí zabezpečiť skúšky bezpečnosti výrobku v akreditovanom skúšobnom laboratóriu, môže požiadať o vydanie certifikátu typu výrobku a následne výdať vyhlásenie o zhode vlastností výrobku s požiadavkami vyhlášky

- výrobky dovážané z tretích krajín (mimo EÚ) musia byť skúšané v akreditovanom skúšobnom laboratóriu a môže byť na výrobok vydaný certifikát, pokiaľ o certifikát predajca alebo dovozca požiada.

V kategórii textilných a odevných výrobkov spadajú do pôsobnosti vyhlášky prakticky všetky výrobky okrem textilných podlahových krytín. Vyhlásenie o zhode musí obsahovať náležitosti v zmysle STN EN ISO/IEC 17050-1,2.

2. Posudzovanie zhody a certifikácia OOP

V oblasti pôsobnosti SKTC-119, ako autorizovanej a notifikovanej osoby, sú v tejto kategórii výrobkov zahrnuté ochranné odevy:

- proti mechanickým účinkom
- proti chemickým účinkom
- proti účinkom tepla vrátane infračerveného žiarenia
- proti kontaminácii nebezpečnými látkami
- proti účinkom počasia
- s vysokou viditeľnosťou.

Podľa Nariadenia vlády SR č. 29/2001 Z. z. v znení neskorších predpisov a Smernice EÚ č. 89/686/EHS v znení neskorších predpisov musia byť ochranné odevy kategórie II a III pred uvedením na trh podrobene procesu skúšania, následného posúdenia zhody s príslušnými harmonizovanými európskymi normami a certifikácie. U ochranných odevov kategórie III. sa vyžaduje vykonať inšpekciu u výrobcu s cieľom preverenia kvality výrobky. U ochranných odevov kategórie I. je potrebné pred vydaním vyhlásenia o zhode vykonať skúšky vlastností výrobku minimálne v rozsahu požiadaviek STN EN 340.

Pre rozhodnutie, ktoré harmonizované EN sa použijú pre skúšanie a posudzovanie zhody, je rozhodujúci účel použitia ochranného odevu vo vzťahu k špeciálnym vlastnostiam požadovaným pre jeho ochranný účinok v zmysle kritérií citovanej smernice a príslušných EN.

3. Posudzovanie zhody a certifikácia hračiek a zdravotníckych pomôcok

Rozsah pôsobnosti SKTC-119 v týchto oblastiach je v zmysle autorizácie a notifikácie obmedzený na výrobky z textilných materiálov, čo predstavuje len malý podiel vzhľadom na celkový rozsah výrobkov v uvedených komodítach.

Bezpečnostné parametre textilných hračiek musia byť v súlade s požiadavkami smernice EÚ č. 88/378/EHS a Nariadenia vlády SR č. 302/2004 Z. z. Vlastnosti hračiek sú skúšané podľa príslušných harmonizovaných EN, nasleduje posúdenie zhody vlastností s príslušnými požiadavkami a vydanie CE certifikátu.

Čo sa týka zdravotníckych pomôcok z textilu, tieto v zmysle Nariadenia vlády SR č. 572/2001 Z. z. v znení neskorších predpisov a smernice EÚ č. 93/42/EHS patria do I. skupiny. Na tieto výrobky sa nevydáva EC certifikát, avšak pred vydaním vyhlásenia o zhode musia byť odskúšané vlastnosti výrobku podľa príslušných EN. Napríklad na odevy pre zdravotníctvo sa vzťahuje STN P ENV 14237, kde sú uvedené aj technické požiadavky na jednotlivé druhy odevov.

4. Preukazovanie zhody vybraných stavebných výrobkov

Preukazovanie zhody stavebných výrobkov sa vykonáva podľa zákona č. 90/1998 Z. z. v znení neskorších predpisov a Vyhlášky MV RR č. 158/2004 Z. z. v znení neskorších predpisov. VÚTCH-CHEMITEK, spol. s r.o. je autorizovaná pod č. SK-10 na skúšanie a preukazovanie zhody geotextílií a textilných podlahových krytín.

Pri hodnotení uvedených stavebných výrobkov sa uplatňujú nasledovné systémy preukazovania zhody:

- systém 1 a 3 pre textilné podlahové krytiny
- systém 2 + pre geotextílie.

Pri systéme 1 výrobca má zavedený systém vnútropodnikovej kontroly, vykonáva plánované skúšky a autorizovaná osoba vydá certifikát zhody na základe vykonaných počiatočných skúšok výrobku.

Pri systéme 3 má výrobca zavedený systém vnútropodnikovej kontroly a autorizovaná osoba vykonáva počiatočné skúšky výrobku.

Pri systéme 2+ má výrobca zavedený systém vnútropodnikovej kontroly, má vykonané počiatočné skúšky, vykonáva plánované skúšky a autorizovaná osoba vydá certifikát vnútropodnikovej kontroly na základe počiatočnej inšpekcie a následných priebežných inšpekcii.

Po splnení uvedených požiadaviek výrobca vydá vyhlásenie o zhode a označí výrobok značkou zhody.

Systémy preukazovania zhody stavebných výrobkov sú zásadne odlišné od posudzovania zhody ostatných výrobkov. Značný dôraz sa kladie na systém vnútropodnikovej kontroly, vykonávanie plánovaných skúšok. Počiatočné skúšky sú vykonávané len na tie vlastnosti, na ktoré je v prílohe 2A harmonizovaných EN uvedená požadovaná trieda alebo limitné hodnoty príslušného parametra.

5. Výkon inšpekcíí

V rámci pôsobnosti SKTC-119 výkon inšpekcii za-

bezpečuje akreditovaný inšpekčný orgán.

Spôsobilosť vykonávať inšpekcie nestranne a dôveryhodne ako inšpekčný orgán typu A preukázal plnením požiadaviek normy ISO/IEC 17020: 1998, v zmysle ktorej je inšpekčný orgán akreditovaný.

Inšpekčný orgán je spôsobilý vykonávať inšpekciu výroby a výrobkov textilného a odevného priemyslu, textilných materiálov, vlákien, priadzí, nití, odevných výrobkov, textilných doplnkov, pletených a háčkovaných výrobkov, textilných podlahových krytín, tapiet, roliet a žalúzií, geotextílií, výrobkov na technické účely, pravcovných odevov a osobných ochranných prostriedkov.

Od roku 2002 vykonáva inšpekčný orgán dohľad nad certifikátkmi vydanými na textilné a odevné výrobky certifikačným orgánom SKTC-119. Predmetom výkonu dohľadu je kontrola používania certifikátov, kontrola zabezpečenia trvalého dodržiavania kvality výrobkov vo výrobnom procese na dosiahnutie zhody vlastností výrobkov s certifikovaným typom výrobku a kontrola vedenia reklamácií a sťažností na certifikovaný výrobok zo strany spoluriešiteľov. V rámci výkonu inšpekcii sú odoberané vzorky výrobkov uvádzaných na trh pre výkon kontrolných skúšok a preverenie zhody vlastností tohto výrobku uvádzaného na trh s certifikovaným typom výrobkov a technickými požiadavkami normy STN 80 0055: 2004 „Textílie. Textilné a odevné výrobky. Technické požiadavky a skúšobné metódy“.

Inšpekčný orgán v rámci činnosti SK 10, autorizovanej osoby Ministerstvom výstavby a regionálneho rozvoja SR, zabezpečuje výkon počiatočných a priebežných inšpekcii v zmysle zákona č. 90/1998 Z. z. o stavebných výrobkoch, v znení neskorších predpisov.

V rámci počiatočnej inšpekcie sa zistuje, či má výrobca vytvorenú účinnú vnútropodnikovú kontrolu a vytvorené organizačné a technické predpoklady na trvalé udržiavanie kvality výroby stavebného výrobku v súlade s technickými špecifikáciami a zákonom č. 90/1998 Z. z., v znení neskorších predpisov. Posudzuje sa výroba a vnútropodniková kontrola týkajúca sa jedného stavebného výrobku a jeho variantov, prípadne skupiny stavebných výrobkov vyrábaných rovnakou technológiou.

Účelom vykonávaných priebežných inšpekcii je sledovať, či uplatňovaná vnútropodniková kontrola výrobcu je počas výroby stavebného výrobku v súlade s technickými špecifikáciami a zákonom. V rámci výkonu priebežnej inšpekcie sa tiež zistuje, či výrobca splnil opatrenia uložené pri výkone počiatočnej inšpekcie alebo pri predchádzajúcich priebežných inšpekciiach.

6. Ďalšie aspekty činnosti AO SKTC-119

Dôležitou súčasťou činnosti v rámci posudzovania zhody a certifikácie výrobkov je dôsledné sledovanie vývoja vo vydávaní príslušných harmonizovaných EN.

V ostatnom čase je zaznamenávaný prudký vývoj vo vydávaní nových EN resp. v revízii už platných EN, čo kladie veľké nároky na priebežnú aktualizáciu databázy EN. Zoznamy harmonizovaných EN pre jednotlivé smernice sú pravidelne zverejňované v Official Journal EU a následne sú publikované vo Vestníku ÚNMS SR.

Po vstupe SR do EÚ dochádza k značnému poklesu požiadaviek na certifikáciu výrobkov poskytnutých Smernicami EÚ.

Na trh v SR, ktorý je súčasťou jednotného trhu EÚ prichádzajú výrobky, ktoré prešli hodnotením a certifikáciou v inom členskom štáte EÚ a sú opatrené CE značkou zhody. Takéto výrobky sa už pred uve-

dením na trh v SR znova zhodnotia. Námatkové skúšky parametrov takýchto výrobkov však ukázali, že nie všetky vlastnosti výrobkov opatrených značkou CE sú v súlade s požiadavkami jednotlivých smerníc EÚ a príslušných harmonizovaných EN. Nedostatky sa vyskytujú aj v označovaní týchto výrobkov, keď na etikete chýbajú základné údaje o notifikovanej osobe, ktorá vydala príslušný certifikát a údaje o EN, ktorých požiadavky výrobok splňa.

Jerguš, P., Čižmárová, D.
VÚTCH-CHEMITEK, spol. s. r. o., Žilina
www.vutch.sk