

OPTIMIRANJE INDUSTRIJSKE KONTROLE PREPARACIJA I OLIGOMERA U POLIESTERSKIM VLAKNIMA

Ružica Čunko, emeritus Akademije

Odjel tekstilne tehnologije, ruzica.cunko@gmail.com

Ljubica Miholčić

Razrađeni su postupci kvantitativnog određivanja preparacija i ukupnih oligomera za brzu rutinsku kontrolu u kontrolnom industrijskom laboratoriju u tvornici poliesterskih vlakana Vartilen. Definirane su pojedinosti provedbe postupaka koje osiguravaju dostatnu točnost i pouzdanost rezultata za takvu vrstu kontrole.

1. Uvod

Uz dostatnu pouzdanost, metode i postupci kontrole proizvodnih procesa trebaju što brže dovesti do rezultata, biti što jednostavniji u provedbi i omogućiti što učestalije ispitivanje relevantnog procesnog parametra, jer je cilj pravovremeno utvrditi eventualna odstupanja u procesu. U procesu proizvodnje poliesterskih vlakana takvi su parametri količina preparacijskih sredstava koja se nanose na vlakna te udio oligomera u vlaknu. U skladu s navedenim zahtjevima, u okviru regionalnog razvojnog projekta P39-VŽ/1,2 provedena su opsežna istraživanja mogućnosti određivanja preparacija i oligomera kao relevantnih čimbenika kvalitete vlakana i nesmetanog odvijanja proizvodnje. Rezultirala su razradom relativno brzih i u industrijskim laboratorijima primjenjivim postupcima određivanja.

2. Opis inovacije

a. Određivanje preparacija

Krajem 1980-ih, kada je rješavan ovaj problem, za određivanje nevlaknatih primjese na vlaknima postojala je standardizirana metoda JUS F.S1.021 primjenom koje se nevlaknate primjese utvrđuju ekstrakcijom metanolom u soksletu (2 sata, 20 preljeva). Istraživanjima u okviru spomenutog projekta optimiranja procesa proizvodnje vlakna Vartilen, utvrđeno je da se primjenom te metode u ekstraktu preparacija uvijek nalaze i oligomeri s udjelom čak od 10 do 50%, ovisno o tome je li vlakno istegnuto ili neistegnuto. Stoga takvi rezultati određivanja preparacija ne mogu zadovoljiti te je razrađen pouzdaniji postupak koji također uključuje metanol kao otapalo, ali je obrada bitno modificirana. Umjesto soksleta koristi se ekstraktor na parnoj kupelji, a vrijeme obrade je znatno kraće tako da je količina otopljenih oligomera i njihov udio u ekstraktu zanemariv.

Uzorci vlakana mase 5 g (izvagani uz točnost ±0,01 mg) stave se u ekstraktor na dnu kojeg je čista izvagana aluminijska posudica; vlakna se preliju sa 100 ml metanola i na parnoj kupelji se potom otpari metanol. Postupak prelijevanja metanolom i otparavanje ponovi se još jednom. Ekstrakt preparacija nakupljen u aluminijskoj posudici potom se suši do konstantne mase na temperaturi 65 °C, odnosno na 100 °C ako preparacije nisu hlapljive. Iz razlike u masi ohlađene posudice s ekstraktom i mase prazne posudice prije ekstrakcije, izračuna se količina preparacija u gramima i iskaže kao postotatak na apsolutno suhu masu početnog uzorka vlakana, tj.:

$$P [\%] = \frac{G_e}{G_v} 100$$

gdje je: P - udio preparacija, %

G_e - apsolutno suha masa ekstrakta, g

G_v - apsolutno suha masa vlakana, g

Uz 5 paralelnih ispitivanja koeficijent varijacije je prihvatljiv i nalazi se u rasponu od 7 do 10%.

b. Određivanje ukupnih oligomera

Za određivanje ukupnih oligomera u svrhu kontrole proizvodnog procesa razrađena je metoda taloženja polimernih molekula PET-a dioksanom iz otopine vlakana u tetrakloretanu te potom UV-spektroskopsko određivanje oligomera u otopini dioksana. Ključna prednost inoviranog postupka jest da ne zahtijeva prethodno uklanjanje preparacija sa vlakna, što znatno skraćuje vrijeme potrebno za dobivanje rezultata i pojednostavnjuje postupak ispitivanja. Definirani su jasni parametri ispitivanja i provedbeni koraci – od optimalne veličine uzorka i količine otapala tetrakloretana, količine dioksana potrebnog za taloženje i potrebnog vremena da se proces taloženja završi, do optimalnog volumena alikvota otopine oligomera u dioksanu i razrjeđenja za spektroskopsko određivanje apsorbancije da bi njezina vrijednost bila u području 0,3 do 0,6. Utvrđeno je da za potrebe procesne kontrole zadovoljava očitavanje apsorbancije pri fiksnoj valnoj duljini ($\lambda=286$ nm), pri čemu paralelno treba raditi i slijepu probu. Sve pojedinosti provedbe inoviranog postupka određivanja ukupnih oligomera opisane su u [1]. Količina ukupnih oligomera u vlaknu O_u iskazuje se kao postotak izračunat na masu apsolutno suhog vlakna prema izrazu:

$$O_u = \frac{A V f}{\varepsilon G 10}$$

Gdje je: O_u - udio ukupnih oligomera, %

A - izmjerena apsorbancija

V - volumen otapala, ml

G - masa apsolutno suhog uzorka vlakana, g

f - debljina kivete, cm

ε - koeficijent apsorbancije oligomera pri $\lambda=286$ nm, $\text{cm}^{-1}\text{mol}^{-1}\text{dm}^{-3}$

Uz 5 paralelnih ispitivanja koeficijent varijacije kreće se u rasponu od 7 do 14%.

3. Zaključak

Opisani inovirani postupci određivanja preparacija i ukupnih oligomera u poliesterskim vlaknima uspješno su se primjenjivali u industrijskom laboratoriju za kontrolu procesa u tvornici PES vlakna Vartilen u Varaždinu, sve do gašenja proizvodnje i zatvaranja tvornice (1996. g. proglašen je stečaj). Osobito značenje imali su pri uvođenju proizvodnje vlakana smanjene sklonosti pilingu, pri čemu se interveniralo na razini strukture vlakna, što je utjecalo i na količinu oligomera i probleme vezane uz migraciju oligomera na površinu vlakna.

4. Literatura

[1] Čunko, R.; Miholčić, Lj: Istraživanje metodike određivanja preparacija i oligomera u poliesterskim vlaknima. Tekstil **40** (12) (1991.) 575-581.