

Aus dem Chemischen und dem Mineralogischen Institut der Universität Heidelberg

**Kleinwinkelinterferenzen (Langperioden) bei Polyurethanfäden**

Von H. Zahn und K. Kohler

Mit 1 Abbildung

(Eingegangen am 5. August 1950)

„Die von O. Bayer<sup>1)2)</sup> entdeckte Diisocyanat-Polyadditions-Methode führte u. a. auch zur Synthese linearer Polyurethane, um deren Bearbeitung sich Heinrich Rinke besonders verdient gemacht hat. Als technisch wichtiges Produkt hat sich wegen seiner speziellen Eigenschaften und auch der günstigen Rohstoffbasis das Polyurethan aus 1,6-Hexamethyldiisocyanat + 1,4-Butylenglykol herausgeschält. Es wurde bereits zu Ende des Krieges unter der Bezeichnung Perlon U für Faserzwecke mit einem Durchschnittsmolekulargewicht von etwa 8000 und für Spritzgußzwecke als Igamid U mit einem Durchschnittsmolekulargewicht von 10–12000 hergestellt.“

In der angezogenen Arbeit<sup>2)</sup> sind auch Röntgenaufnahmen von Perlon U-Fasern reproduziert, die den kristallinen Charakter der Faser und eine Orientierung der Kristallite in Faserrichtung beweisen. Die Abhängigkeit in der Ausbildung der Röntgen-Interferenzen vom Streckungsgrad, der Temperatur usw. wurde von Brenschede<sup>3)</sup> eingehend untersucht. Eine Bestimmung der Kristallstruktur von Perlon U war jedoch unseres Wissens bisher nicht durchgeführt worden.

Herrn Professor Dr. Dr. h. c. Otto Bayer (Bayerwerke, Leverkusen) verdanken wir die Anregung zu einer eingehenden Analyse der Feinstruktur der Polyurethanfaser, die in der Röntgenabteilung des Mineralogisch-Petrographischen Institutes der Universität Heidelberg in Zusammenarbeit mit Herrn Professor Dr. Werner Borchert begonnen wurde. Es gelang Borchert mit den Verfassern, die Einheitszelle von bei 150° getemperten Perlon U-Fäden (Durchmesser 0,25 mm) aufzuklären, worüber an anderer Stelle ausführlich berichtet wird.

Diese Borsten liefern nun außer den intramizellaren Weitwinkelinterferenzen noch Kleinwinkelinterferenzen. Wir röntgenographierten parallele Bündel aus 3 Borsten in der Kleinwinkelkammer nach Kratky<sup>4)</sup> mit  $\text{Cu K}_\alpha$ -Strahlung (Ni-Filter) bei 20 mA und 35 kV. Die Kammer besitzt 2 Schlitzblenden, von denen die erste eine Spaltbreite von 0,5 mm, die zweite von 0,25 mm aufweist, der Abstand Präparat-Film betrug 65 mm. Es konnten bei dieser Anordnung Netzebenenabstände bis 150 Å bei einer Belichtungsdauer von 1,5 Stunden erfaßt werden.

In der Abbildung ist das Kleinwinkelröntgenogramm einer unbehandelten, nicht getemperten Borste aus Perlon U wiedergegeben (Faserrichtung senkrecht zur Schlitzblende). Man erkennt eine intensive und scharfe Kleinwinkelinterferenz in unmittelbarer Nähe des ausgeblendeten, flachen Röntgenstrahlbündels. Der entsprechende Netzebenenabstand wurde nach photometrischer Vermessung der Interferenz zu 77 Å berechnet. Diese Langperiode in Faserrichtung ist unabhängig von der intramizellaren Periode in Richtung der c-Achse der Kristallite, die von Borchert und den Verfassern<sup>5)</sup> zu 19,5 Å bestimmt wurde. Dagegen hängt die Langperiode erheblich von der Vorgeschichte der Faser ab, indem sie besonders nach Erhitzen der Faser größer wird. Nach unseren bisherigen Messungen beträgt z. B. der Maximalwert

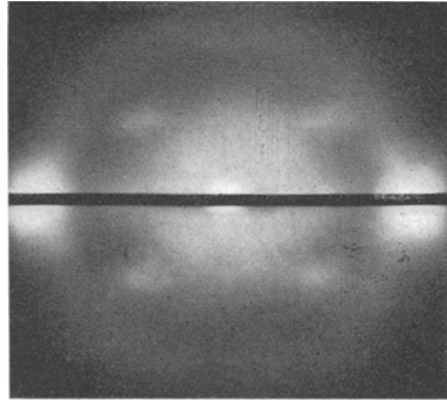


Abb. 1 Kleinwinkelröntgenogramm von Perlon U (0,25 mm dicke Fäden) mit einer Langperiode in Faserrichtung von 77 Å

122 Å, wenn man Borsten frei auf 170° eine Stunde lang erhitzt. Nach dieser Behandlung hatten sich die Fasern um 14,3 % ihrer ursprünglichen Länge verkürzt. In einem Parallelversuch wurden eingespinnene Fasern ebenfalls auf 170° erhitzt, wonach im Kleinwinkelröntgenogramm eine Langperiode bei 105 Å registriert wurde. Auch ein Erhitzen der Borsten in kochendem Wasser, bzw. in Wasser auf 130° (Einschlußrohr), ferner Erhitzen von Perlon U in 5 proz. Phenollösung bewirkt eine Zunahme der Langperiode im Vergleich zum Wert der unbehandelten Faser.

Eine ausführliche Diskussion soll einer folgenden Publikation vorbehalten bleiben. Mit Sicherheit kann jedoch schon jetzt festgestellt werden, daß auch die Polyurethanfasern wie die Polyamide und Polyester Anlaß zum Auftreten von Langperioden geben, wie sie von Heß und Kiessig<sup>6)</sup> schon 1944 aufgefunden und mit der Länge der Kristallite in Zusammenhang gebracht wurden. Herr Kiessig hat in einer Diskussionsbemerkung zum Vortrag von Herrn Brenschede<sup>3)</sup> die Vermutung ausgesprochen, daß die eigenartigen Veränderungen physiko-chemischer Eigenschaften des Perlon U beim Erhitzen und Dehnen, sowie Quellen mit den Änderungen der Kristallitgröße und somit den Langperioden in Beziehung stehen.

Herrn Professor Dr. W. Borchert danken wir für das fördernde Interesse an der vorliegenden Untersuchung.

**Literaturverzeichnis:**

- 1) Bayer, O., Ann. 549, 286 (1941).
- 2) Bayer, O., Angew. Chem. A 59, 257 (1948).
- 3) Brenschede W., Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 54, 191 (1950).
- 4) Kratky, O., A. Sekora und R. Treer, Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 48, 587 (1942).
- 5) Borchert, W., H. Zahn u. K. Kohler, in Vorbereitung.
- 6) Heß, K. und H. Kiessig, Z. phys. Chem. 193, 196 (1944).