



تولید مستقیم نخ های نانولیفی پیوسته الکتروریسی شده با تاب بالا

مترجم: پیمان آقاسی لو

چکیده:

نخ ها کلید بکارگیری الیاف در ساختارهای منسوج گوناگون هستند. اگرچه نخ های نانو لوله کربنی با محدود تکنیک هایی تولید شده است اما همچنان رقابت بر سر یافتن روش های دیگری جهت تبدیل نانوالیاف به نخ، خصوصا در حین تولید نانوالیاف است. در این پژوهش روشی ساده اما کارا و موثر جهت تولید مستقیم نخ های تابدار نانولیفی از فرآیند الکتروریسی معرفی می شود. در این فرآیند از دو نازل الکتروریسی با شارژ مخالف جهت تولید یک مخروط از الیاف نانو بر روی جمع کننده قیفی میانی استفاده می شود. نخ نانولیفی به طور پیوسته می توان از راس مخروط گرفته شده و توسط چرخش قیف جمع کننده تا نزدیک $7400 \pm \text{tpm}$ را دریافت نماید. حداکثر میزان تولید نخ به این روش ۵ متر دقیقه بوده و میزان تاب و آرایش یافتگی الیاف از طریق گردش قیف جمع کننده و کشش وارده به نخ قابل کنترل است. وابستگی استحکام کششی نخ به میزان تاب نیز نمایش داده شده است.

مقدمه

نخ ها جهت بکارگیری از الیاف در سازه های مختلف مورد استفاده قرار می گیرند. آن ها از تجمع و تاب دهی به دسته ای از الیاف حاصل می شوند. با وجودی که تولید نخ از الیاف با روش های معمول ریسندگی به سادگی امکان پذیر است اما استفاده از نانو الیاف در نخ و درگیر نمودن آن در چنین ساختاری پیچیده است.

با بکارگیری نانوالیاف در تولید نخ ها انتظار می رود تا شاهد بهبود عملکردهای موجود نخ ها و نیز بروز کاربرد هایی جدید از آن ها باشیم. یک مثال برجسته این موضوع هم نخ های نانو لوله کربنی هستند که با محدود روش هایی چون تابدهی و سنتز رسوب بخارات شیمیایی تولید شده اند و عملکرد فوق العاده و منحصر به فردی را نشان داده اند.

الکتروریسی با کنترل ابعاد، ظاهر و ترکیب پلیمرها روشی موثر و کارا جهت تولید نخ های با ساختار نانو است که خواص و کاربرد های ویژه ای را داراست. اگرچه اغلب این روش ها در تولید لایه های بی بافت و با آرایش تصادفی به کار می روند که به همین خاطر با داشتن خواص مکانیکی نامطلوب و پیچیدگی در ساختار کاربرد آن ها محدود شده است. اخیرا پیشنهاد می شود تا جهت تولید نخ های نانولیفی به سمت الکتروریسی مستقیم آن ها برویم. برای مثال رشته الکتروریسی شده را در مایعی رسوب همکارانش نیز الکتروریسی مداوم نخ های نانو پلی اکریلونیتریل را با تقویت کننده نانو لوله

کربنی پیشنهاد دادند اما این روش مناسب جهت تولید نانوالیاف پلیمری نیست.

در روش های دیگری کشش و تاب دهی مداوم نانوالیاف الکتروریسی شده با استفاده از جمع کننده های ویژه شامل دو صفحه ایستاده که به نانو الیاف در هنگام نشستن میان صفحات شکل می دهند مطرح شد. هرچند مساله میزان تاب دهی، ابعاد نخ و پایداری ریسندگی همچنان باقی است. در مورد استفاده از دو صفحه گردان به عنوان جمع کننده که در فاصله نزدیک از هم قراردارند، نانو الیاف تولیدی مرطوب خواهد بود (زمان کافی جهت تبخیر محلول الکتروریسی وجود نخواهد داشت) و به هم می چسبند که موجب تولید نانو الیافی نامرغوب می شود. با وجود این مسائل گسترش روش های نوینی جهت تولید نانو الیافی مرغوب همچنان باقی مانده است.

داده و سپس با کشش رشته از میان مایع به طور مداوم به تولید آن پردازیم. در روش دیگری پیشنهاد می شود تا با به کارگیری دو نازل با شارژ مخالف در کنار هم می توان دو رشته را به هم متصل نمود و در نهایت با چرخش به دور یک محور آن را جمع نمود و یا می توان از ۲ دیسک موازی استفاده نمود تا به رشته تولیدی جهت داد، به طوری که با چرخش یکی به نانوالیاف تولیدی تاب داد. ولی تمام این روش ها دارای معایبی هستند. بطور مثال با استفاده از یک مخزن مایع امکان ورود ناخالصی به پلیمر وجود دارد که می تواند تغییراتی را در مرفولوژی

الیاف ایجاد نماید.

در این مطالعه برای اولین بار یک روش ساده اما موثر و کارا جهت تولید مداوم نانوالیاف با قابلیت کنترل میزان تاب دهی ارائه می شود. با راه اندازی دستگاه به شکلی مخصوص و استفاده از یک جمع کننده قیفی شکل و نیز سیستم تابدهی نخ نانولیفی تولید شد. تفاوت مهم این روش با روش های پیشین در تولید نخ نانو با تاب بالا توسط یک جمع کننده گردان مخروطی با بار مخالف نانوالیاف تولیدی است. در این مطالعه از پلی وینیل کلراید در کنار هگزا فلوراید پلی پروپیلن استفاده شد تا عملکرد پارامتر های مختلف و غلظت پلیمر بر روی قطر الیاف و نخ تولیدی، میزان تاب دهی و نرخ تولید مشخص گردد.

تجربیات

مواد مورد استفاده

پلی وینیل فلوراید به همراه پلی هگزا فلوروپروپن، دیمتیل فرم آمید و استون از سیگما آلدریک بدست آمد. محلول PVDF-HFP با حل نمودن آن در مخلوط استون و DMF در دمای اتاق و با نسبت یک به یک تهیه شد.

الکتروریسی نخ نانو لیفی:

دستگاه الکتروریسی در این روش شامل دو سوزن رشته ساز، یک جمع کننده هدف قیفی شکل (از جنس استیل ضد زنگ، قطر ۱۱۰ mm، زاویه 30°)





نانوالیاف بر هم می خورد.

فاصله میان نازل ها و جمع کننده قیفی بر روی شدت میدان الکتریکی تاثیر می گذارد. در یک ولتاژ ثابت کاهش این فاصله موجب افزایش نیروی میدان الکتریکی می شود. تحت یک میدان قوی تر انتقال الیاف سریع تر رخ می دهد که این مساله در میزان رطوبن موجود در الیاف تاثیر می گذارد. نشان داده شد که یک مخروط متشکل از الیاف مرطوب تر پایداری پایین تری دارد و از آن جا که میان این الیاف اتصال برقرار می شود بعد از خشک شدن حرکت آن ها محدود شده و کشیدن آن ها به سختی امکان پذیر است.

در مقابل افزایش فاصله ریسندگی قابلیت ریسندگی را پایین آورده و موجب کاهش نشست الیاف روی قیف می شود. نخ های پایدار الکتروریسی شده زمانی بدست آمد که نازل با شارژ مثبت در فاصله 210 mm از مرکز قیف و با زاویه 25° از محور قرار داشت و نازل منفی در فاصله 105 mm و با زاویه 25° قرار گرفت. در این مطالعه تمام نخ ها با همین تنظیمات تولید گردیدند.

شکل 2a تاثیر ولتاژ اعمالی را بر روی قطر الیاف و نخ نشان می دهد. تغییرات ولتاژ تاثیر کمی را روی قطر و توزیع قطری الیاف داشت. تحت یک شرایط یکسان افزایش ولتاژ موجب کاهش اندکی در قطر الیاف شد که این کاهش اندک در میانگین قطر الیاف را می توان به کشش ناشی از فرآیند تاب دهی و چرخش نخ ها در حین فرآیند تولید مرتبط دانست. قطر نخ ها نیز با افزایش ولتاژ اعمالی ابتدا به علت نشست سریع الیاف بالا می رود اما در ادامه با گذر از ولتاژ 18 kv این وابستگی به ولتاژ کم تر می شود.

غلظت پلیمر عامل دیگری است که روی فرآیند ریسندگی نخ و خصوصیات ظاهری آن موثر است. زمانی که غلظت کم تر از 15% است بجای الیاف دانه ها (beads) تولید می شوند که به همدیگر چسبیده و به سختی به فرم مخروطی در می آیند. فرآیند ریسندگی نخ در غلظت های بالاتر از 15% به ثبات می رسد. افزایش در غلظت محلول الکتروریسی افزایش جزئی در قطر نانوالیاف و نخ تولیدی را به همراه دارد.

نرخ جریان محلول پلیمری نیز عامل مهمی در فرآیند الکتروریسی محسوب می شود. با ثابت نگه داشتن نرخ جریان روی 2/2 ml/h، تغییر نسبت جریان بین دو نازل الکتروریسی قطر الیاف و نخ را تحت تاثیر قرار می دهد. در این شرایط اگر نرخ جریان ناز مثبت بالاتر باشد به الیاف ظریف تری خواهیم رسید. نخ های تولیدی با نسبت جریانی معکوس اما اغلب خشن و زبر بوده و شامل دانه

یک مخروط از الیاف که در انتهای آن به لبه قیف متصل است شکل می گیرد (شکل 2-b). به علاوه الیاف در نوک مخروط آرایش یافته و با چرخش قیف بطور پیوسته تاب می خورند (شکل 3-b1)، تا یک نخ نانولیفی شکل بگیرد (شکل 3-c1). این نخ دائما در نوک مخروط الیاف تولید می شود. استفاده از الیاف با شارژ مخالف به علت اثر جاذبه میان آن ها پایداری مخروط را بهبود می بخشد.

مطابق تجربیات تا 10 کیلومتر نخ به خوبی با این روش قابل تولید است. شکل 1-d یک بسته نخ تولید شده بدین روش را نشان می دهد. در شکل 1-e هم تصاویر SEM این نخ نمایش داده شده است. علارغم پیشبینی ها جهت تولید نخ با تاب بالا همانطور که مشخص است الیاف در طول نخ اغلب به صورت مستقیم قرار گرفتند.

تولید پیوسته نخ به این روش وابسته به شکل گیری مخروطی پایدار از الیاف در جریان ریسندگی است. از جمله فاکتورهای موثر بر آن نیز غلظت پلیمر و عواملی از فرآیند نظیر ولتاژ اعمالی، فاصله ریسندگی، نرخ جریان پلیمر، سرعت گردش قیف جمع کننده و نرخ برداشت نخ، به همراه میزان تاب اعمالی است.

در این راستا تاثیر ولتاژ اعمالی مورد بررسی قرار گرفت. همانند الکتروریسی معمولی ما در طی فرآیند نیاز به حدی از ولتاژ اعمالی هستیم. در صورتی که ایم میزان کم تر از 9 kv باشد به علت تولید ناکافی الیاف هیچ نخ شکل نخواهد گرفت. افزایش ولتاژ به 12 kv امکان شکل گیری مخروط را می دهد و در ولتاژ های بالاتر از این یک مخروط پایدار و به تبع آن نخ می مقاومت را خواهیم داشت. ولتاژ بالاتر از 21 kv نیز مانع از تولید نخ مرغوب می شود. الکتروریسی در ولتاژ های پایین تر از محدوده معین شده سبب می شود تا الیاف به خوبی روی جمع کننده نشستند و در هوا پخش شوند و به این ترتیب تعادل شارژ میان نازل های تولید کننده

، چرخاننده نخ با قطر 25 mm، طول 65 mm و یک منبع تغذیه DC با ولتاژ بالا می شود. دو نازل در بالای جمع کننده قیفی بوده و سیستم پیچش نخ تولیدی در فاصله 240 mm از آن قرار گرفت. در طی فرآیند، دو نازل به طور جداگانه یکی به الکتروود مثبت و دیگری به الکتروود منفی منبع تغذیه DC متصل اند. نانو الیاف بر روی قیف تجمع کرده و یک لایه مخروطی شکل تو خالی را تشکیل می دهند. در نهایت یک نخ پیوسته با کشش و تابدهی به مخروط نانوالیاف تولید می گردد.

شرح کار:

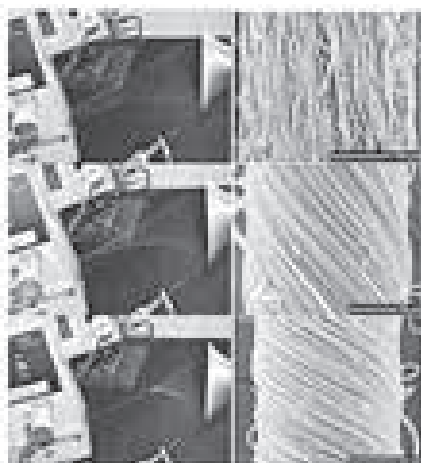
خصوصیات ظاهری نانوالیاف زیر یک میکروسکوپ SEM مورد بررسی قرار گرفت. تاب و قطر الیاف و نخ با نرم افزار آنالیز تصاویر SEM محاسبه گردید. جهت اندازه گیری هر پارامتر حداقل 100 نقطه مورد بررسی قرار گرفت. خواص استحکامی نیز توسط یک آزمایشگر معمول (استحکام سنج لوید) در طول گنج (30 mm) و با سرعت فک 500 mm در دقیقه اندازه گیری شدند.

تجزیه و تحلیل نتایج:

در شکل 1-a نخ های نانولیفی که در فرآیند پیوسته ریسیده شدند نمایش داده شده اند. نانوالیاف که بطور جداگانه از دو نازل با شارژ مخالف تولید شده اند به طور همزمان روی یک قیف فلزی چرخان می نشینند. چرا که الیاف بعد از خروج نازل هم به فرم مخروطی و دایره وار روی جمع کننده می نشینند. نشست الیاف بر روی جمع کننده بر اساس یک جاذبه الکترواستاتیکی بین نانوالیاف با بار مخالف اتفاق می افتد. برای پیچیدن نانوالیاف یک میله پلاتینی را به محل تجمع الیاف نزدیک می کنیم با این کار الیاف به دور نوک آن می پیچند. با عقب کشیدن میله حلقه الیاف شکل گرفته روی قیف دوار به سمت مرکز و نوک میله جذب شده و



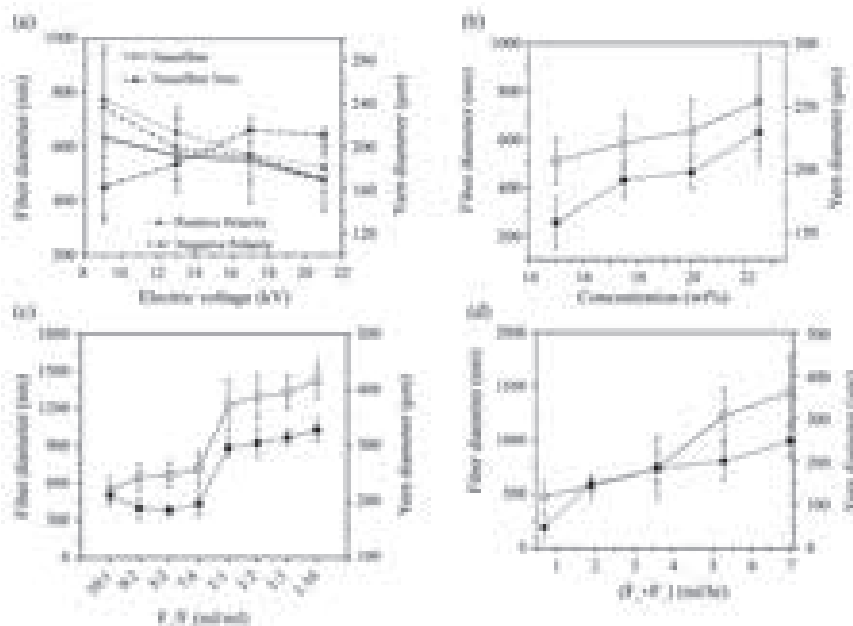
شکل 1. (a) طرحی از سیستم جدید الکتروریسی جهت تولید نخ های نانولیفی. (b) نمایی از قیف جمع کننده الیاف و نحوه جمع آوری الیاف بوسیله میله پلاتینی در ابتدای کار. (c) برداشت مداوم نانوالیاف تولید شده با کشش توسط سیستم پیچش و شکل گیری نخ. (d) تصویری از بسته نخ نانولیفی تولید شده. (e) تصاویر SEM بخشی از نخ نانولیفی (قطر الیاف nm نانومتر)



شکل ۳. تصویر نخ تولیدی با سرعت های گردش مختلف قیف a. ۱۸۰، b. ۱۰۰۰، c. ۲۰۰۰ rpm.

شده است در سرعت ۱۸۰ rpm نوک مخروط الیاف در تماس با بسته نخ است که در این حالت تابی به نخ منتقل نمی شود. برای اعمال تاب در نخ باید مخروط کوچک تری تشکیل شود که چنین مخروطی با سرت های گردش بالاتر قیف حاصل می شود. به کمک تصاویر SEM زاویه تاب (زاویه بین راستای الیاف با محور نخ) را می توان اندازه گیری نمود. با افزایش سرعت چرخش قیف جمع آوری الیاف زاویه تاب بالا می رود. این زاویه می تواند تا 51° نیز برسد.

سرعت دوران قیف روی قطر الیاف و نخ تاثیر می گذارد. زمانی که این سرعت از ۱۸۰ به ۵۰۰ rpm می رسد یک کاهش شدید را در قطر الیاف مشاهده می نماییم. زیرا مخروط الیاف به مقدار بیشتری تحت کشش قرار می گیرد. اگرچه با افزایش سرعت قیف دوار از این حد به بعد از تاثیر چرخش در قطر الیاف کاسته می شود. پیچش بسته الیاف نقشی اساسی را در انتقال تاب



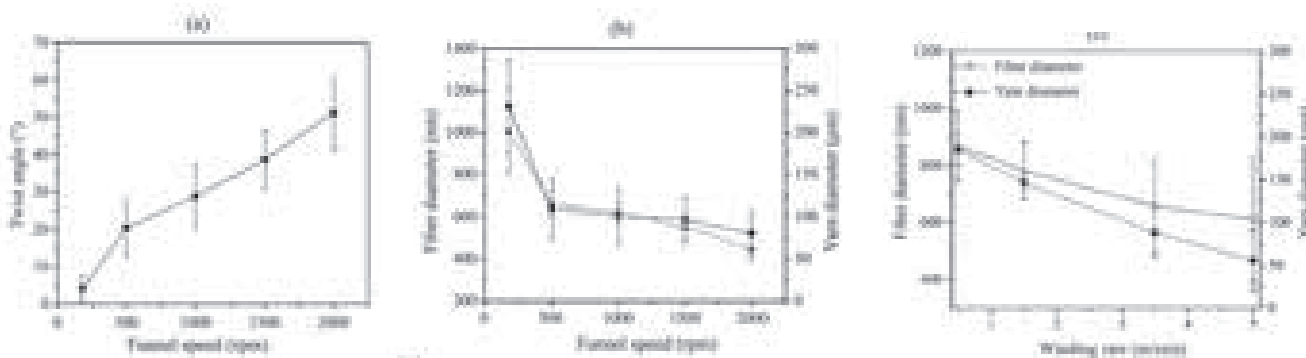
شکل ۲. وابستگی قطر نانو الیاف و نخ به a. ولتاژ اعمالی (غلظت پلیمر ۱۷/۵ wt%، نرخ جریان نازل یا شارژ مثبت ۱/۰ mm/hr، نرخ جریان نازل منفی ۴/۰ mm/hr)؛ b. غلظت پلیمر (نرخ کلی جریان ۲/۲ mm/hr، ولتاژ اعمالی ۱۳ kv)؛ c. نسبت جریان نازل با شارژ مثبت به نازل با شارژ منفی (F+/-)؛ و d. نرخ کلی جریان (مجموع جریان دو نازل) در سرعت پیچش ۲ m/min.

محدوده ۴۸۰ nm تا $1/5 \mu\text{m}$ می تواند تنظیم گردد. قیف گردان جمع آوری و سیستم پیچش نخ ابزار های ویژه تولید نخ در این سامانه الکترورسی هستند.

قیف وظیفه جمع آوری الیاف را داشته و در عین حال با گردش خود به نخ تاب داده و پایداری و ثبات مخروط الیاف را کنترل می نماید. در سرعت های گردش قیف کم تر از ۱۵۰ rpm نخ تشکیل نمی شود چراکه مخروط یکنواختی نخواهیم داشت. چنین مخروطی را در سرعت های بالای ۱۸۰ rpm خواهیم داشت. همانطور که در شکل ۳ نمایش داده

هستند. مطالعات پیشین انجام گرفته نشان می دهد که یک فرآیند الکترورسی با شارژ مثبت $1/6$ بار منفی تاثیر مناسب تری را در روند تولید الیاف دارد و بطور کلی راندمان در فرآیند با شارژ مثبت بیشتر، بالاتر است.

شکل ۲ تاثیر نرخ جریان کلی (مجموع دو نازل مثبت و منفی) را روی قطر الیاف و نخ تولیدی نشان میدهد. در یک نسبت جریان ثابت میان دو نازل (۵/۲ میان نازل منفی/مثبت) با افزایش نرخ کلی جریان قطر بالاتر می رود. بدین طریق میانگین قطر نخ در محدوده ۳۰ تا $450 \mu\text{m}$ و قطر الیاف در



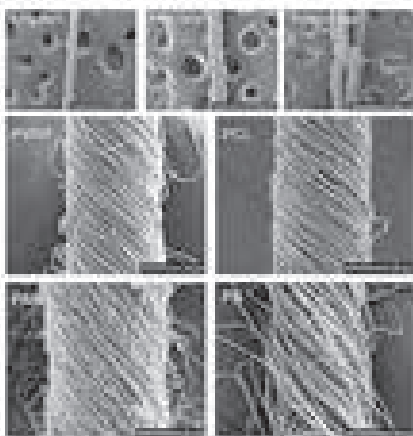
شکل ۴. a) تاثیر سرعت گردش قیف جمع آوری الیاف بر روی زاویه تاب در نخ نانولیفی تولیدی (سرعت پیچش: ۰/۳۳ m/min). b) وابستگی قطر الیاف و نخ به سرعت چرخش قیف؛ و c) سرعت پیچش بسته نخ (سرعت چرخش قیف: ۵۰۰ rpm، نرخ جریان ۲/۲ ml/hr، غلظت محلول الکترورسی ۱۷/۵ wt%، ولتاژ اعمالی ۱۳ kv با نسبت نرخ جریان نازل مثبت به منفی ۵/۲).



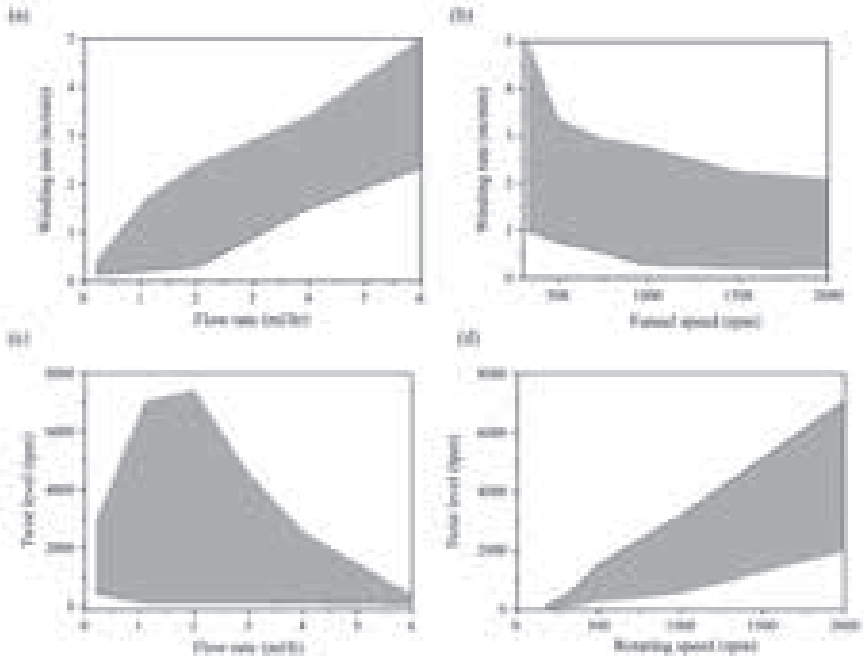
نتیجه گیری

در این مقاله راهی تازه برای تولید مداوم نخ های نانولیفی تابدار به روش الکترورسی ارائه شده است. تولید نخ بدین روش با اعمال تغییرات و تنظیمات ویژه ای در سامانه الکترورسی شامل استفاده از دو نازل با شارژ سطحی مخالف، یک جمع کننده دوار قیفی شکل و یک سیستم پیچش، اجرایی شد. فرآیند دارای توانایی بالایی در تولید و کنترل میزان تاب دهی به نخ تولیدی از طریق نرخ جریان محلول پلیمری و نیز سرعت گردش جمع کننده قیفی است. ایجاد تعادلی مناسب میان مراحل تولید لیاف، جمع آوری، تاب دهی و کشش آن ها نیازمند اطمینان از تشکیل مخروطی پایدار از لیاف و کنترل دقیق تاب اعمالی است. همچنین انتظار می رود تا با تنظیم صحیح و مناسب موقعیت جمع کننده، محل پیچش و محل قیف بتوان به کنترل بهتری بر روی قطر لیاف و نخ رسید. به کمک دو نازلی که جهت تولید نخ به کار می روند، می توان نانولیفی مختلفی را در یک نخ با هم ترکیب و تولید نمود.

همچنین این امکان وجود دارد تا با تغذیه لیف دیگری از میان قیف و مخروط لیاف جمع آوری شده، آن را نیز در ساختار نخ وارد نمود. نانولیفی تولیدی به این روش می تواند در مصارف متعددی چون تجهیزات بیوپزشکی، فرآیند های شیمیایی، تقویت کننده ها و نیز ریز ساختار های نانولیفی به کار گرفته شوند.



تصاویر SEM از نخ های بافته شده دولا و چهار لا و نخ نانولیفی حلقوی، و نیز نخ های تولید شده از پلیمرهای پلی وینیل فلوراید (PVDF)، پلی کاپرولاکتون (PCL)، پلی اکریلونیتریل (PAN) و پلی استایرن (PS).

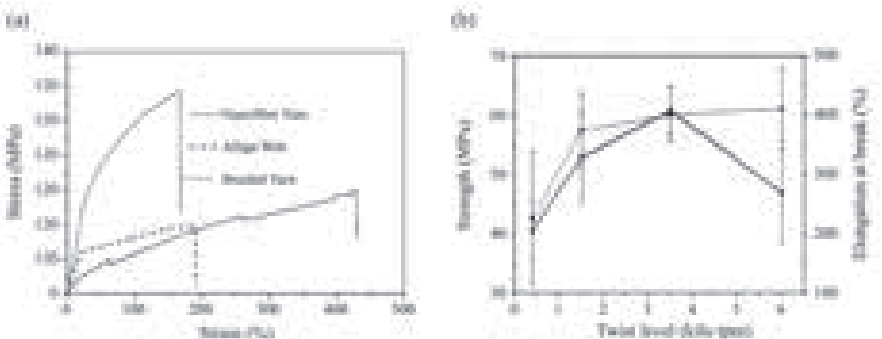


شکل ۵. a. تاثیر نرخ کلی جریان (در سرعت گردش قیف: ۵۰۰ rpm)؛ و b. سرعت گردش قیف (با نرخ جریان ۲/۲ mi/hr) روی محدوده مجاز سرعت پیچش. c و d. محدوده جاز تاب قابل اعمال به نخ بر پایه نرخ جریان محلول الکترورسی و سرعت گردش جمع کننده قیفی. غلظت پلیمر: ۱۷/۵ wt%، ولتاژ اعمالی: ۱۳ kv، -F+/F+ (۵:۲)

شروع به کاهش یافتن می نماید (شکل ۵b). بیشترین استحکام بدست آمده در این دسته از نخ های نانولیفی PVDF-HFP در جریان این تحقیق ۶۰/۴ MPa است.

پلیمرهای پلی اکریلونیتریل، پلی کاپرولاکتون، پلی وینیل فلوراید و پلی استایرن نیز به این روش الکترورسی شده و نخ نانولیفی از آن ها تولید شد که نشان از سازگاری بالای روش جدید پیشنهادی دارد (شکل ۷). هرچند این نخ ها می توانند در فرآیند بریدینگ و دیگر روش های تولید سازه های منسوج مورد استفاده قرار بگیرند.

نخ بافته شده (برید) و یک لایه بی بافت (با آرایش یافتگی تصادفی لیاف) نیز آورده شده است. نخ های نانولیفی تابدار استحکام بالاتری از رشته بی بافت دارند. اما زمانی که این نخ ها به هم بافته می شوند (در حالت برید) استحکام آن ها بالاتر نیز می رود. استحکام نخ های نانولیفی وابسته به تاب آن است. زمانی که میزان تاب نخ ۴۲۰ tpm بود استحکام کششی و ازدیاد طول آن به ترتیب ۴۲ MPa و ۲۵٪ بود. با افزایش میزان تاب، هر دو این عوامل بالا می رود. هرچند با افزایش تاب تا ۳۵۰۰ tpm استحکام



شکل ۶. a. نمودار تنش - کرنش نخ نانولیفی تابدار، نخ بافته شده و نخ تابدار با آرایش یافتگی تصادفی لیاف. b. تاثیر میزان تاب بر روی استحکام نخ نانولیفی.

