

اثر دمای خشک کردن چیپس پلی استر بر خواص نخ نیمه جهت یافته

Effect of Drying Temperature of Polyester Chips on the Properties of Partially Oriented Yarn

لاله قاسمی، محمد مرشد*، محمد ذره بینی اصفهانی
اصفهان، دانشگاه صنعتی اصفهان، دانشکده نساجی، کد پستی ۸۴۱۵۴
دریافت: ۸۲/۱۱/۱۶، پذیرش: ۸۳/۴/۲۷

چکیده

خشک کردن ذرات جامد فرایندی است که در صنایع مختلف از جمله داروسازی، کشاورزی و نساجی کاربرد دارد. در کارخانه‌های تولید الیاف پلی استر که ماده اولیه آنها چیپس پلی استر است، فرایند خشک کردن اهمیت زیادی دارد. این امر به دلیل حساسیت زیاد گروه‌های استری موجود در پلی استر به آبکافت در مجاورت مولکول‌های آب است. در این پژوهش، اثر دمای خشک کردن چیپس پلی استر در محدوده دمای 170°C - 185°C بر خواص نخ نیمه جهت یافته تولیدی بررسی شده است. بدین منظور استحکام، ازدیاد طول تا پارگی، یکنواختی و تغییرات چگالی خطی بین رشته‌ها و همچنین، گرانشی ذاتی محلول چیپس و الیاف پلی استر در دماهای مختلف خشک کردن اندازه‌گیری شد. نتایج آزمایش‌ها نشان می‌دهد که دمای خشک کردن چیپس پلی استر از نظر آماری اثر معنی‌داری بر ویژگی‌های نخ نیمه‌جهت یافته تولیدی و گرانشی محلول چیپس و الیاف پلی استر دارد. در دماهای پایین خشک کردن (170°C) کیفیت نخ تضعیف می‌شود و یکنواختی و استحکام آن کاهش می‌یابد. در حالی که با افزایش دمای خشک کردن مقدار گردوغبار همراه چیپس پلی استر افزایش می‌یابد، وجود این ذرات باعث ناهمگنی جریان مذاب می‌شود.

واژه‌های کلیدی

پلی اتیلن ترفتالات، چیپس،
خشک کردن، رشته،
نخ نیمه جهت یافته

مقدمه

الیاف، باعث اهمیت زیاد آنها شده است. در سال‌های اخیر تعداد کارخانه‌های که الیاف پلی استر را از چیپس پلی استر تولید می‌کنند، روبه افزایش است. معمولاً چیپس پلی استر در شرکتی تولید می‌شود، سپس در کارخانه‌های تولید الیاف، تبدیل به الیاف پلی استر می‌شود [۲].

در حال حاضر، الیاف پلی استر در میان سایر الیاف مصنوعی، از اهمیت خاصی برخوردار است و حدود ۶۸ درصد کل الیاف مصنوعی مورد استفاده در صنایع نساجی را تشکیل می‌دهد [۱]. خواص مناسب این الیاف، از جمله بشور و بیوش بودن و اختلاط خوب آن با سایر

Key Words

PET, chips,
drying, filament,
partially oriented yarn

خشک کن پراکنشی، نوعی است که در آن اثر جریان هوا بر مواد باعث شناور شدن ذرات می شود. در مواردی که در این خشک کن ها از خلأ برای خشک کردن مواد استفاده شود، نیروی ارتعاشی برای شناورسازی مواد در داخل خشک کن بکار گرفته می شود. در این پژوهش خشک کنی از نوع پیوسته و بستر پر شده بکار گرفته شد. بدین ترتیب که چپس پلی استر به آرامی از بالای خشک کن وارد شده و جریان هوای داغ از پایین خشک کن داخل و از بالای آن خارج می شود. در بخش بالای خشک کن که دمای هوا کاهش می یابد، عملیات تبلور انجام می شود، سپس در بخش پایین تر خشک کن، چپس در هوای داغ خشک می شود.

آزمایش های انجام شده در این پژوهش نشان می دهد که در شرایط بکار گرفته شده در این پژوهش، در دمای 170°C رطوبت به اندازه کافی از چپس خارج نمی شود و این امر منجر به آبکافت زنجیرهای پلی استر می شود. بدیهی است که در دماهای کمتر از 170°C به دلیل باقی ماندن رطوبت بیشتر در چپس پلی استر، شدت آبکافت افزایش می یابد. با توجه به منابع متعددی که در زمینه اثر رطوبت بر آبکافت زنجیرهای پلی استر [۳-۵] موجود است، در این پژوهش اثر دمای خشک کردن در مقادیر کمتر از 170°C بررسی نشده است. از طرف دیگر در منابع موجود، اثر دماهای بیشتر از 185°C بر چپس پلی استر برای پلیمر شدن در فاز جامد (افزایش وزن مولکولی و انجام پلیمر شدن در فاز جامد زنجیرهای پلیمری در دماهای بیشتر از دمای تبدیل شیشه ای و کمتر از دمای ذوب، SSP, solid state polymerization) بررسی شده است [۸-۱۱]. بنابراین، در پژوهش حاضر بدون توجه به دماهای بیشتر از 185°C ، اثر دمای خشک کردن چپس پلی استر در محدوده دمایی $170-185^{\circ}\text{C}$ که در عمل بیشتر بکار می رود بر خواص الیاف تولیدی بررسی می شود.

تجربی

مواد

چپس پلی استر ساخت شرکت Hankook از کشور کره تهیه شد. خواص این چپس در جدول ۱ ارائه شده است. برای اندازه گیری گرانی ذاتی محلول چپس و الیاف پلی استر از مخلوط فنول / تتراکلرواتان تولید شده به وسیله شرکت مرک آلمان استفاده شد. فنول مورد استفاده به شکل جامد و تتراکلرواتان به شکل محلول بود که به نسبت وزنی ۶۰ به ۴۰ مطابق روش استاندارد با هم مخلوط و در اندازه گیری گرانی استفاده شد [۱۲].

در تمام کارخانه های تولید الیاف پلی استر که ماده اولیه آنها چپس پلی استر است، خشک کردن چپس پلی استر، مرحله ای مهم بشمار می رود. با انجام عملیات خشک کردن، چپس آماده عملیات ذوب و فرایند تولید الیاف می شود. گروه های استر موجود در زنجیر پلی استر در صورت وجود رطوبت در پلی استر در دماهای بالا مستعد آبکافت اند و در حالتی که آب موجود در چپس خارج نشود و پلیمر ذوب شود، به علت آبکافت (هیدرولیز) زنجیرهای پلی استر، کاهش سریع وزن مولکولی مشاهده می شود [۲-۵]. بنابراین، چپس پلی استر باید قبل از عملیات گرمایی و ذوب شدن در دماهای بالا به نحو مطلوبی خشک شوند. مقدار رطوبت موجود در چپس پلی استر بعد از عملیات خشک کردن نباید از ۰/۰۰۵ درصد تجاوز کند [۲-۵]. در حالتی که تخریب آبکافتی و کاهش وزن مولکولی زیاد باشد، تبدیل پلیمر مذاب به الیاف با خواص مطلوب ممکن نیست [۵]. برای تهیه چپس پلی استر، بعد از مرحله پلیمر شدن تراکمی، پلیمر مذاب به شکل رشته های ضخیم داخل آب سرد شده، سپس جامد می شود و به اندازه و شکل های معین چیده می شود. بسته به شرایط سرد کردن پلیمر مذاب، چپس حاصل بی شکل بوده یا دارای تبلور کمی است [۵]. به دلیل تبلور کمی که چپس پلی استر دارد، در دماهای بالا، مناطق بی شکل چپس نرم شده و در نتیجه طی عملیات خشک کردن، چپس به یکدیگر می چسبد [۲، ۳، ۵، ۶]. به عبارت دیگر، اگر چپس پلی استر خام گرم شود در دمای 40°C تا 120°C به یکدیگر می چسبد. برای جلوگیری از چسبیدن و کلوخه ای شدن چپس پلی استر در عملیات خشک کردن، باید قبل از این عملیات، چپس پلی استر متبلور شود [۲، ۳، ۵، ۶]. بنابراین، خشک کردن چپس پلی استر شامل دو مرحله است: در مرحله اول تبلور چپس پلی استر در دمای 100°C تا 120°C انجام می شود و در مرحله دوم، چپس در دماهای بالاتر خشک می شود [۳].

بسته به نوع خشک کن، خشک کردن چپس پلی استر و تبلور آن به شکل پیوسته یا ناپیوسته انجام می شود. در سیستم ناپیوسته، چپس پلی استر در محفظه ای جداگانه متبلور شده و سپس وارد خشک کن گردیده و خشک می شوند.

در خشک کن هایی که مواد جامد در حال حرکت اند، بسته به نوع حرکت مواد، دو نوع خشک کن وجود دارد [۷]:

- خشک کن بستر پر شده
- خشک کن پراکنشی

خشک کن های بستر پر شده، خشک کن هایی با سقوط آزاد موادند، که در آن مواد به شکل توده ای یا ذرات منفرد به داخل خشک کن رها شده و با نیروی وزن به سمت پایین حرکت می کند.

جدول ۱ - خواص چپس مورد استفاده در این پژوهش.

مقدار	واحد	خواص
۰/۶۴	dL/g	گرانروی ذاتی
۷۳/۵ ± ۵	—	میزان سفیدی (L)
۴/۵ ± ۲	—	رنگ (b)
۳۵	mEq/kg	مقدار گروه‌های انتهایی کربوکسیل
۱ ± ۰/۲	%Wt	مقدار دی‌اتیلن گلیکول
۰/۴	%Wt	مقدار تیتانیوم دی‌اکسید (TiO ₂)
۲۵۸ ± ۳	°C	دمای ذوب
۴ × ۴ × ۲/۵	mm	اندازه چپس

دستگاه‌ها

دستگاه‌های بکار گرفته شده در این پژوهش به قرار زیر است:

استحکام سنج با سرعت ازدیاد طول ثابت (rate elongation, CRE constant) ساخت شرکت زویک کشور آلمان مدل ۲۰۰۱ برای اندازه‌گیری استحکام کششی و ازدیاد طول نخ‌های نیمه جهت یافته، طیف سنج زیرقرمز Bomem مدل Mb۱۰۰ ساخت شرکت Hartmann and Braun کشور کانادا برای برداشت طیف FTIR از نخ‌های نیمه جهت یافته حاصل، میکروسکوپ نور قطبیده با روش جبرانی مدل ۴۵۰۹۱۰ Axiolab Pol ساخت شرکت Carl-Zeiss Lenze کشور آلمان شرقی برای تخمین ضریب شکست مضاعف نمونه‌های نخ نیمه جهت یافته، گرانروی سنج Opaque Cannan-Fenske ساخت شرکت Poulten, Selve, Lee کشور انگلستان به منظور اندازه‌گیری گرانروی محلول چپس و الیاف پلی‌استر، حمام روغن ساخت شرکت Townson and Mercer انگلستان برای ثابت نگه داشتن دمای گرانروی سنج، دستگاه Ketoskiki Evenness Tester مدل ۸۰C-KET برای اندازه‌گیری یکنواختی نخ نیمه جهت یافته حاصل، ویروسکوپ ساخت شرکت Lenzing آلمان برای اندازه‌گیری تغییرات چگالی خطی بین رشته‌ها، رطوبت سنج Fapa مدل WD-۲۰۲ ساخت کشور ایتالیا برای اندازه‌گیری رطوبت موجود در چپس پلی‌استر، نرم‌افزار آماری SAS به منظور تجزیه و تحلیل‌های آماری و دستگاه مذاب‌ریسی ساخت شرکت Noyvlesina کشور ایتالیا موجود در شرکت نخ پلی‌استر زاگرس به منظور تهیه الیاف.

روش‌ها

در فرایند تولید، ابتدا چپس خام پلی‌استر به سیلو واز آنجا به کمک

جریان هوا به تانک تغذیه در بالای خشک کن بستر پر شده منتقل شد، سپس چپس خام وارد خشک کن گردید. سیستم خشک کن به شکلی است که عملیات خشک کردن و تبلور بطور همزمان انجام می‌شود. بدین ترتیب که در بخش بالایی خشک کن عملیات تبلور و در ادامه، عملیات خشک کردن بطور همزمان به کمک هوای داغ و خشک انجام می‌شود. نمایی از خشک کن بستر پر شده و مشخصات کامل آن در شکل ۱ آمده است. خشک بودن هوایی که برای خشک کردن چپس پلی‌استر بکار می‌رود اهمیت زیادی دارد. برای آماده سازی هوای ورودی به خشک کن تجهیزاتی وجود دارد. وظیفه این بخش تولید هوای داغ و خشک برای استفاده در بخش خشک کن است. هوای مورد استفاده برای عملیات خشک کردن پس از عبور از این بخش کاملاً خشک شده و نقطه شبنم آن به ۴۰- تا ۴۵°C- می‌رسد. هوای عاری از رطوبت از گرمکنی عبور داده شده و دمای آن به مقدار مورد نظر رسیده سپس وارد خشک کن می‌شود. چپس پلی‌استر بعد از خشک شدن در این بخش وارد اکسترودر شده، در اثر فشار و گرمای موجود در اکسترودر ذوب می‌شود. اکسترودر مزبور ساخت شرکت بارمگ و از نوع تک پیچه دارای ۵ ناحیه گرمایی با دماهای مختلف است که ناحیه اول، کمترین دما (۲۷۳°C) و ناحیه پنجم، بیشترین دما (۲۹۵°C) را دارد. نمایی از این اکسترودر در شکل ۲ نشان داده شده است. پلیمر مذاب پس از عبور از روزنه‌های رشته‌ساز به شکل رشته‌های پلیمری در آمده، بی‌درنگ با عملیات خنک شدن، سرد و منجمد می‌شود. خنک شدن اصطلاحاً به فرایندی گفته می‌شود که به کمک آن رشته‌های پلیمری مذاب بعد از خروج از رشته ساز سرد می‌شوند. بعد از سرد شدن رشته‌ها، برای کم کردن مقدار اصطکاک نخ هنگام عبور از مراحل مختلف و جلوگیری از ایجاد الکتریسیته ساکن در آن، مواد ضدالکتریسیته به نخ اضافه می‌شود. سپس، برای درگیر کردن رشته‌ها با یکدیگر، رشته‌ها را از واحد گره‌زنی داخلی عبور می‌دهند. رشته‌ها حین عبور از این بخش در اثر جریان شدید هوا با یکدیگر درگیر شده، سپس با سرعت ۳۲۰۰ m/min روی بوبین پیچیده می‌شوند. الیاف تولید شده در این پژوهش دارای ۴۸ رشته و چگالی خطی ۲۵۸ dtex هستند. برای اندازه‌گیری گرانروی چپس و الیاف پلی‌استر مطابق روش استاندارد ASTM [۱۲]، ابتدا چپس و الیاف پلی‌استر در محلول فنول/تتراکلرواتان به نسبت وزنی ۴۰/۶۰ حل شده و سپس گرانروی در دمای ۲۵°C اندازه‌گیری شد. جهت یافتگی نمونه‌ها با تعیین ضریب شکست مضاعف از راه اندازه‌گیری ضخامت لیف به وسیله چشمی مدرج و استفاده از جدول رنگ‌های تداخلی میشل‌لوی ارزیابی شد [۱۳]. بدین منظور، ابتدا نمونه الیاف بین لام و لامل قرار گرفت و روی صفحه

برای تعیین رطوبت موجود در چپیس پلی استر از دستگاه اندازه گیری رطوبت که اساس کار آن بر فشارسنجی استوار است، استفاده شد [۱۴]. این روش براساس اندازه گیری فشار بخاری است که در اثر گرمای مقدار معینی چپیس پلی استر در دمای 20°C در خلأ خارج می شود. فشار بخار متناسب با درصد آب موجود در نمونه است و باعث جابه جا شدن مایع در داخل لوله u شکل می شود. برای انجام آزمایش ها ابتدا دستگاه با سدیم مولیبدات مدرج (کالیبره) شده و ضریب درجه بندی مشخص شد. پس از توزین مقدار مشخصی چپیس (۸ تا ۹ g) و قرار دادن آنها در لوله آزمایش و درون دستگاه، ابتدا سیستم به مدت ۳ min به خلأ متصل گردیده، سپس چپیس در دمای 20°C به مدت ۳۰ min قرار گرفت. بعد از گذشت ۳۰ min کل ارتفاع جابه جا شده در لوله براساس مقیاس میلی متر خوانده، سپس درصد رطوبت از معادله زیر محاسبه شد:

$$\text{درصد رطوبت} = \frac{L_{\text{tot}} \times F}{P} \quad (1)$$

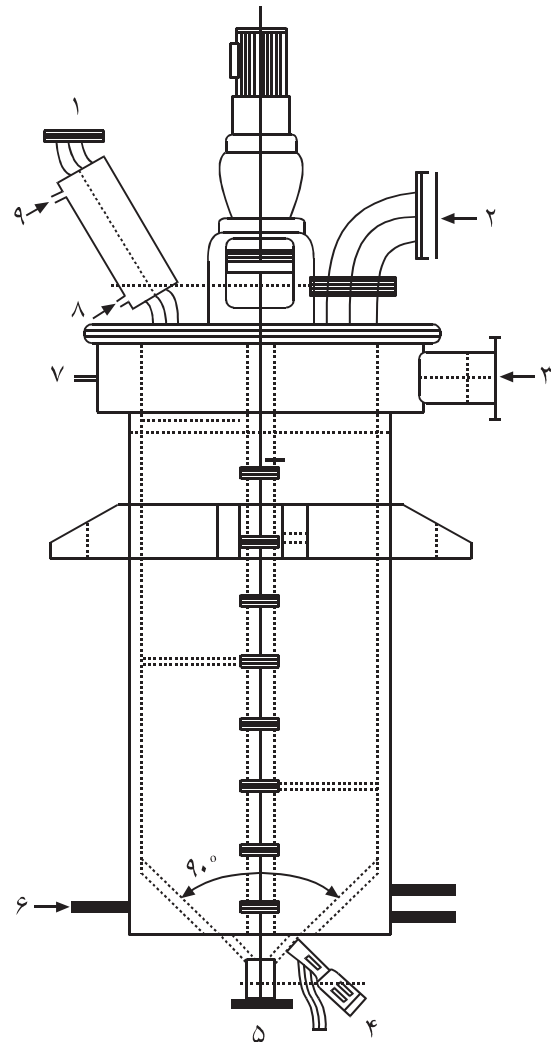
در این معادله L_{tot} کل ارتفاع جابه جا شده به وسیله مایع در طرف راست و چپ لوله u شکل، F ضریب درجه بندی و P وزن نمونه بر حسب گرم است.

برای برداشت طیف FTIR از نمونه ها، ابتدا مقدار کمی از الیاف به وسیله قیچی به قطعات بسیار ریز بریده شد و بعد از مخلوط کردن با پتاسیم برمید در هاون چینی به پرس دستی منتقل شد. در پرس، این مخلوط برای تولید فیلم فشرده شد. سپس، فیلم های حاصل در دستگاه طیف سنجی FTIR قرار گرفته و از هر یک از نمونه ها طیف برداشت شد [۱۵].

نتایج و بحث

اثر دمای خشک کردن بر رطوبت موجود در چپیس پلی استر

نتایج اندازه گیری های رطوبت موجود در چپیس پلی استر در دماهای مختلف خشک کردن در جدول ۲ آمده است. برای بررسی اثر شرایط خشک کردن بر رطوبت موجود در چپیس پلی استر در هر دما ۵ بار نمونه گیری انجام شد و رطوبت موجود در چپیس پلی استر اندازه گیری شد. میانگین رطوبت ۵ نمونه به عنوان رطوبت چپیس در آن دما گزارش شد. همان طور که ملاحظه می شود در دماهای 170°C و 173°C مقدار رطوبت موجود در چپیس پلی استر بیشتر از ۰/۰۰۵ درصد بوده است که این امر حاکی از خشک نشدن چپیس پلی استر به اندازه کافی است، اما

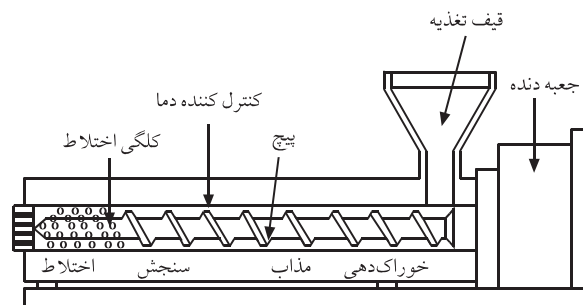


شکل ۱ - نمایی کلی از خشک کن بستر پر شده: (۱) ورودی چپیس به داخل خشک کن، (۲) خروجی هوا، (۳) ورودی هوا به خشک کن، (۴) محل نمونه گیری، (۵) محل خروج چپیس، (۶) ترموکوپل هوای ورودی، (۷) نگهدارنده، (۸) ورودی آب سرد، (۹) خروجی آب سرد.

چرخان میکروسکوپ مجهز به نور قطبیده مستقر شد. سپس، لیف در موقعیت ۴۵ درجه بین قطبنده و کافنده (erzanaly) عمود برهم، در موقعیت خاموش قرار داده شد. رنگ های تداخلی حاصل به دقت مشاهده شد و با تیغه جبران کننده مرتبه رنگ حاصل از تأخیر معین شد. با اندازه گیری قطر لیف به وسیله چشمی مدرج و استفاده از جدول رنگ های تداخلی میشل لوی، ضریب شکست مضاعف لیف که معیاری از مقدار جهت یافتگی است، معین شد.

گرانروی محلول چپیس پلی استر خام تغییری نکرده است. همان طور که نتایج نشان می دهد از دمای 180°C به بالا گرانروی ذاتی محلول چپیس پلی استر خام افزایش می یابد. افزایش گرانروی محلول چپیس پلی استر در حالت جامد ظاهراً به دلیل وقوع پدیده پلیمر شدن در فاز جامد زنجیرهای پلیمری چپیس پلی استر در دماهای بالاتر خشک کردن است. پلیمر شدن در فاز جامد سبب افزایش وزن مولکولی زنجیرهای پلیمری چپیس پلی استر در دماهای بیشتر از دمای تبدیل شیشه‌ای و کمتر از دمای ذوب می شود. از آنجا که دمای خشک کردن چپیس پلی استر نیز در این محدوده دمایی است، وقوع پلیمر شدن در فاز جامد پلی استر در دماهای خشک کردن، ظاهراً منطقی بنظر می رسد. بطور معمول پلیمر شدن در فاز جامد پلی استر در دماهای بالاتر از 200°C و در محیط نیتروژن انجام می شود. از آنجا که در دماهای بیش از 200°C تخریب اکسایشی در مجاورت هوا اتفاق می افتد، انجام عملیات پلیمر شدن در فاز جامد در محیط نیتروژن در دمای بیشتر از 200°C لازم و ضروری است. در غیر این حالت در دماهای بالاتر از 200°C تخریب اکسایشی بر پلیمر شدن پیشی می گیرد و اکسیژن هوا باعث تخریب چپیس پلی استر در حالت جامد و زرد شدگی پلیمر مذاب می شود [۴، ۸].

در این پژوهش، خشک کردن چپیس پلی استر در دماهای پایین تر از 200°C انجام شد. مطابق آنچه در منابع ذکر شده است در این دماها، هوا باعث تخریب اکسایشی چندانی در چپیس پلی استر نمی شود [۲] و نتایج نشان می دهد در این دماها پلیمر شدن در فاز جامد بر تخریب هایی که اتفاق می افتد پیشی می گیرد و وزن مولکولی زنجیرهای پلی استر در این دماها افزایش می یابد. کاناک و آنجیو در مروری که بر پژوهش های انجام شده در رابطه با پلیمر شدن در فاز جامد در سال ۱۹۹۶ انجام داده اند [۱۰]، بیان کرده اند که پلیمر شدن در فاز جامد پلی استر می تواند حتی در دماهای $175-180^{\circ}\text{C}$ و در زمان های نسبتاً طولانی انجام شود. پژوهشگران دیگری همچون چن، در پژوهش های خود به این نتیجه رسیده اند که پلیمر شدن



شکل ۲- نمایی کلی از اکسترودر دستگاه مذاب رسی.

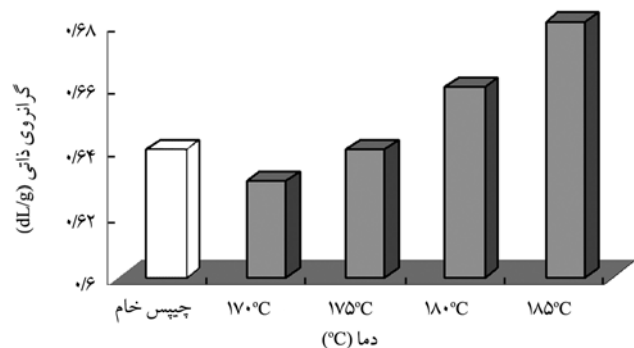
از دمای بیشتر از 175°C مقدار رطوبت به اندازه کافی کاهش یافته است (رطوبت از 0.05 درصد بیشتر نبوده است).

اثر دمای خشک کردن بر گرانروی چپیس پلی استر

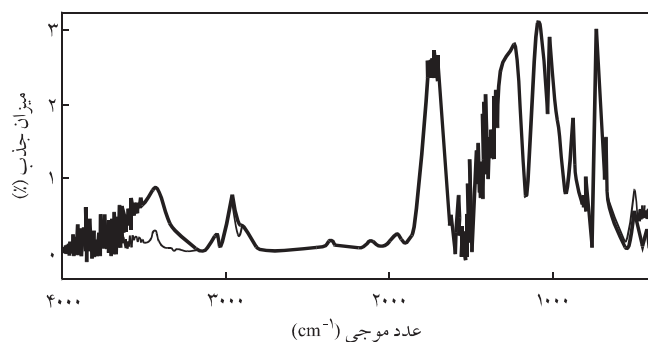
برای بررسی اثر شرایط خشک کردن بر گرانروی چپیس و الیاف پلی استر در هر دما ۵ بار نمونه گیری انجام شد و گرانروی چپیس و الیاف پلی استر اندازه گیری شد. میانگین گرانروی ۵ نمونه به عنوان گرانروی در آن دما گزارش شد. شکل ۳ اثر دمای خشک کردن چپیس پلی استر را بر گرانروی ذاتی محلول چپیس پلی استر نشان می دهد. همان طور که نتایج نشان می دهد در دمای 170°C که رطوبت موجود در چپیس پلی استر 0.084 درصد است، گرانروی ذاتی محلول چپیس پلی استر نسبت به گرانروی محلول چپیس پلی استر خام (0.164 dL/g) اندکی کاهش یافته است. این امر به این دلیل است که گروه های استری موجود در چپیس پلی استر بشدت مستعد آبکافت اند و وجود رطوبت نسبتاً زیاد و هوای داغ 170°C تا حدودی باعث آبکافت و تخریب زنجیرهای پلی استر شده است. در دمای 175°C با وجود این که رطوبت موجود در چپیس پلی استر به مقدار کافی کاهش می یابد، مشاهده می شود که گرانروی ذاتی محلول چپیس خشک شده در دمای 175°C نسبت به

جدول ۲- درصد رطوبت چپیس پلی استر در دماهای مختلف.

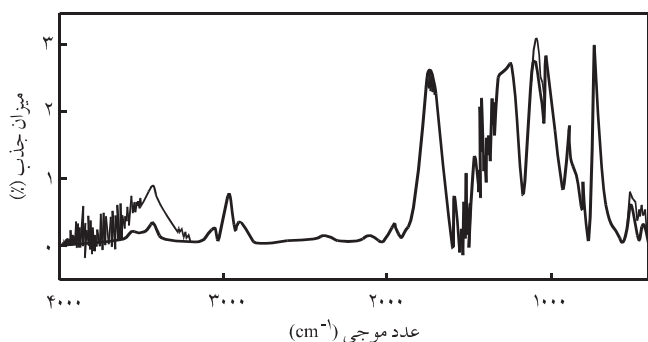
درصد رطوبت	دما ($^{\circ}\text{C}$)
۰/۴	چپیس خام
۰/۰۰۸۴	۱۷۰
۰/۰۰۶۳	۱۷۳
۰/۰۰۵۱	۱۷۵
۰/۰۰۴۴	۱۸۰
۰/۰۰۴۲	۱۸۵



شکل ۳- اثر دمای خشک کردن بر گرانروی ذاتی محلول چپیس پلی استر.

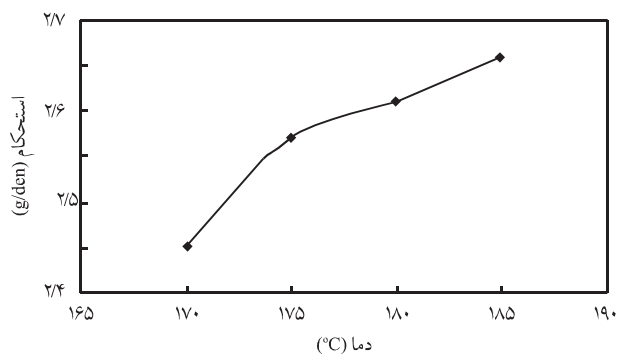


شکل ۴ - مقایسه طیف FTIR نمونه های چپس پلی استر تولید شده در دماهای مختلف: ۱۷۵°C (—) و ۱۸۰°C (---).



شکل ۵ - مقایسه طیف FTIR نمونه های چپس پلی استر تولید شده در دماهای مختلف: ۱۷۵°C (—) و ۱۸۵°C (---).

با پژوهش های انجام شده توسط زیابکی که در سال های اخیر انجام شده است، مطابقت دارد [۱۷]. مطابق پژوهش های که زیابکی انجام داده است در جهت یافتگی های کم و متوسط مناطق بی شکل ($f_a < 0.18$)، استحکام و مدول به وزن مولکولی چندان حساس نیست [۱۷]. در این پژوهش جهت یافتگی الیاف تولیدی در دماهای مختلف خشک کردن به وسیله میکروسکوپ نور قطبیده اندازه گیری شد و جهت یافتگی این الیاف در محدوده $f_a = 0.38 - 0.45$ تخمین زده شد. با وجود این که تعیین ضریب



شکل ۶ - اثر دمای خشک کردن چپس پلی استر بر استحکام الیاف.

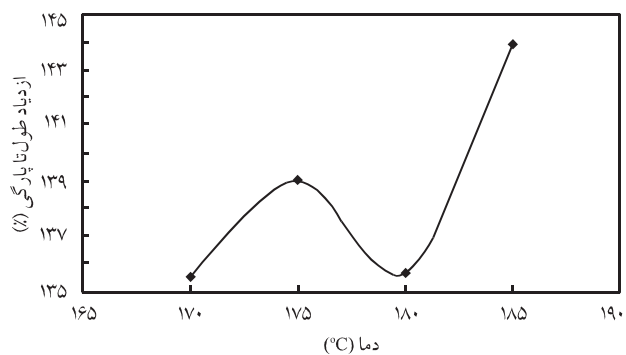
در فاز جامد پلی استر در دماهای ۱۶۰ - ۲۰۰°C می تواند رخ دهد [۱۷]. بنابراین، با توجه به مطالب ذکر شده می توان افزایش گرانیوی را به وقوع پدیده پلیمرشدن در فاز جامد نسبت داد. دلیل دیگر مبنی بر وقوع پدیده پلیمرشدن در فاز جامد زنجیرهای پلیمری در دماهای بالای خشک کردن، استفاده از طیف های FTIR نمونه های مختلف است. طیف FTIR یکی از روش هایی است که از آن برای اندازه گیری گروه های انتهایی پلی استر استفاده می شود [۱۶]. شکل های ۵ و ۶ نشان می دهد که شدت جذب گروه های انتهایی در نمونه هایی که دمای خشک کردن آنها ۱۸۰°C و ۱۸۵°C بوده کاهش یافته است.

مطابق پژوهش های انجام شده [۱۶]، محدوده $3100 - 3700 \text{ cm}^{-1}$ در طیف FTIR مربوط به جذب هیدروژن گروه های انتهایی است. همان طور که از شکل های ۴ و ۵ مشاهده می شود، شدت جذب در نمونه هایی که دمای خشک کردن آنها ۱۸۰°C و ۱۸۵°C بوده در این ناحیه کاهش یافته است. این امر به دلیل غلظت کمتر گروه های انتهایی در این نمونه هاست. بنظر می رسد غلظت کمتر گروه های انتهایی در این نمونه ها ناشی از پدیده پلیمرشدن در فاز جامد زنجیرهای پلی استر و به مصرف رسیدن گروه های انتهایی طی عملیات پلیمرشدن در فاز جامد است.

اثر دمای خشک کردن چپس پلی استر بر استحکام الیاف تولیدی

شکل ۶ اثر دمای خشک کردن چپس پلی استر بر استحکام الیاف تولیدی را نشان می دهد. در هر شرایط دمایی استحکام ۳۰ نمونه اندازه گیری شد و میانگین اندازه گیری ها به عنوان استحکام در آن دما گزارش شد. همچنین، جدول ۳ درصد کاهش گرانیوی الیاف نسبت به چپس پلی استر را در دماهای مختلف خشک کردن نشان می دهد.

همان طور که مشاهده می شود، با افزایش دمای خشک کردن استحکام الیاف تولیدی زیاد و درصد کاهش گرانیوی الیاف نسبت به گرانیوی چپس پلی استر کم می شود. کاهش زیادتر گرانیوی الیاف نسبت به گرانیوی چپس پلی استر و کاهش استحکام در دمای ۱۷۰°C نسبت به دمای ۱۷۵°C به دلیل تخریب آبکافتی پلی استر به علت خارج نشدن رطوبت به اندازه کافی از چپس پلی استر در دمای ۱۷۰°C است. همچنین، مشاهده می شود با افزایش دمای خشک کردن گرانیوی و استحکام الیاف پلی استر حاصل افزایش یافته است. دلیل این امر را می توان به افزایش وزن مولکولی پلی استر در دماهای بالا نسبت داد. البته تجزیه و تحلیل های آماری نشان می دهد که تفاوت استحکام بین دماهای ۱۸۰°C و ۱۸۵°C از نظر آماری معنی دار نیست. به عبارت دیگر افزایش گرانیوی چپس پلی استر در دماهای خشک کردن بالاتر از ۱۸۰°C اثر چشمگیری بر استحکام الیاف ندارد و استحکام الیاف تولیدی به مقدار کمی افزایش یافته است. این امر



شکل ۷- اثر دمای خشک کردن چپیس پلی استر بر ازدیاد طول تا پارگی الیاف تولیدی.

افزایش وزن مولکولی منجر به تاخوردگی زنجیرهای پلیمری، کاهش جهت یافتگی و در نتیجه افزایش ازدیاد طول تا پارگی می شود. بنابراین، افزایش جهت یافتگی الیاف تولید شده در دمای 180°C نسبت به دمای 175°C را می توان به افزایش گرانیوی چپیس پلی استر در دمای 180°C نسبت به دمای 175°C مربوط دانست. این امر منجر به افزایش تنش ریسندگی و در نتیجه افزایش جهت یافتگی و کاهش ازدیاد طول تا پارگی می شود. بنظر می رسد افزایش گرانیوی در دمای 185°C منجر به تاخوردگی زنجیرهای پلیمری و در نتیجه کاهش جهت یافتگی و افزایش ازدیاد طول تا پارگی می شود.

اثر دمای خشک کردن چپیس بر یکنواختی الیاف تولید شده

یکی از عوامل مهمی که بر کیفیت الیاف تولید شده اثر بسزایی دارد، یکنواختی الیاف است. در این پژوهش، معیاری که برای اندازه گیری یکنواختی الیاف تولیدی استفاده شد، درصد ضریب تغییر (coefficient of variation, CV%) جرمی در 100 متر نخ است. شکل ۸ اثر دمای خشک کردن بر درصد ضریب تغییر الیاف تولید شده را نشان می دهد. بدین منظور در هر شرایط دمایی یکنواختی 30 نمونه گرفته شد، سپس مقدار میانگین در هر دما محاسبه گردید. همان طور که مشاهده می شود در دماهای بیشتر و کمتر از 175°C نایکنواختی افزایش می یابد.

شکل ۹ اثر دمای خشک کردن بر درصد ضریب تغییر چگالی خطی بین 48 رشته را نشان می دهد. بدین منظور در هر شرایط دمایی 5 نمونه گرفته شد، برای هر نمونه چگالی خطی تک تک رشته ها اندازه گیری و سپس ضریب تغییرات بین رشته ها محاسبه گردید. ملاحظه می شود که در دماهای بیشتر و کمتر از 175°C ، درصد ضریب تغییر چگالی خطی بین 48 رشته افزایش یافته است. البته تجزیه و تحلیل های آماری نشان می دهد که تفاوت چگالی خطی بین رشته ها در دمای 175°C و 180°C از

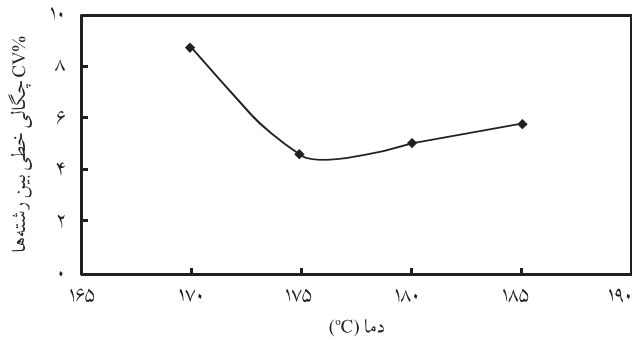
جدول ۳ - درصد کاهش گرانیوی الیاف پلی استر نسبت به گرانیوی چپیس در دماهای مختلف.

کاهش گرانیوی (%)	دما ($^{\circ}\text{C}$)
۱۰	۱۷۰
۶	۱۷۵
۵	۱۸۰
۴	۱۸۵

شکست مضاعف با این روش خیلی دقیق نیست، ولی در هر حال نتایج اندازه گیری ضریب شکست مضاعف نشان می دهد که این اعداد با عدد $0/8$ مطرح شده توسط زیابکی فاصله زیادی دارد. بنابراین، می توان گفت در جهت یافتگی کم، وزن مولکولی اثر زیادی بر استحکام ندارد و این نتایج با نتایج زیابکی مطابقت دارد.

اثر دمای خشک کردن بر ازدیاد طول تا پارگی الیاف تولید شده

شکل ۷ اثر دمای خشک کردن را بر ازدیاد طول تا پارگی الیاف تولیدی نشان می دهد. در هر شرایط دمایی ازدیاد طول تا پارگی 30 نمونه اندازه گیری شد و میانگین اندازه گیری ها به عنوان ازدیاد طول تا پارگی در آن دما گزارش شد. همان طور که مشاهده می شود در دمای 170°C ازدیاد طول الیاف تولیدی نسبت به دمای 175°C کاهش یافته است. بنظر می رسد در دمای 170°C به علت وقوع تخریب آبکافتی، طول زنجیرها کوتاهتر و در نتیجه ازدیاد طول تا پارگی الیاف تولیدی نسبت به دمای 175°C کاهش یافته است. با افزایش دمای خشک کردن تا حدی ازدیاد طول تا پارگی الیاف تولیدی کاهش یافته، سپس افزایش می یابد. مطابق پژوهش های انجام شده توسط سومومیو و تاتسوکای [۱۸] با افزایش گرانیوی محلول پلیمر و وزن مولکولی آن، جهت یافتگی الیاف افزایش می یابد، در نتیجه ازدیاد طول تا پارگی آن کم می شود. نظر این پژوهشگران بر این است که با افزایش وزن مولکولی، تنش ریسندگی در مذاب ریزی افزایش می یابد و با افزایش تنش ریسندگی جهت یافتگی افزایش می یابد. رائو و دنوتز پژوهش هایی روی اثر وزن مولکولی بر جهت یافتگی زنجیرهای پلیمری در پلی استر انجام داده اند [۱۹]. نتایج پژوهش های آنان حاکی از این امر است که با افزایش وزن مولکولی، تاخوردگی زنجیرهای پلیمری افزایش و در نتیجه جهت یافتگی کاهش می یابد و این امر منجر به افزایش ازدیاد طول تا پارگی می شود [۱۹]. بنظر می رسد که افزایش وزن مولکولی تا محدوده ای باعث افزایش تنش ریسندگی شده، این امر منجر به افزایش جهت یافتگی زنجیرهای پلیمری می شود. در حالتی که وزن مولکولی از حدی بیشتر شود،



شکل ۹- اثر دمای خشک کردن چپیس پلی استر بر درصد ضریب تغییر (CV%) چگالی خطی بین رشته‌ها.

افزایش درصد ضریب تغییر چگالی خطی بین رشته‌ها می‌شود، افزایش گرد و غبار همراه با چپیس پلی استر در دماهای بیشتر از ۱۷۵°C است. علت افزایش گرد و غبار همراه با چپیس پلی استر در دماهای بالا را می‌توان این‌طور توجیه کرد که در این حالت، دما در بخش بالای خشک کن که عملیات تبلور در آنجا انجام می‌شود، افزایش نسبی می‌یابد و باعث بهم چسبیدن بیشتر و کلوخه‌ای تر شدن چپیس پلی استر می‌شود. درون خشک کن، همزنی برای جدا کردن چپیس بهم چسبیده وجود دارد. هنگام جدا کردن چپیس کلوخه‌ای شده از یکدیگر به وسیله همزن، مقداری گرد و غبار ناشی از این عملیات مکانیکی ایجاد می‌شود. بررسی منابع نشان می‌دهد [۲۲] که این ذرات در خشک کن در اثر هوای داغ در فاز جامد، پلیمر شده، با توجه به اندازه کوچکتر این ذرات در مقایسه با چپیس، افزایش وزن مولکولی آنها نسبت به چپیس پلی استر سریع‌تر و بیشتر است، در نتیجه تفاوت گرانروی این ذرات با چپیس موجب نایکخواختی و ناهمگنی بیشتر پلیمر مذاب می‌شود. پژوهش‌های انجام شده توسط کشاو و دیوار سوامی [۲۲] نشان می‌دهد که وجود این ذرات باعث ایجاد نقاط ضخم در رشته تولید شده می‌شود که این امر منجر به نایکخواختی‌های بیشتر جرمی در طول رشته و لیف می‌شود.

تجزیه و تحلیل‌های آماری

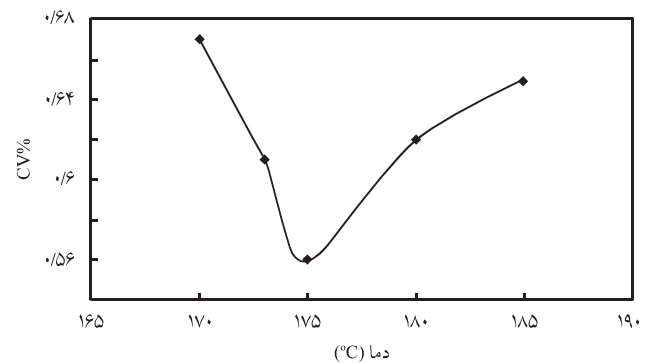
به منظور بررسی اثر معنی‌دار دما بر استحکام، ازدیاد طول تا پارگی، درصد ضریب تغییر چگالی خطی بین رشته‌ها، یکنواختی نخ نیمه جهت یافته حاصل و گرانروی چپیس و الیاف پلی استر تجزیه واریانس داده‌ها در قالب طرح کاملاً تصادفی انجام شد و نتایج با آماره F و $\alpha = 0.05$ مقایسه شد. نتایج تجزیه واریانس نشان می‌دهد که دمای خشک کردن چپیس پلی استر بر ویژگی‌های نخ نیمه جهت یافته حاصل و گرانروی چپیس و الیاف پلی استر اثر معنی‌دار دارد.

نظر آماری معنی‌دار نیست. در دمای ۱۷۰°C رطوبت موجود در چپیس پلی استر بیشتر از ۰/۰۰۵ درصد بوده است و در نتیجه تخریب آبکافتی پلی استر در حالت مذاب بیشتر اتفاق می‌افتد که این امر بر درصد ضریب تغییر چگالی خطی بین رشته‌ها اثر می‌گذارد. مقدار خروجی پلیمر از روزنه‌های رشته‌ساز را می‌توان از معادله زیر بدست آورد [۲۰]:

$$Q = \frac{\pi R^2 \Delta P}{8 \mu_0 L} \quad (2)$$

در این معادله شعاع رشته‌ساز، L طول روزنه رشته‌ساز، ΔP اختلاف فشار بین رشته‌ساز و صافی و μ_0 گرانروی مذاب پلیمری است. همان‌طور که از معادله ۲ مشخص است مقدار پلیمر خروجی از هر یک از روزنه‌های رشته‌ساز بطور معکوس با گرانروی پلیمر مذاب در ارتباط است. تخریب آبکافتی پلی استر در حالت مذاب باعث می‌شود که گرانروی پلیمر مذاب از نقطه‌ای به نقطه دیگر متفاوت باشد [۲۰]. با توجه به معادله ۲ این امر منجر به تفاوت مقدار خروجی از هر یک از روزنه‌های رشته‌ساز و در نتیجه تغییرات چگالی خطی بین رشته‌ها و افزایش درصد ضریب تغییر چگالی خطی بین رشته‌ها می‌شود.

همان‌طور که در بخش‌های قبل گفته شد، در دماهای ۱۸۰°C و ۱۸۵°C ظاهراً وزن مولکولی در حالت جامد افزایش می‌یابد. مطالعه منابع نشان می‌دهد [۲۱] که وقوع پلیمر شدن در فاز جامد منجر به پهن تر شدن توزیع وزن مولکولی پلیمر می‌شود، این امر منجر به چند توزیعی و ناهمگنی وزن مولکولی می‌شود. چند توزیعی و ناهمگنی وزن مولکولی منجر به تغییر گرانروی از نقطه‌ای به نقطه دیگر شده، با توجه به مطالبی که ذکر شد، این موضوع باعث افزایش درصد ضریب تغییر چگالی خطی بین رشته‌ها و افزایش درصد ضریب تغییر در طول لیف می‌شود. در دماهای بیشتر از ۱۷۵°C عامل دیگری که منجر به کاهش یکنواختی در طول لیف و همچنین



شکل ۸- اثر دمای خشک کردن بر درصد ضریب تغییر (CV%) الیاف تولید شده.

نتیجه گیری

پلیمر شدن در فاز جامد اتفاق افتد، زیرا این امر منجر به نایکنواختی بیشتر الیاف تهیه شده می شود.

قدردانی

بدین وسیله از همکاری ها و مساعدت های هیأت مدیره شرکت نخ پلی استر زاگرس به ویژه آقای مهندس حسین قزوینی و کلیه کارکنان زحماتش شرکت نخ پلی استر زاگرس و آقای مهندس سیدمجید حسینی در انجام این طرح قدردانی می شود.

مراجع

- Engelhardt A., World Production of Synthetic Fibers, *The Fiber Year 2002*, 29, May 2003.
- Whitehead B.D., The Crystallization and Drying of PET, *Ind. Eng. Chem., Proc. Desing and Develop.*, **16**, 341-347, 1977.
- Gupta V.B and Kathari V.K., *Manufactured Fiber Technology*, Chapman and Hall, New York, 296, 1997.
- Grassie N., *Developments in Polymer in Degradation*, Applied Science, London, New York, **5**, 112-116, 1984.
- Fourne F., *Synthetic Fibers : Machines and Equipments, Manufacture, Properties*, Hanser / Guadner, Germany, 73-75, 1999.
- Helmut H., Friction Resistance and Stickness of Polyester Chips, *Indust. Eng. Chem. Product Res. Develop.*, **15**, 192-197, 1976.
- Strumilo C. and Kudra T., *Drying Principle Design and Application*, Gordon-Breach, New York, 1981 (Translated by Pahlavan-zadeh H., Persian, Tarbiat Modarres University, 233-245, 1998.
- Jabarin S.A. and Lofgren E.A., Solid State Polymerization : Kinetic and Property Parameters, *J. Appl. Polym. Sci.*, **32**, 5315-5335, 1986.
- Ben D., Reaction Kinetics for Solid-State Polymerization of PET, *J. Appl. Polym. Sci.*, **81**, 1748-1761, 2001.
- Kanak B.D and Anju S., Solid State Polymerization: A Review, *Man Made Textile in India*, **39**, 401-405, November 1996.
- Chang T.M., Kinetics of Thermally Induced Solid State Polymerization of PET, *Polym. Eng. Sci.*, **10**, 364-368, 1970.
- Standard Test Method for Determining Inherent Viscosity of PET by Glass Capillary Viscometer, Annual Book of ASTM Standards, 07, 104-107, 1977.
- Yousefi M., *Fiber Physical Structure (in Persian)*, Isfahan University of Technology, 142-145, 1994.
- Method KFPETO27-Determination of Moisture Content on Polyethylene-terephthalate Chips Manometric Method, Polyester Chemical Laboratory Original Information from Noyvalesina Company, Italia, 17-24, 2002.
- Shafiee A., *Cromatography and Spectroscopy (in Persian)*, Tehran University, 142-145, 1994.
- Abdu Razaak S., End Group Detemination in PET by IR, *Polym. Int.*, **51**, 174-184, 2002.
- Sajkiewicz P., Ziabicki A. and Jarecki L., Effects of Structure and Formation Conditions on Mechanical Properties of PET Fibers, *Fibers and Text. East. Eur.*, April/June, 44-51, 1998.
- Susumu K. and Tatsuki M., Studies on Melt Spinning: Steady-State and Transient Solutions of Fundamental Equation Compared with Experimental Results, *J. Appl. Polym. Sci.*, **11**, 251-287, 1967.
- Rao M.V and Dweitz N.E., Influence of Molecular Weight on the Ordered State in PET, *J. Appl. Polym. Sci.*, **31**, 1239-1249, 1986.
- Gregory D.R., Improving Property and Processing Performance of Melt Spun Fibers, *Int. Nonwoven J.*, **3**, 15-21, 2000.
- Hosseini A., *Study of Effective Parameters on Solid State Polymerization of Nylone*, MSc Thesis, Isfahan University of Technology, 22-23, 2002.
- Keshave V.D and Duraiswamy R., Property of Filament Spun from PET Chips Containing PET-Dust, *J. Appl. Polym. Sci.*, **28**, 3619-3628, 1983.