

# High-Speed Melt Spinnability, Structural and Physical Properties of a Low Melting Copolyester Multifilament Yarn

Mohammad Ali Tavanaie<sup>1\*</sup>, Mohammad Karimi<sup>1</sup>, Amin Ebrahimzade<sup>1</sup>,  
Maryam Kurang Beheshti<sup>1</sup>, Shahin Kazemi<sup>2</sup>

1. Textile Engineering Department, Amirkabir University of Technology, Tehran, Iran
2. Parsian Poly Tex Engineering and Trading Company, P.O. Box 1587845718, Tehran, Iran

Received: 13 August 2023, accepted: 28 February 2024

## ABSTRACT

**Hypothesis:** Fibers with low melting point have high bonding strength with other fibers, and in addition, they have a controllable melting temperature and good processability. Currently, these fibers are used in production of non-woven fabrics for textile, medical and agricultural applications. In this study, melt spinnability of two grades of low melting point co-polyester in high speed spinning has been investigated. Also, structural, rheological and physical properties of the resulting filament yarn have been studied.

**Methods:** The properties of polymeric chips were investigated, and for this purpose, differential scanning calorimetry analysis, melting point determination test, drying conditions and rheological analysis were carried out. Then filament yarns produce, and their properties were investigated. Linear density, yarn tensile properties, melting temperature, thermal shrinkage, rheological properties, X-ray diffraction, differential scanning calorimetry, optical birefringence index and surface longitudinal cross-section were analyzed.

**Findings:** The results of thermal analysis of polymeric chips with low melting point analysis showed that the used polymers are not crystalline and their melting point is about 176°C. The temperature 60°C for 24 h is enough to dry the chips, and the melt of these materials has a viscous behavior. Both low melting point co-polyesters grades were spun by melt spinning process. But only one of them had a suitable spinnability. After melt spinning, as-spun yarns were drawn because it was necessary to produce no brittle filaments. The results of the investigation of the properties of as-spun and drawn yarns showed that the best conditions for melt spinning of the copolyester yarn is as follows: the optimum extrusion temperature of 230°C and the take-up speed of 2500 m/min. All samples have no crystalline region, the polymer chains are oriented, and the phenomenon of rheological instability, such as melt fracture during melt spinning, which disrupts the cross-sectional area of the fibers, has not occurred.

### Keywords:

low melt co-polyesters,  
melt spinning,  
spinnability,  
crystallinity,  
orientation

(\*To whom correspondence should be addressed.

E-mail: [tavanaie@aut.ac.ir](mailto:tavanaie@aut.ac.ir)

### Please cite this article using:

Tavanaie M.A., Karimi M., Ebrahimzade A., Kurang Beheshti M., Kazemi S., High-Speed Melt Spinnability, Structural and Physical Properties of a Low Melting Copolyester Multifilament Yarn, *Iran. J. Polym. Sci. Technol. (Persian)*, **36**, 521-537, 2023-2024.

# قابلیت مذاب‌ریسی با سرعت زیاد و خواص ساختاری و فیزیکی نخ چندرشته‌ای کوپلی‌استر با دمای ذوب کم

دسترس‌پذیر در نشانی: <http://jips.ippi.ac.ir>

مجله علوم و تکنولوژی پلیمر،

سال سی و ششم، شماره ۵،

صفحه ۵۳۷-۵۲۱، ۱۴۰۲

ISSN: 1016-3255

Online ISSN: 2008-0883

DOI: 10.22063/JIPST.2024.3470.2258

محمدعلی توانائی<sup>۱\*</sup>، محمد کریمی<sup>۱</sup>، امین ابراهیم‌زاده<sup>۱</sup>، مریم کورنگ بهشتی<sup>۱</sup>، شاهین کاظمی<sup>۲</sup>

۱- تهران، دانشگاه صنعتی امیرکبیر، دانشکده مهندسی نساجی، صندوق پستی ۴۳۱۱-۱۵۹۱۶۳

۲- تهران، شرکت خدمات مهندسی نساجی پارسیان پلی‌تکس، صندوق پستی ۱۵۸۷۸۴۵۷۱۸

دریافت: ۱۴۰۲/۵/۲۲، پذیرش: ۱۴۰۲/۱۲/۹

## چکیده

**فرضیه:** الیاف با دمای ذوب کم، قدرت اتصال زیادی با سایر الیاف داشته و افزون بر این دمای ذوب کنترل‌پذیر و فرایندپذیری خوبی دارند. در حال حاضر، این الیاف در تولید منسوجات بی‌باقت برای کاربردهای نساجی، پزشکی و کشاورزی استفاده می‌شوند. در مطالعه حاضر، قابلیت ریسندگی دو نوع کوپلی‌استر با دمای ذوب کم و برخی خواص ساختاری و فیزیکی نخ چندرشته‌ای حاصل از آن بررسی شده است.

**روش‌ها:** برای بررسی خواص چپس‌های تهیه‌شده آزمون‌های گرماسنجی پویشی تفاضلی، آزمون تعیین دمای ذوب، آزمون شرایط خشک‌کردن و تعیین خواص مرتبط با رئولوژی انجام شد. سپس، نخ‌های چندرشته‌ای تولید و خواص آن‌ها بررسی شد. چگالی خطی، خواص کششی نخ، دمای ذوب، جمع‌شدگی گرمایی، خواص رئولوژیکی، پراش و گرمایی، ضریب دوشکستی نوری و سطح مقطع طولی نخ مطالعه شد.

**یافته‌ها:** نتایج آزمون گرمایی چپس‌های کوپلی‌استر با دمای ذوب کم نشان داد، پلیمرهای استفاده‌شده بلوری نیستند و دمای ذوب آن‌ها حدود  $176^{\circ}\text{C}$  است. دمای  $60^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲۴ h برای خشک‌کردن چپس‌ها کافی است و مذاب این مواد رفتاری گران‌رو نشان می‌دهد. دو نوع کوپلی‌استر با دمای ذوب کم ذوب‌ریسی شدند که در نهایت قابلیت مذاب‌ریسی کوپلی‌استر با گران‌روی ذاتی زیاد بهتر بود. اعمال فرایند کشش روی نخ نوریس بلافاصله پس از ریسندگی به‌منظور جلوگیری از تردشدگی رشته‌ها الزامی بود. نتایج بررسی خواص نخ‌های نوریس و کشیده‌شده نشان داد، بهترین شرایط تولید نخ نوریس زمانی ایجاد می‌شود که دمای اکستروژن  $230^{\circ}\text{C}$  و سرعت برداشت  $2500\text{ m/min}$  باشد. همه نمونه‌ها بدون ناحیه بلوری بودند، زنجیرهای پلیمری آرایش‌یافتگی داشته و حین مذاب‌ریسی پدیده‌های ناپایداری رئولوژیکی همچون شکست مذاب رخ نداد که باعث به‌هم‌ریختگی سطح مقطع الیاف شود.

## واژه‌های کلیدی

کوپلی‌استر با دمای ذوب کم،  
مذاب‌ریسی با سرعت زیاد،  
قابلیت ریسندگی نخ چندرشته‌ای،  
بلورینگی،  
آرایش‌یافتگی

\* مسئول مکاتبات، پیام‌نگار:

tavanaie@aut.ac.ir

## مقدمه

کوپلی‌استرهای با دمای ذوب کم به‌طور معمول از کومونومرهای آلیفاتیک-آروماتیک ساخته شده‌اند و وجود هر دو بخش آلیفاتیک و آروماتیک باعث ایجاد خواص جدید در این کوپلی‌استرها شده است. در اصطلاح به این پلیمرها، کوپلی‌استر آلیفاتیک-آروماتیک می‌گویند. بیشتر کوپلی‌استرهای با دمای ذوب کم تجاری بر پایه ۴،۱-بوتان‌دی‌ال، آدیپیک اسید و ترفتالیک اسید هستند و دمای ذوب آن‌ها حدود  $100^{\circ}\text{C}$  از پلی‌(اتیلن ترفتالات) کمتر است و خواص استحکامی کمتر و ازدیاد طول بیشتری در نقطه پارگی دارند [۱-۳].

Ki و همکاران [۴] پلی‌(بوتیلن سیکلوهگزان دی‌متیلن سوکسینات ترفتالات) با نسبت‌های مختلف از مونومرهای ۴،۱-بوتان‌دی‌ال، ۴،۱-سیکلوهگزان دی‌متانول، سوکسینیک اسید و دی‌متیل ترفتالات را سنتز کرده و دمای ذوب آن‌ها را اندازه‌گیری کردند. بررسی دمای ذوب مشخص کرد، بسته به نسبت مونومرها، دمای ذوب این کوپلی‌استرها از  $73^{\circ}\text{C}$  تا  $133^{\circ}\text{C}$  متفاوت است و نمونه‌های با بیش از ۴۰٪ از ۴،۱-سیکلوهگزان دی‌متانول ذوب نمی‌شوند. این موضوع نشان می‌دهد، ساختار حلقوی ۴،۱-سیکلوهگزان دی‌متانول به شدت ساختار بلوری پلیمر را مختل می‌کند.

الیاف با دمای ذوب کم (شامل الیاف کوتاه و رشته‌ای) قدرت اتصال زیادی با سایر الیاف دارند. افزون بر این، دمای ذوب کنترل‌پذیر و فرایندپذیری خوبی دارند. در نیم قرن اخیر، الیاف منقطع با دمای ذوب کم با موفقیت تولید شدند و توجه زیادی به آن‌ها جلب شد. امروزه الیاف کوپلی‌استر با دمای کم کاربردهای مختلفی در تولید پارچه‌های بی‌بافت مصرفی در کاربردهای نساجی، پزشکی و کشاورزی دارند. نخ‌های چندرشته‌ای با دمای ذوب کم با نخ‌های رشته‌های معمولی مخلوط شده و برای تولید نخ‌های مصرفی در کف کفش‌های ورزشی، نخ شنیل (chenille) و نخ‌های اتصال‌دهنده استفاده می‌شوند [۳، ۵، ۶].

این الیاف دوستدار محیط‌زیست بوده، دارای قدرت ایجاد پیوند زیاد، دمای ذوب کم و فرایندپذیری خوبی هستند. الیاف بی‌بافت پلی‌استر با دمای ذوب کم به‌عنوان محیط کشت بدون خاک استفاده می‌شود که به گیاهان اجازه رشد بدون خاک را می‌دهد [۷]. از نخ چندرشته‌ای یا نخ ریسیده از کوپلی‌استر با دمای ذوب کم برای تولید نخ‌های دوخت ساده و مقاوم به چروک، نخ‌های شنیل، پارچه‌های رویی کفش و از الیاف پوسته مغزی متشکل از پوسته کوپلی‌استر با دمای ذوب کم و مغزی پلی‌استر معمولی، در پارچه‌های بی‌بافت با اتصال‌های گرمایی مؤثرتر و از نخ چندرشته‌ای خالص آن در پارچه‌های تقویت‌کننده (لایه چسباننده یا پیوندزنده) استفاده می‌شود [۸، ۹]. کوپلی‌استرهای با دمای ذوب کم تجاری اغلب بر پایه ۴،۱-بوتان‌دی‌ال، آدیپیک

اسید و ترفتالیک اسید هستند و دمای ذوب آن‌ها حدود  $100^{\circ}\text{C}$  از پلی‌(اتیلن ترفتالات) کمتر است. خواص استحکامی کمتر و ازدیاد طول بیشتری در نقطه پارگی دارند. برخی پژوهشگران معتقدند، الیاف حاصل از کوپلی‌استرهای آلیفاتیک-آروماتیک به‌طور تقریبی استحکام کم، کشسانی زیاد و مدول اولیه کمی دارند. این موارد نشان می‌دهد، این الیاف انعطاف‌پذیری بهتر و استحکام کمتری نسبت به پلی‌استرهای ساخته‌شده از مونومرهای آروماتیک دارند [۱۰]. سرعت تولید الیاف نوریس با توجه به نوع پلیمر و شرایط ریسندگی آن متفاوت است.

Younes و همکاران [۱۱] در پژوهشی با سرعت  $36\text{ m/min}$  اقدام به ریسیدن الیافی بر پایه کومونومرهای بوتان‌دی‌ال، آدیپیک اسید و ترفتالیک اسید کردند. Twarowska و همکاران [۱۲] الیاف کوپلی‌استر با سرعت  $900\text{ m/min}$  تولید کردند. شی و همکاران الیافی با سرعت بیشتر تولید کرده و تهیه الیاف نوریس مذاب‌ریسی شده با سرعت  $2000\text{ m/min}$  را گزارش کردند. الیاف کوپلی‌استر نوریس تولیدشده این قابلیت را داشتند که دو تا سه برابر کشیده شوند [۱۲، ۱۳]. Younes و همکاران [۱۴] با استفاده از تحلیل آماری اثر دمای ریسندگی، سرعت پمپ دنده‌ای، روغن ریسندگی، سرعت هوای خنک‌کننده و سرعت پیچش را بر فشار سر ریسندگی کوپلی‌استر آلیفاتیک-آروماتیک بر پایه بوتان‌دی‌ال، آدیپیک اسید و ترفتالیک اسید بررسی کردند. آن‌ها ابتدا از دانه کوپلی‌استر بر پایه بوتان‌دی‌ال، آدیپیک اسید و ترفتالیک اسید با روش مذاب‌ریسی الیاف تهیه کرده و سپس خواص آن را بررسی کردند. بر این اساس سرعت پمپ دنده‌ای و سرعت پیچش بیشترین اثر را بر نسبت کشش ریسندگی دارند. همچنین در بررسی دیگری نشان دادند، پارامترهای دمای ریسندگی، سرعت پمپ دنده‌ای، روغن ریسندگی، سرعت هوای خنک‌کننده و سرعت پیچش بر خواص مکانیکی الیاف حاصل از کوپلی‌استر بر پایه کومونومرهای بوتان‌دی‌ال، آدیپیک اسید و ترفتالیک اسید اثرگذار است و بیشترین اثر را دمای ریسندگی، سرعت پیچش و سرعت پمپ دنده‌ای بر استحکام دارند و مهم‌ترین عامل‌های اثرگذار بر کشش‌پذیری الیاف نیز هستند [۱۵، ۱۶].

در بررسی قابلیت ریسندگی دو عامل بسیار مهم هستند. اول، پایداری جریان سیال پلیمر در میدان ریسندگی تحت تنش‌های اعمال‌شده حاصل از سرعت غلتک برداشت و دوم، برخورداری الیاف یا نخ چندرشته‌ای تولیدشده از خواص کششی مناسب است. بدین معنا که الیاف تولیدشده از کشش‌پذیری مناسبی پس از تولید الیاف برخورداری بودند و خواص نهایی مطلوبی داشته باشند [۱۷]. از این مطالعات نتیجه می‌شود، الیاف کوپلی‌استر به روش مذاب‌ریسی

ساخت شرکت Anton paar اتریش، طیف‌سنج زیرقرمز تبدیل فوریه (FTIR) مدل Nicolet Nexus 670، دستگاه مذاب‌ریسی نیمه‌صنعتی ساخت شرکت Automatic آلمان، دستگاه کشش مدل D5203 ساخت شرکت Zinser آلمان، دستگاه کلاف‌پیچ برقی ساخت ایران، دستگاه اندازه‌گیری خواص کششی مدل EMT-3050، ساخت شرکت فناوری نوین Elima ایران، دستگاه (Inel) XRD مدل Seron Equinox 3000 ساخت فرانسه، میکروسکوپ مجهز به نور قطبیده ساخت شرکت Zeiss آلمان و میکروسکوپ الکترونی پویشی Seron Technology مدل AIS2100 ساخت شرکت Seron به‌کار گرفته شدند.

### روش‌ها

شیرزادی و همکاران [۱۸] در مطالعه‌ای مقدار گرانروی ذاتی را بر اساس استاندارد ASTM D4603 و با استفاده از گرانروی‌سنج سه شاخه Ubbelohde و حلال‌های فنول و تتراکلرواتان اندازه‌گیری کردند و مقدار گرانروی ذاتی HV را  $0.69 \text{ g/dL}$  و گرانروی ذاتی LV را  $0.53 \text{ g/dL}$  گزارش کردند. چپیس‌ها بی‌رنگ و شفاف بودند و افزودنی کدرکننده‌ای در آن‌ها دیده نمی‌شد. به‌منظور تعیین دمای ذوب چپیس‌ها ابتدا چپیس پلیمری به پودر تبدیل می‌شود. به‌منظور انجام این آزمون از دستگاه تعیین دمای ذوب استفاده شد. در این آزمایش نمونه باید به داخل لوله موئین رفته و درون محفظه دستگاه قرار گیرد. سپس، با توجه به دمای ذوب مورد انتظار دمای سامانه با سرعت زیاد تا حدود  $30^\circ\text{C}$  پیش از دمای ذوب مورد انتظار افزایش می‌یابد و سپس با سرعت کم ( $0.1^\circ\text{C/s}$ ) دما زیاد می‌شود. نمونه داخل لوله موئین از بیرون قابل مشاهده بود و زمانی که پلیمر شفاف شود، دمای نمایشگر دستگاه، دمای ذوب را نشان می‌دهد. بدین روش دمایی که در آن پلیمر از حالت جامد به مایع تبدیل می‌شود، قابل تعیین است. با این روش دمای ذوب چپیس‌های پلیمری تعیین شده و از آن به‌منظور تعیین دمای اکستروژن استفاده شد.

به‌منظور تعیین انواع دماهای انتقال از قبیل دمای ذوب، بلورش و گذار شیشه‌ای و نیز اندازه‌گیری درصد بلورینگی پلی‌استرهای با دمای ذوب کم از روش DSC استفاده شد. گرمادهی از دمای محیط تا دمای  $200^\circ\text{C}$  انجام شد. برای تعیین دمای مناسب به‌منظور خشک‌کردن چپیس‌ها با بررسی نتایج پژوهش‌های پژوهشگران [۱۹، ۱۶، ۱۰]، محدوده‌ای از دما، از  $60^\circ\text{C}$  تا  $100^\circ\text{C}$  وابسته به نوع چپیس مصرفی و شرایط خشک‌کن برای خشک‌کردن چپیس‌ها انتخاب شد. در این پژوهش، با توجه به نتایج مطالعات انجام‌شده، به‌منظور تعیین بیشترین دمایی که بتوان چپیس‌ها را خشک کرد، بدون آنکه کلوخگی رخ دهد، هر دو نوع چپیس با گرانروی ذاتی کمتر و بیشتر در دماهای

قابل تولید هستند که عامل‌های مختلف فرایند مذاب‌ریسی بر آن اثرگذار است و ایفای تولیدشده قابلیت کشش و خواص کششی مانند استحکام و ازدیاد طول تا پارگی مناسبی دارند. همچنین، این ایفای کاربردهای مختلفی در زمینه‌های متفاوت دارند.

در این مطالعه، خواص رئولوژیکی و ساختاری دو نوع مختلف از کوبلی‌استر با دمای ذوب کم بررسی شد و در شرایط مختلف پارامترهای مذاب‌ریسی مانند دمای اکستروژن، سرعت برداشت با سرعت تولید زیاد  $2500 \text{ rpm/min}$  از نظر قابلیت ریسندگی و خواص محصول نخ نوریس و کشیده‌شده مانند خواص کششی، جمع‌شدگی، خواص گرمایی و ساختاری مطالعه شدند. همچنین، بر اساس بررسی رفتار رئولوژیکی هر دو نوع کوبلی‌استر با گرانروی ذاتی کم و زیاد، تلاش شده است تا ارتباط عامل‌های مهم رئولوژیکی سیال با قابلیت ریسندگی این دو نوع کوبلی‌استر در شرایط فرایند مذاب‌ریسی بررسی شود.

### تجربی

#### مواد

در این پژوهش، از دو نوع چپیس کوبلی‌استر با دمای ذوب کم استفاده شد که به‌اختصار HV و LV نامیده می‌شوند. HV نوع با گرانروی ذاتی بیشتر و LV نوع با گرانروی ذاتی کمتر است. چپیس‌های کوبلی‌استر با دمای کم از شرکت Xiamen Xiangyou خریداری شدند. HV و LV به‌ترتیب دارای شاخص جریان مذاب  $10/8 \text{ g/10min}$  و  $22/0 \text{ g/10min}$  (اندازه‌گیری شده در دمای  $190^\circ\text{C}$  و وزنه  $2/16 \text{ kg}$  بر اساس استاندارد ASTM 1238) بودند.

کیتوسان (CS) از دانشگاه مراغه در آذربایجان شرقی ایران خریداری شد. آهن (II) کلرید ( $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )، آهن (III) کلرید ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )، سدیم هیدروکسید (NaOH)، آمونیاک ( $\text{NH}_3$ )، استیک اسید، سیتریک اسید، اتانول، سدیم استات و مونوپتاسیم فسفات ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) همگی محصول Merck بودند که با خلوص مناسب تهیه شدند. متوترکسات (MTX) از شرکت Cipla India تهیه شد. تمام حلال‌ها و سایر مواد استفاده‌شده محصول شرکت Merck بودند.

#### دستگاه‌ها

در این پژوهش، گرانروی‌سنج سه شاخه Ubbelohde، ساخت شرکت Cannon، دستگاه تعیین دمای ذوب Buchi مدل B-545 ساخت سوییس، گرماسنج پویشی تفاضلی (DSC) مدل ۲۰۱۰ ساخت شرکت TA Instrument آمریکا، رئومتر مدل MCR-501S

به منظور شناسایی ساختار شیمیایی و گروه‌های عاملی موجود در دو نوع کوپلی‌استر HV و LV، کوپلی‌استر با دمای ذوب کم، طیف‌سنجی زیرقرمز تبدیل فوریه (FTIR) روی این دو نوع نمونه انجام شد و با طیف و گروه‌های عاملی موجود در چپیس پلی‌استر (پلی‌اتیلن ترفتالات) نوع لیفی مقایسه شد. نتایج FTIR، پیک‌های مشخصه و گروه‌های شیمیایی موجود در ساختار و اختلاف موجود بین گروه‌های عاملی کوپلی‌استر با دمای ذوب کم و پلی‌اتیلن ترفتالات (نوع لیفی در جدول ۱ به‌طور خلاصه آمده است. اکثر پیک‌های شاخص بین کوپلی‌استر نوع HV و LV و پلی‌اتیلن ترفتالات) نوع لیفی یکسان است که نشان می‌دهد، بیشتر ساختار شیمیایی کوپلی‌استرهای تجاری مصرفی و پلی‌اتیلن ترفتالات) نوع لیفی مشابه به هم است. فقط در پیک با عدد موجی  $1372 \text{ cm}^{-1}$  اختلاف وجود دارد که این پیک در کوپلی‌استرهای نوع HV و LV مربوط به گروه متیل (C-H) کومونومر ۲،۲-دی‌متیل، ۳،۱-پروپان‌دی‌ال است [۲۳] که نشان می‌دهد، این کومونومر وارد ساختار پلیمر شده است.

#### آماده‌سازی و روش تولید (مذاب‌ریسی و کشش)

ابتدا دو نوع مختلف چپیس پلیمری برای آماده‌سازی باید خشک شود. بدین منظور، مقدار لازم از چپیس پلیمری در دمای  $60^\circ\text{C}$  در فشار ۶۰ mbar به مدت ۲۴ h خشک شد. برای تولید نخ یکسره از دستگاه مذاب‌ریسی نیمه‌صنعتی استفاده شد. اکسترودر این دستگاه با قطر ۳۵ mm و نسبت طول به قطر ۲۵ برای پیچ و پنج منطقه گرمایی است. پمپ ریسندگی دستگاه دارای ظرفیت  $3/3 \text{ mL}$  به‌ازای هر دور و رشته‌ساز استفاده‌شده دارای ۳۶ روزنه با قطر  $250 \mu\text{m}$  است. قسمت جمع‌کننده دستگاه ساخت شرکت Barmag مدل

۶۰، ۷۰، ۸۰ و  $90^\circ\text{C}$  داخل آن قرار داده شدند و ظاهر چپیس‌ها پس از زمان مشخص ارزیابی شد. معیار خشک‌شدن مناسب چپیس‌ها کلوخه‌نشدن آن‌ها و مقدار رطوبت باقی‌مانده کمتر از ۳۰ ppm بوده است.

به‌منظور بررسی خواص رئولوژیکی چپیس‌های پلی‌استر با دمای ذوب کم از رئومتر استفاده شد. با توجه به اینکه در هندسه صفحه‌های موازی به حجم کمتری از مواد نیاز بوده و این صفحه‌ها به‌راحتی قابل تمیز کردن هستند، افزون بر آن برای نمونه‌هایی که می‌توانند شکل دیسک را بگیرند، به‌ویژه نمونه‌های پلیمری خیلی مناسب است، هندسه اندازه‌گیر انتخاب‌شده دو صفحه موازی بود که در آن فاصله دو صفحه ۱ mm تعیین شد.

با توجه به اینکه اگر نمونه جذب رطوبت داشته باشد و در دمای زیاد رطوبت جذب‌شده بر ساختار ماده اثرگذار باشد، نیاز است، پیش از هر کاری نمونه خشک شود و حین انجام آزمون نیز تحت گاز نیتروژن باشد. به‌همین منظور، ابتدا چپیس پلیمری به‌مدت ۲ h در دمای  $70^\circ\text{C}$  خشک شد. سپس، در دمای  $190^\circ\text{C}$  و فشار به شکل دایروی تبدیل شد و در نهایت زیر فشار، در دمای محیط خنک شد. ابعاد نمونه دایره‌ای با ضخامت ۱ mm و قطر ۲۵ mm بود. با توجه به آزمون تعیین دمای ذوب چپیس پلیمری که پیش از این بیان شد، دمای این آزمایش  $190^\circ\text{C}$  انتخاب شد. با در نظر گرفتن سایر پژوهش‌هایی که پیش از این توسط سایر پژوهشگران [۲۰-۲۲] روی موادی مشابه با ماده مدنظر در این پژوهش انجام داده‌اند، مقدار کرنش ۰/۰۵٪ انتخاب شد. موارد بیان‌شده، شرایط آزمون رئولوژی روی دو نوع کوپلی‌استر HV و LV با گرانروی ذاتی بیشتر و کمتر را بیان می‌کند که در این پژوهش انجام شده است.

جدول ۱- پیک‌های مشخصه و گروه‌های عاملی موجود در طیف FTIR دو نوع کوپلی‌استر HV و LV و پلی‌استر نوع لیفی.

Table 1. Characteristic peaks and functional groups in FTIR spectrum of co-polyester with HV and LV grades and fiber grade polyester.

Functional groups	Peak intensity	Wave number of Characteristic peaks ( $\text{cm}^{-1}$ ) (Fiber grade polyester)	Wave number of Characteristic peaks ( $\text{cm}^{-1}$ ) (LV grade)	Wave number of Characteristic peaks ( $\text{cm}^{-1}$ ) (HV grade)
=C-H Benzene ring	Sharp	718	722	722
C-O Stretched ester group	Sharp	1015	1015	1015
C-O Stretched ester group	Sharp	1090	1090	1090
C-O Stretched ester group	Sharp	1241	1224	1224
C-H Symmetric bending	Weak	-	1373	1372
C=O Stretched ester group	Sharp	1711	1716	1714

می‌دهد. نام‌گذاری نمونه‌ها بر اساس نخ نوریس آن‌ها و به ترتیب دمای اکستروژن و سرعت برداشت انجام شده است.

#### ارزیابی خواص نخ تولیدشده

چگالی خطی نخ‌های چندرشته‌ای نوریس و کشیده‌شده بر اساس استاندارد ASTM D 1907 [۲۵]، با دستگاه کلاف‌پیچ که قابلیت تهیه کلاف با محیط یک متر و تعداد دور متغیر کلاف را دارد و با ترازوی با دقت چهار رقم اعشار تعیین شد. هر بار وزن پنج کلاف ۱۰۰ متری نخ اندازه‌گیری شده و نمره نخ برحسب dtex محاسبه شد.

خواص کششی نخ‌های چندرشته‌ای نوریس و کشیده‌شده، طبق استاندارد ASTM D3822-95a [۲۶] با دستگاه اندازه‌گیری خواص کششی که بر اساس سامانه ثابت ازدیاد طول کار می‌کند، اندازه‌گیری شد. سرعت حرکت فک‌ها برای تمام نمونه‌ها ۵۰ cm/min و طول اولیه نمونه‌ها برای نخ‌های چندرشته‌ای نوریس، ۱۰۰ mm و برای نمونه‌های کشیده‌شده ۲۰۰ mm بود.

اندازه‌گیری جمع‌شدگی نخ‌ها مطابق استاندارد DIN 53840 part 1 [۲۷] انجام شد. ابتدا تعداد دور کلاف نخ طبق معادله (۴) محاسبه شده و نمونه‌ها آماده شدند و طول اولیه آن‌ها ( $L_1$ ) اندازه‌گیری شد. نمونه‌ها درون آون با دمای  $130^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱۰ min در معرض هوای گرم و خشک قرار گرفتند و دوباره طول آن‌ها ( $L_2$ ) اندازه‌گیری شد. درصد جمع‌شدگی طبق معادله (۵) محاسبه شد. تحلیل آماری نتایج با نرم‌افزار SPSS 22 و آزمون ANOVA یک‌طرفی و در سطح اطمینان ۹۵٪ انجام شد:

$$N = 250 / (2 \times \text{Tex}) \quad (4)$$

$$S = ((L_1 - L_2) / L_1) \times 100 \quad (5)$$

جدول ۳- شرایط کشش نخ نوریس نوع HV و LV.

Table 3. Drawing conditions of as spun yarn with HV and LV grade.

Sample	Draw ratio	Drawing temperature ( $^{\circ}\text{C}$ )
Drawn, $240^{\circ}\text{C}$ , 2000 m/min	2	40
Drawn, $240^{\circ}\text{C}$ , 2500 m/min	1.75	40
Drawn, $230^{\circ}\text{C}$ , 2000 m/min	1.75	40
Drawn, $230^{\circ}\text{C}$ , 2500 m/min	2	40

جدول ۲- شرایط مذاب‌ریسی نخ‌های رشته‌ای تولیدشده با دو نوع کوبلی‌استر HV و LV.

Table 2. Melt-spinning conditions of filament yarns produced with two grades HV and LV.

sample	Extrusion temperature ( $^{\circ}\text{C}$ )
HV1	240
HV2	230
LV1	240
LV2	230

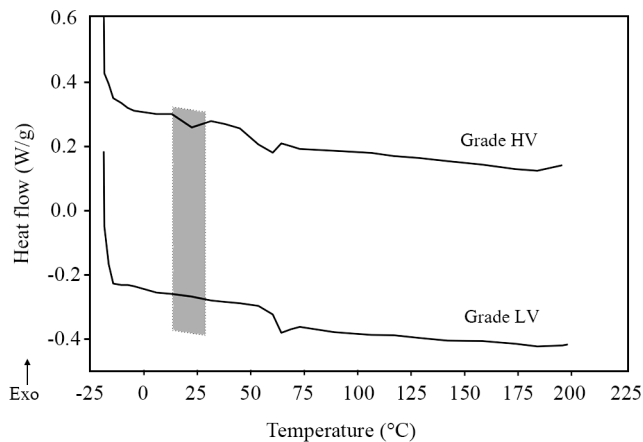
SW 46 بوده که مجهز به سامانه جلوگیری از نوارپیچی با قابلیت کار در محدوده سرعت  $6000-16000$  m/min است. تولید نخ‌های چندرشته‌ای نوریس در سرعت پیچش  $2500$  m/min، فشار هوای خنک سازی  $20$  N/m<sup>2</sup> و سرعت پمپ ریسندگی  $8$  rpm انجام شد که نام‌گذاری نمونه‌ها و دمای اکستروژن در جدول ۲ آمده است: کشش نخ‌های چندرشته‌ای نوریس با دستگاه کشش انجام شد. این دستگاه دارای سه منطقه کشش بوده که طول مناطق کشش آن به ترتیب  $280$ ،  $650$  و  $280$  mm است. محدوده دمایی مناطق گرمایی آن نیز برای غلتک کشش اول  $160-65^{\circ}\text{C}$ ، برای صفحه داغ  $230-100^{\circ}\text{C}$  و برای غلتک دوم  $240-100^{\circ}\text{C}$  بوده و غلتک کشش سوم نیز سرد است. نمونه‌ها ابتدا با نسبت کشش ثابت کشیده شدند و سپس برای تعیین نسبت کشش مناسب درصد ازدیاد طول نهایی در نظر گرفته شد و مطابق معادله‌های زیر ثابت تصحیح کشش محاسبه و نسبت کشش نهایی اعمال شد:

$$\lambda(\text{dNom}) = \frac{1 + \frac{e(\text{bu})}{100}}{1 + \frac{e(\text{bdt})}{100}} \quad (1)$$

$$K = e(\text{bdt}) - e(\text{bdm}) \quad (2)$$

$$\lambda(\text{dReal}) = \frac{1 + \frac{e(\text{bu})}{100}}{1 + \frac{e(\text{bdt}) + k}{100}} \quad (3)$$

در این معادله‌ها  $\lambda(\text{dNom})$  نسبت کشش اسمی؛  $e(\text{bu})$ ، ازدیاد طول تا پارگی نخ نوریس؛  $e(\text{bdt})$ ، ازدیاد طول تا پارگی مطلوب ( $30-40\%$ )؛  $e(\text{bdm})$ ، ازدیاد طول به دست آمده با اعمال نسبت کشش اسمی؛  $K$ ، ثابت تصحیح و  $\lambda(\text{dReal})$ ، نسبت کشش واقعی هستند [۲۴]. جدول ۳ شرایط کشش نخ‌های نوریس نوع HV و LV را نشان



شکل ۱- گرماسنجی پویشی تفاضلی برای دو نوع کوپلی‌استر با گرانروی ذاتی کمتر و بیشتر.

Fig. 1. Differential scanning calorimetry for two grades HV and LV co-polyester.

است، مقدار گرمای جذب شده لازم برای ذوب تمام ناحیه بلوری پلیمر است. بنابراین، درباره این کوپلی‌استرها که در این نمودار پیک ذوب ندارد، می‌توان نتیجه گرفت، ناحیه بلوری وجود ندارند یا سهم بسیار ناچیزی دارد که با این آزمون قابل اندازه‌گیری نیست و عملاً نوعی پلیمر غیربلوری است. نوع با گرانروی ذاتی کمتر (LV) نیز در این شرایط پیک برای دمای شیشه‌ای شدن نشان نداده است. این نوع در دمای  $60^{\circ}\text{C}$  پیک شبیه ذوب نشان داده است. اما، با تحلیلی مشابه با تحلیل انجام شده درباره کوپلی‌استر با گرانروی ذاتی بیشتر این نتیجه حاصل می‌شود که این دما نمی‌تواند برای دمای ذوب صحیح باشد و باید دمای ذوب این پلیمرها با روش‌های دیگری تعیین شود. با توجه به نبود پیک دمای بلورش در هیچ یک از انواع کوپلی‌استر و شفاف بودن ظاهر چیپس‌های پلیمری مشخص می‌شود، این پلیمرها از نظر ساختاری جزو پلیمرهای شیشه‌ای دسته‌بندی می‌شوند. تعیین دمای ذوب در این نوع پلیمرها با DSC به دلیل نبود بلور در ساختار، امکان‌پذیر نیست. به همین دلیل از سایر روش‌ها برای تعیین دمای ذوب استفاده می‌شود. بدین منظور که براساس تغییر حالت ماده از جامد به مایع، دمای ذوب آن تعیین می‌شود. این آزمون به گونه‌ای طراحی شده است که امکان تعیین دمای ذوب مواد غیربلوری نیز وجود دارد. نتایج آزمون تعیین دمای ذوب دو نوع چیپس پلیمری LV و HV نشان می‌دهد، دمای HV و LV به ترتیب  $176/0^{\circ}\text{C}$  و  $175/5^{\circ}\text{C}$  است و تقریباً دمای ذوب یکسانی دارند. نتایج اختلاف شایان توجهی را در دمای ذوب دو نوع کوپلی‌استر نشان نمی‌دهد. نتایج DSC نشان داد، هر دو نوع HV و LV قابلیت بلورش

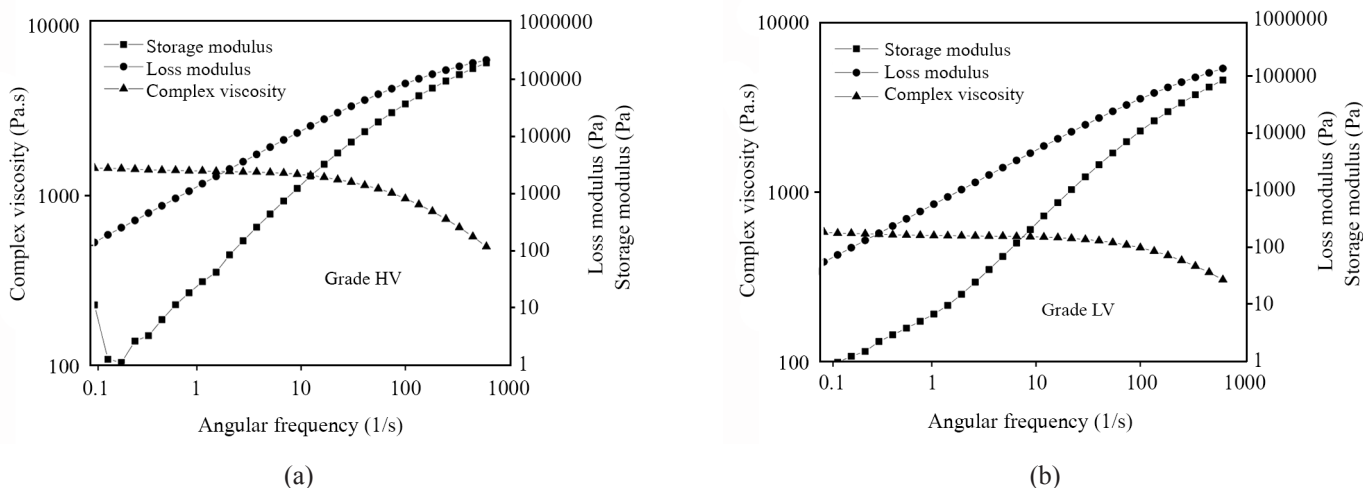
آزمایش پراش پرتو X با دستگاه XRD در ولتاژ  $40\text{ kV}$  و جریان  $30\text{ mA}$  انجام شد. طول‌موج پرتو  $0.1540\text{ nm}$  ( $\text{CuK}\alpha$ )، زاویه پراش  $2\theta$  برابر  $5^{\circ}$ – $11^{\circ}$ ، فاصله گام‌ها  $0.04$  و زمان هر گام  $1\text{ s}$  و زمان کل  $600\text{ s}$ ، انتخاب شد. نمونه الیاف به دور یک لام پیچیده شده و به صورت افقی در محل ویژه نمونه قرار داده شد. منحنی حاصل از نوع استوایی بود و بررسی پیک‌ها با نرم‌افزار Xpert high score انجام شد.

برای بررسی خواص گرمایی نخ‌های نوریس از روش DSC استفاده شد. تمام اندازه‌گیری‌ها در سرعت گرمادهی  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  و در محیط نیتروژن از دمای محیط تا  $250^{\circ}\text{C}$  انجام شد. ضریب شکست مضاعف الیاف با میکروسکوپ مجهز به نور قطبیده اندازه‌گیری شد. ابتدا نمونه یک لیف میان لام و لامل روی صفحه چرخان میکروسکوپ در زاویه صفر درجه مستقر شد. در ادامه، محل نمونه زیر میکروسکوپ مشخص شد، سپس، تیغه جبران‌کننده در مسیر عبور نور قرار داده شد و هنگامی که مرکز نمونه تاریک شد، مقدار انحراف زاویه تیغه از  $90^{\circ}$  خوانده شد. قطر لیف به کمک چشمی مدرج میکروسکوپ تعیین و برای هر نمونه دو مرتبه انجام شد.

خواص شکل‌شناسی الیاف تولیدشده و سطح مقطع طولی نخ، با میکروسکوپی الکترونی پویشی (SEM) بررسی شد. مقدار بزرگ‌نمایی دستگاه  $30000$ – $15$  برابر و مقدار ولتاژ اعمالی  $30$ – $0.5\text{ kV}$  بود. نمونه‌ها پیش از قرار گرفتن درون دستگاه به مدت  $10\text{ min}$  تحت پوشش‌دهی با طلا قرار گرفتند.

## نتایج و بحث

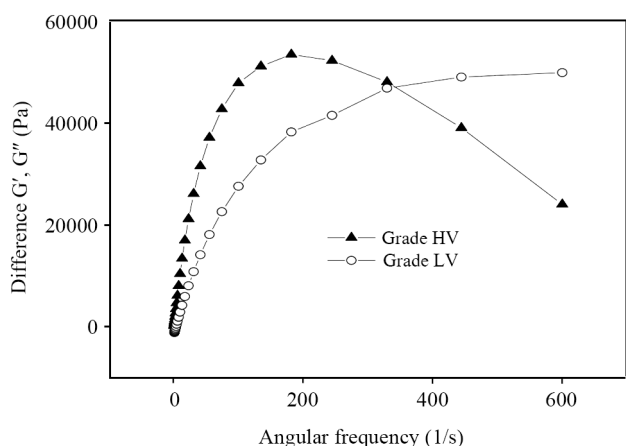
به منظور مقایسه راحت‌تر LV (با گرانروی ذاتی کمتر) و HV (با گرانروی ذاتی بیشتر)، از کوپلی‌استر با دمای ذوب کم از نظر ساختاری، دمای ذوب و دمای گذار شیشه‌ای، نتایج DSC آن‌ها روی یک نمودار ترسیم شد که در شکل ۱ نشان داده شده است. آزمون DSC برای کوپلی‌استر با گرانروی ذاتی بیشتر (HV) نشان می‌دهد. دمای شیشه‌ای شدن این پلیمر حدود  $18^{\circ}\text{C}$  است. یک پیک مشابه پیک ذوب در دمای  $60^{\circ}\text{C}$  برای این نوع مشاهده می‌شود که با توجه به دمای شیشه‌ای شدن و گرمای ذوب خیلی کم آن، دمای ذوب نیست. ظهور این پیک به رهایی از تنش‌های مربوط است که در اثر گرمای آزمون در پلیمر رخ داده است. به طور معمول این نوع رفتار در کوپلیمرها دیده می‌شود. در نمودار DSC پیک ذوب برای ناحیه بلوری پلیمر بوده و سطح زیر نمودار پیک ذوب که همان آنتالپی ذوب



شکل ۲- تغییرات مدول ذخیره، مدول اتلاف و گران‌روی دو نوع کوبلی‌استر: (a) HV و (b) LV.

Fig. 2. Changes in storage modulus, loss modulus and viscosity of two grades of copolyester (a) HV and (b) LV.

اما، با توجه به نزدیک شدن دو منحنی به یکدیگر در HV که دارای گران‌روی بیشتر است، مشخص می‌شود، این نوع تمایل بیشتری به بروز رفتار کشسان در این شرایط دارد. این تفاوت در رفتار دو نوع کوبلی‌استر در شکل ۳ واضح‌تر نشان داده شده است. در این شکل اختلاف مدول اتلاف ( $G''$ ) با مدول ذخیره ( $G'$ ) برحسب تغییر بسامد بررسی شده است. این اختلاف در انتهای نمودار برای نوع با گران‌روی ذاتی بیشتر در حال کاهش بوده و ممکن است، در صورت افزایش بسامد مدول اتلاف و مدول ذخیره در نوع با گران‌روی ذاتی بیشتر برابر شوند.



شکل ۳- اختلاف مدول اتلاف با مدول ذخیره برحسب بسامد دو نوع کوبلی‌استر HV و LV.

Fig. 3. The difference between loss modulus and storage modulus versus frequency of HV and LV grades copolyester.

ندارند و دارای روند مشابهی در این آزمون بوده‌اند. بنابراین، مشابهت دمای ذوب برای این دو نوع کوبلی‌استر در آزمون تعیین دمای ذوب پذیرفتنی است. نزدیک بودن دمای ذوب دو نوع چپس بررسی شده نشان می‌دهد، اختلاف در دمای اکستروژن، هنگام ریسندگی آن‌ها فقط به خواص جریان‌شناسی دو نوع کوبلی‌استر وابسته خواهد بود.

در آزمون تعیین دمای خشک کردن چپس‌های پلیمری سعی شد، تا با شبیه‌سازی عملیات خشک کردن چپس‌های پلیمری، دمایی مناسب برای انجام این فرایند تعیین شود. بررسی‌ها نشان داد، چپس‌های هر دو نوع کوبلی‌استر HV و LV، در دمای  $90^{\circ}\text{C}$  به مدت  $40\text{ min}$  به شکل کلوخه درآمدند. همین نتیجه در دمای  $80^{\circ}\text{C}$  نیز دیده شد، اما در دمای  $70^{\circ}\text{C}$  حتی به مدت  $90\text{ min}$  کلوخگی رخ نداد. به همین دلیل و به منظور اطمینان از نبود کلوخگی حین خشک کردن دمای  $60^{\circ}\text{C}$  به عنوان دمای خشک کردن و زمان  $24\text{ h}$  به عنوان دمای خشک کردن انتخاب شد تا رطوبت به طور کامل از داخل چپس‌ها خارج شود.

نتایج آزمون رئولوژی روی دو نوع کوبلی‌استر HV و LV در شکل ۲ (a) و (b) نشان داده شده است. تغییرات مدول ذخیره برحسب افزایش بسامد مشخص می‌کند، در هر دو نوع کوبلی‌استر HV و LV با افزایش بسامد مدول ذخیره نیز افزایش یافته است و مدول اتلاف نیز در هر دو دارای نقطه بیشینه نیست. در هر دو نمونه بررسی شده مدول اتلاف بیشتر است، یعنی بخش گران‌رو قوی‌تر عمل می‌کند، در بسامدهای کم زنجیرها فرصت بیشتری برای تلف کردن انرژی دارند. منحنی مربوط به مدول ذخیره و اتلاف در هر دو نوع کوبلی‌استر HV و LV دارای نقطه برخورد نیست، یعنی در هر دو نوع در بازه بسامد بررسی شده رفتار گران‌رو در مذاب پلیمری غالب بوده است



اتلاف بزرگ‌تر یا مساوی ۱۰ بود، پلیمر قابلیت ریسندگی زیادی دارد. در ناحیه‌ای که ضریب اتلاف بین ۵ تا ۱۰ باشد، قابلیت ریسندگی پلیمر ضعیف تا متوسط است و در بخشی که ضریب اتلاف کمتر از ۵ باشد، پلیمر قابل رسیدن نیست. جدول ۵ مقادیر ضریب اتلاف هر دو نوع کپلی‌استر مصرفی را در مدول ذخیره بیشتر از ۱۰۰ Pa برای هر دو نوع پلی‌استر نشان می‌دهد. به منظور مقایسه راحت‌تر در جایی که ضریب اتلاف بزرگ‌تر یا مساوی ۱۰ بوده است، داده‌ها در جدول به صورت پررنگ (bold) مشخص شده است. نتایج مشخص می‌کند، به مقدار اندکی محدوده‌ای که در آن قابلیت ریسندگی زیادی در پلیمر وجود دارد، برای کپلی‌استر با گرانروی ذاتی کمتر یعنی LV، بیشتر است. بررسی‌ها نشان می‌دهد، بارزترین تفاوت HV و LV در گرانروی ذاتی آن‌هاست که این موضوع بر شرایط اکستروژن و نخ تولیدی از آن‌ها بسیار اهمیت دارد.

سیر تعیین پارامترها و متغیرهای مذاب‌ریسی و مشاهدات حین تولید نخ‌های نوریس در تعیین قابلیت ریسندگی اهمیت دارد، به گونه‌ای که پایداری عملیات تولید نخ نوریس با بررسی این مشاهدات امکان‌پذیر است. ابتدا نمونه‌ای با دمای اکستروژن  $210^{\circ}\text{C}$ ، سرعت برداشت

جدول ۵- مقادیر ضریب اتلاف در مدول ذخیره بیش از ۱۰۰ MPa برحسب تغییر بسامد برای کپلی‌استرهای با گرانروی ذاتی کم و زیاد. Table 5. The values of the loss coefficient in the storage module are more than 100 pascal against the frequency change for HV and LV grades.

Frequency (1/s) (HV Grade)	Loss factor (HV Grade)	Frequency (1/s) (LV Grade)	Loss factor (LV Grade)
<b>2.7</b>	<b>24.3</b>	<b>6.7</b>	<b>29.2</b>
<b>3.7</b>	<b>18.9</b>	<b>9.0</b>	<b>22.4</b>
<b>4.9</b>	<b>14.8</b>	<b>12.1</b>	<b>17.4</b>
<b>6.7</b>	<b>11.7</b>	<b>16.4</b>	<b>13.5</b>
9.0	9.3	<b>22.1</b>	<b>10.5</b>
12.1	7.5	29.9	8.3
16.4	6.1	40.3	6.7
22.1	5.1	54.4	5.6
29.9	4.2	73.5	4.5
40.3	3.6	99.2	3.7
54.4	3.0	134.0	3.1
73.5	2.6	181.0	2.7
99.2	2.3	244.0	2.3

در شکل ۲ (a) و (b) نیز تغییرات گرانروی دو نوع کپلی‌استر برحسب افزایش بسامد نشان داده شده است. به طور کلی، نوع HV گرانروی اولیه بیشتری دارد و افزایش بسامد به کاهش گرانروی در هر دو نوع منجر شده است. در بسامد کم گرانروی نوع LV ثبات بیشتری دارد و با افزایش بسامد کاهش کمتری نشان می‌دهد. این یافته حاکی از آن است که نوع LV با افزایش سرعت برش نیز کمتر روان‌شدگی برشی (shear thinning) را نشان می‌دهد. از طرفی در نمودار مربوط به LV منحنی گرانروی، منحنی مدول ذخیره و اتلاف را در بسامد کمتری قطع می‌کند که نشان‌دهنده رفتار گرانرو گونه بیشتر آن نسبت به HV است. به منظور مقایسه راحت‌تر خواص جریان‌شناسی دو نوع کپلی‌استر در جدول ۴ آمده است.

با توجه به اینکه هر چقدر وزن مولکولی بیشتر باشد، برابردن مقدار مدول ذخیره و اتلاف در بسامدهای کمتری اتفاق می‌افتد. بنابراین، وزن مولکولی HV، بیشتر از LV است. این نتیجه با مقادیر شاخص‌های جریان مذاب بررسی شده در پژوهش پیشین مطابقت دارد [۱۸]. بدین صورت که مقدار شاخص جریان مذاب برای HV نسبت به LV در سرعت برشی یکسان کمتر خواهد بود که شاخص جریان مذاب کمتر به معنای گرانروی و وزن مولکولی بیشتر است. از آنجا که فرایند تولید الیاف و جریان برشی رشته‌ساز، با سرعت برش‌های حدود  $10^6$ – $10^4$  فرآوری می‌شود. شرایط پلیمر استفاده شده در ناحیه روان‌شدگی برشی قرار دارد. به همین دلیل بهترین مدل پیش‌بینی‌کننده خواص سیال در این ناحیه براساس نتایج اکثر پژوهشگران رابطه توانی است. ضریب رفتار سیال در مدل توانی برای LV، بیشتر از HV است بنابراین رفتار LV، گرانروتر است و بیشتر به سیال‌های نیوتنی شبیه خواهد بود. در نتیجه امکان تغییر گرانروی با تغییر سرعت برش برای LV که گرانروی ذاتی کمتری دارد، در این شرایط کمتر است. پژوهش‌های Beyreuther و همکاران [۲۸] بر چند نوع پلی‌استر و پلی‌آمید نشان می‌دهد، اگر مقدار مدول ذخیره برای مذاب پلیمری بیشتر از ۱۰۰ MPa باشد، در ناحیه‌ای که ضریب

جدول ۴- مقایسه برخی خواص مرتبط با جریان مذاب دو نوع کپلی‌استر LV و HV.

Table 4. Comparison of some properties related to melt flow of HV and LV grades.

Variable	HV Grade	LV Grade
Tan $\delta^{(1)}$	38.32	40.24
n <sup>(2)</sup>	0.9026	0.9477

(1) loss modulus/storage modulus;

(2) Fluid behavior coefficient in power law

عدم برخورداری مناسب از کشش‌پذیری در میدان ریسندگی شده است. نتیجه مشاهدات حین ریسندگی در قالب قابلیت ریسندگی نشان می‌دهد، از بین دو نمونه تولیدی، نخ نوریس تولیدشده از HV که دارای گرانروی ذاتی بیشتر است، حین مذاب‌ریسی وضعیت پایداری داشت. ریسندگی این نمونه در شرایط بیان‌شده موفقیت‌آمیز بود و امکان تولید نخ از این نوع کوبلی‌استر فراهم شد. بدین دلیل در شرایط متفاوت، چهار نمونه نخ نوریس از HV تهیه شد. ابتدا، در دمای اکستروژن ثابت تغییراتی در سرعت برداشت اعمال شد. سپس، با تعیین سرعت مناسب دمای اکستروژن تغییر داده شد. مقدار پارگی نخ و قابلیت ریسندگی مذاب حین تولید با سرعت  $2500 \text{ m/min}$  کمتر از سرعت‌های  $2000$  و  $3000 \text{ m/min}$  بود. به‌طور کلی، خط ریسندگی با سرعت  $2500 \text{ m/min}$  شرایط پایدارتری داشت. به همین علت دو دمای اکستروژن متفاوت در این سرعت اعمال شد تا امکان بررسی شرایط دمایی نیز فراهم شود. مشاهدات نشان می‌دهد، نمونه با گرانروی ذاتی بیشتر (HV) قابلیت ریسندگی بهتری دارد. چنین نتایجی در بررسی شاخص جریان مذاب این دو نوع کوبلی‌استر نیز مشاهده شده بود [۱۸] که گزارش شد، مذاب خروجی از چیپس کوبلی‌استر HV به‌صورت یکنواخت و بدون حباب از دستگاه خارج شده است و قابلیت تحمل نیروی وزن و اعمال کشش خارجی را دارد. با توجه به نتایج از بررسی‌های اولیه تولید، نخ‌های نوریس در این پژوهش و بررسی پژوهش‌های سایر پژوهشگران [۲۹،۳۰] مشخص شد، گذر زمان می‌تواند باعث کاهش آرایش‌یافتگی زنجیرهای پلیمری در ساختار نخ شود که این موضوع در نخ‌هایی که آرایش‌یافتگی کمتری دارند، سریع‌تر رخ می‌دهد و باعث تردشدگی و کشش‌ناپذیری نخ می‌شود. به‌منظور کاهش اثر زمان در تغییر آرایش‌یافتگی نخ‌های نوریس تهیه‌شده از HV، بلافاصله پس از تهیه نخ‌های نوریس از این نوع، فرایند کشش روی آن‌ها انجام شد. هر دو نخ کشیده‌شده‌ای که سرعت برداشت آن‌ها حین ریسندگی  $2500 \text{ m/min}$  بود، حین کشش شرایط قابل قبولی از نظر پایداری داشتند، اما پایداری نخ کشیده‌شده‌ای که سرعت برداشت آن حین ریسندگی  $2000 \text{ m/min}$  بود، در فرایند کشش کم بود و پارگی نخ زیادی رخ داد. دلیل بروز این مشکل را می‌توان به کم‌بودن آرایش زنجیرهای مولکولی نخ نوریس نسبت داد که نشان‌دهنده عدم تحمل کشش در زنجیرهای مولکولی است. نتایج آزمون تعیین چگالی خطی و ازدیاد طول تا پارگی نخ‌های نوریس و کشیده‌شده بلافاصله پس از تولید و ۳۵ روز پس از تولید (به‌منظور بررسی مقدار پایداری نخ) برای نخ‌های نوریس با سرعت  $2500 \text{ m/min}$  در دو دمای  $230$  و  $240^\circ\text{C}$  در جدول ۶ آمده است. نتایج این جدول نشان می‌دهد،

$1000 \text{ m/min}$ ، سرعت پمپ ریسندگی  $9 \text{ rpm}$  و فشار هوای خنک‌کننده  $30 \text{ N/m}^2$  تولید شد. حین تولید الیاف ترد و شکننده شدند و اصلاً قابلیت کشش نداشتند. برای رفع مشکل تردشدگی ابتدا سرعت پمپ ریسندگی به  $13 \text{ rpm}$  و سپس سرعت برداشت افزایش داده شد و نمونه‌هایی با سرعت برداشت  $1000$  و  $1500 \text{ rpm}$  تهیه شدند. پس از این تغییر الیاف ترد و شکننده نبودند، اما فشار پشت پمپ افزایش یافت و الیاف دچار نایکنواختی شدند. به‌منظور برگرداندن فشار پشت پمپ به حد مجاز، دمای اکسترودر به  $230^\circ\text{C}$  افزایش داده شد تا گرانروی کاهش یابد و سرعت پمپ ریسندگی نیز دو واحد کاهش یافت و روی  $11 \text{ rpm}$  تنظیم شد. در این شرایط یک نمونه نخ نوریس تولید شد. با افزایش سرعت برداشت و کاهش سرعت خنک‌شدن نخ شرایط پایدارتری به‌وجود آمد. اما، به‌دلیل زیادبودن دمای اکستروژن و کاهش گرانروی به‌مقدار زیاد مذاب پس از رشته‌ساز به‌طورمنظم و یکنواخت در بخش خنک‌کننده حرکت نمی‌کرد و حرکت‌های موج‌داری داشت. در نتیجه از مسیر خارج می‌شد و پارگی نخ رخ می‌داد. برای کم‌شدن بروز این مشکل در بخش خنک‌کننده تغییر داده شد و نمونه‌ای با فشار هوای خنک‌کننده  $20 \text{ N/m}^2$  تهیه شد. به‌منظور افزایش گرانروی دمای اکستروژن کاهش داده شد و نخ‌های نوریسی با پنج سرعت برداشت متفاوت از  $1000 \text{ m/min}$  تا  $3000 \text{ m/min}$  تولید شدند. از بین نمونه‌های تولیدشده، نمونه‌ای که در دمای  $220^\circ\text{C}$ ، با دور پمپ  $11 \text{ rpm}$ ، سرعت تولید  $2500 \text{ m/min}$  و تحت فشار هوای ناحیه خنک‌کننده  $220 \text{ N/m}^2$  تولید شد، دارای قابلیت ریسندگی مناسب بود. معیار برای مشاهده و بیان قابلیت ریسندگی اول، خروج یکنواخت مذاب از روزنه رشته‌ساز، قابلیت تحمل‌پذیری کشش در ناحیه سردشدن (انجماد)، حرکت بدون پارگی رشته و پارگی نخ از ابتدای خروج از رشته‌ساز تا ناحیه پیچش و نیز برخورداری الیاف تولیدشده از خواص کششی مناسب است [۵،۱۷].

هفت روز پس از انجام مذاب‌ریسی، نخ‌های نوریس به‌منظور تعیین چگالی خطی بررسی شدند. اما به‌دلیل تردشدگی بیش از حد نخ‌ها انجام سایر آزمون‌ها روی نخ‌های نوریس امکان‌پذیر نبود. مشاهدات حین ریسندگی LV مشخص کرد، هنگام ریسندگی این کوبلی‌استر، امکان نخ‌کشی و قراردادن آن روی دستگاه پیچش وجود نداشت، به‌همین دلیل امکان تولید نبود. به‌دلیل شرایط دستگاه و دمای ذوب پلیمر کاهش دما به کمتر از  $210^\circ\text{C}$  ممکن نبود. دلیل بروز این مشکل حین ریسندگی را می‌توان به گرانروی کم مذاب نسبت داد که به‌دلیل وزن مولکولی کم است. این موضوع با نتایج آزمون‌های انجام‌شده در آزمون رئومتری تأیید شد. کم‌بودن وزن مولکولی پلیمر باعث

جدول ۶- چگالی خطی و ازدیاد طول تا پارگی نخ‌های نوریس و کشیده‌شده از نوع HV در سرعت برداشت ۲۵۰۰ m/min و دو دمای مختلف. Table 6. Linear density and elongation at break of as spun and drawn yarns of HV grade at 2500 m/min winding speed and two different temperatures.

sample	Linear density (denier)		Elongation (%)	
	After production	After 35 days	After production	35 days after production
As spun yarn, spinning temperature (240°C)	108.1 (2.5)*	108.3 (0.2)	129.2 (4.9)	132.6 (2.8)
As spun yarn, spinning temperature (230°C)	109.6 (1.4)	111.7 (1.9)	135.5 (3.0)	141.0 (3.5)
Drawn yarn, spinning temperature (240°C)	65.1 (0.9)	65.9 (1.1)	32.1 (1.5)	18.1 (2.2)
Drawn yarn, spinning temperature (230°C)	65.9 (1.3)	67.5 (2.4)	34.7 (2.6)	28.6 (3.8)

\*The numbers are the coefficient of variation.

است که نشان می‌دهد، افزایش سرعت برداشت باعث افزایش آرایش‌یافتگی زنجیرهای پلیمری شده است. در نتیجه، زنجیرهای پلیمری قابلیت ازدیاد طول تا پارگی کمتری پس از برداشت خواهند داشت. در حالی که با افزایش سرعت برداشت در همین نمونه‌ها استحکام افزایش یافته است، این موضوع نشان می‌دهد، آرایش‌یافتگی بیشتری که در اثر افزایش سرعت برداشت ایجاد شده است، باعث ایجاد استحکام بیشتر در نخ شده است. اما، این روند افزایشی در مدول کشسانی مشاهده نشده است که بروز این مورد نشان می‌دهد، مقاومت در برابر تغییرشکل در زنجیرهای پلیمری با افزایش سرعت برداشت ابتدا افزایشی بوده اما، پس از آن تغییر چندانی نداشته است. با کاهش دمای اکستروژن به ۲۳۰°C و مقایسه آن با نمونه‌ای که سرعت برداشت مشابهی در دمای اکستروژن بیشتر داشته است، این نتیجه حاصل می‌شود که مدول کشسانی، استحکام و درصد ازدیاد طول تا پارگی افزایش یافته است. در واقع، کاهش دما باعث شده است، زنجیرهای پلیمری راحت‌تر آرایش‌یافته شوند. از نتایج آزمون تعیین چگالی خطی در تعیین مدول کشسانی و استحکام نخ‌ها استفاده شد. در بین نمونه‌های نوریس با دمای اکستروژن ۲۴۰°C افزایش در سرعت برداشت باعث کاهش در مقدار درصد ازدیاد طول تا پارگی شده است. این موضوع نشان می‌دهد، افزایش سرعت برداشت باعث افزایش آرایش‌یافتگی زنجیرهای پلیمری شده است، در نتیجه زنجیرهای پلیمری قابلیت ازدیاد طول تا پارگی کمتری پس از برداشت خواهند داشت، در حالی که با افزایش سرعت برداشت در همین نمونه‌ها استحکام افزایش یافته است، این نتیجه نشان می‌دهد، آرایش‌یافتگی بیشتر که در اثر افزایش سرعت برداشت ایجاد شده است، باعث ایجاد استحکام بیشتر در نخ شده است، اما این روند افزایشی در مدول کشسانی مشاهده نشده است. بروز این موضوع

اختلاف کمی از نظر چگالی خطی بین نمونه چند ساعت پس از تولید و ۳۵ روز پس از تولید در نمونه‌هایی است که با دمای اکستروژن ۲۳۰°C تهیه شدند. تغییر در چگالی خطی از نظر معناداری در آمار به‌منظور بررسی اثر زمان، با سطح اطمینان ۹۵٪ بررسی شد و این نتیجه به‌دست آمد که اختلاف در نمونه‌های نوریس و کشیده‌شده‌ای که در دمای اکستروژن ۲۴۰°C تهیه شدند، چند ساعت پس از تولید و ۳۵ روز پس از تولید معنادار نبوده است، اما برای نمونه‌های نوریس و کشیده‌شده‌ای که در دمای اکستروژن ۲۳۰°C تهیه شدند، این اختلاف معنادار بوده است. یعنی می‌توان گفت، گذر زمان بر چگالی خطی این نخ‌ها اثرگذار بوده است. به‌نظر می‌رسد، با توجه به افزایش چگالی خطی پس از ۳۵ روز پس از تولید در این نخ‌ها، در اثر گذشت زمان، زنجیرهای مولکولی نخ روی بوبین دچار انقباض شده است. تغییر در درصد ازدیاد طول از نظر معناداری در آمار به‌منظور بررسی اثر زمان، با سطح اطمینان ۹۵٪، ارزیابی شد. مشخص شد، اختلاف در درصد ازدیاد طول تا پارگی در بین نمونه‌های نوریس، چند ساعت پس از تولید و ۳۵ روز پس از آن، معنادار نبوده اما این مورد در نمونه‌های کشیده‌شده معنادار بوده است. در واقع، زمان در مقدار ازدیاد طول تا پارگی آن‌ها مؤثر است. نتایج جدول ۶ نشان می‌دهد، مقدار تغییر در ازدیاد طول تا پارگی در نمونه‌های کشیده‌شده بیشتر از نوریس است که این می‌تواند ناشی از آن باشد که به‌دلیل آرایش‌یافتگی بسیار کم زنجیرهای پلیمری در نمونه‌های نوریس از ابتدا، دیگر افزایش بی‌نظمی ممکن نبوده است. در میان نمونه‌های کشیده‌شده پایداری بیشتر در حالتی مشاهده شده که دمای اکستروژن ۲۳۰°C بوده است. در نتایج آزمون بررسی خواص کششی نخ‌های تولیدشده در بین نمونه‌های نوریس با دمای اکستروژن ۲۴۰°C، افزایش در سرعت برداشت باعث کاهش در مقدار درصد ازدیاد طول تا پارگی شده

داشته‌اند. الیاف در حالت معمول از نظر ساختاری از سه بخش بلوری، بی‌شکل و بی‌شکل کشیده‌شده تشکیل شده‌اند. بخش بی‌شکل کشیده باعث پدیده جمع‌شدگی گرمایی در الیاف می‌شود. بر اساس نتایج مشاهده‌شده در آزمون DSC چپس پلیمری این نتیجه حاصل می‌شود که این ماده در دسته پلیمرهای شیشه‌ای قرار می‌گیرد، در این پلیمرها هر نوع آرایش یافتگی به‌سختی ایجاد می‌شود [۳۱]. به همین دلیل بخش بی‌شکل کشیده‌شده در الیاف تولیدشده با این چپس پلیمری کم خواهد بود. انتظار می‌رود، با افزایش کشش اعمال‌شده حین تولید مقدار این بخش افزایش یابد. به‌نظر می‌رسد، بخش بی‌شکل کشیده‌شده در الیاف نوریس بررسی‌شده کم بوده است و تنش گرمایی اعمال‌شده و کشش ناشی از گیره‌های تجهیزات طی آزمون بیشتر از نیروی زنجیرهای پلیمری برای اتفاقی شدن ساختار در اثر گرما بوده در نتیجه حالت کشیدگی در اثر گرما به‌وجود آمده است و جمع‌شدگی گرمایی مشاهده نشده است. الیاف کشیده‌شده مورد بررسی به‌دلیل آنکه پس از ریسندگی زیر کشش قرار گرفته‌اند، دارای مقدار بیشتری از بخش بی‌شکل کشیده‌شده در ساختار خود هستند، به همین دلیل جمع‌شدگی گرمایی در آن‌ها مشاهده شده است. مقدار جمع‌شدگی گرمایی از بین نمونه‌های کشیده‌شده در نخ‌ی که دمای اکستروژن آن  $230^{\circ}\text{C}$  بوده، بیشتر است که این مورد نشانگر مقدار بیشتر بخش بی‌شکل کشیده‌شده در ساختار الیاف این نمونه است. نتایج ضریب دوشکستی نمونه‌های تولیدشده در جدول ۷ آمده است. با توجه به اینکه مقدار ضریب دوشکستی رابطه مستقیمی با مقدار آرایش‌یافتگی الیاف دارد، بنابراین مقدار آرایش‌یافتگی نمونه‌های کشیده‌شده بیشتر از نمونه‌های نوریس است. در بین نمونه‌های نوریس نمونه با دمای اکستروژن  $230^{\circ}\text{C}$  و در بین نمونه‌های کشیده‌شده نمونه با دمای اکستروژن  $230^{\circ}\text{C}$ ، آرایش‌یافتگی بیشتری دارند. نتایج این آزمون با نتایج آزمون تعیین خواص کششی

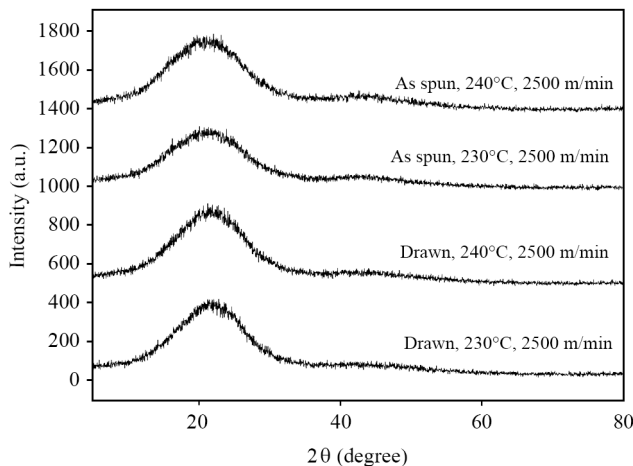
نشان می‌دهد، مقاومت در برابر تغییرشکل در زنجیرهای پلیمری با افزایش سرعت برداشت ابتدا افزایشی بوده است. اما، پس از آن تغییر چندانی نداشته است. با کاهش دمای اکستروژن به  $230^{\circ}\text{C}$  و مقایسه آن با نمونه‌ای که سرعت برداشت مشابهی در دمای اکستروژن بیشتر داشته است. این نتیجه حاصل می‌شود که مدول کشسانی، استحکام و درصد ازدیاد طول تا پارگی افزایش یافته است. در واقع کاهش، دما باعث شده است، زنجیرهای پلیمری راحت‌تر آرایش‌یافته شوند. در بین نمونه‌های کشیده‌شده با دمای اکستروژن  $240^{\circ}\text{C}$  یکی از نمونه‌ها سرعت برداشت بیشتری در نمونه نوریس خود داشته است و نمونه دیگر نسبت کشش بیشتری داشته است. مقایسه این نمونه‌ها نشان می‌دهد، نمونه با سرعت برداشت بیشتر مدول کشسانی، ازدیاد طول تا پارگی و استحکام بیشتری دارد. این نکته حاکی از آن است که نسبت کشش بیشتر در عملیات کشش نتوانسته است، مدول کشسانی و استحکام بسیار کم نخ نوریس را به‌طور کامل جبران کند. اما، به‌مقدار زیادی بر ازدیاد طول تا پارگی مؤثر بوده است. بدین دلیل همین سرعت برای دمای اکستروژن  $230^{\circ}\text{C}$  انتخاب شد. کاهش دما به‌مقدار  $10^{\circ}\text{C}$  باعث افزایش مدول کشسانی و استحکام شده است. این بدان معناست که این تغییر باعث افزایش استحکام نخ شده است. اثر کاهش دما در افزایش مدول کشسانی و استحکام در نمونه‌های کشیده‌شده نیز مشاهده شد. در واقع، سرعت  $2500\text{ m/min}$  و دمای  $230^{\circ}\text{C}$  مناسب‌ترین نتیجه را در بین سایر شرایط داشته است. مقادیر نمره نخ و ازدیاد طول تا پارگی در زمان تولید و پس از  $35$  روز از تولید، از لحاظ آماری اختلاف معنادار با سطح اطمینان  $95\%$  دارد. نتایج جمع‌شدگی گرمایی نخ‌های نوریس و کشیده‌شده در جدول ۷ آمده است. نمونه‌های نوریس انبساط طولی داشتند و در واقع کلاف نخ دچار افزایش طول شده است. در نمونه‌های کشیده‌شده انقباض طولی رخ داده و نخ‌ها در اثر گرما کاهش طول (جمع‌شدگی)

جدول ۷- خواص کششی و جمع‌شدگی نخ نوریس و کشیده‌شده از نوع HV در سرعت برداشت  $2500\text{ m/min}$  و دو دمای مختلف.

Table 7. Tensile properties and shrinkage of as spun and drawn yarn of HV grade at  $2500\text{ m/min}$  winding speed and two different temperatures.

sample	Birefringence	Shrinkage (%)	Elongation at break (%)	Specific Tension (cN/den)	Elastic Modulus (cN/den)
As spun yarn, spinning temperature ( $240^{\circ}\text{C}$ )	0.00028 (1.2)*	-29.1 (-0.7)	129.2 (3.8)	1.1 (2.7)	4.6 (2.9)
As spun yarn, spinning temperature ( $230^{\circ}\text{C}$ )	0.00047 (4.6)	-29.8 (-2.7)	135.5 (2.2)	1.4 (2.8)	4.7 (1.1)
Drawn yarn, spinning temperature ( $240^{\circ}\text{C}$ )	0.06459 (3.7)	20.9 (5.8)	32.1 (4.6)	1.9 (1.6)	16.2 (3.1)
Drawn yarn, spinning temperature ( $230^{\circ}\text{C}$ )	0.07176 (1.9)	32.1 (8.0)	34.7 (7.6)	2.2 (4.9)	17.6 (1.6)

\*The numbers are the coefficient of variation.



شکل ۴- پراش پرتو X نخ‌های نوریس و کشیده‌شده نوع HV با گران‌روی ذاتی زیاد.

Fig. 4. X-ray diffraction of as spun and drawn yarns of HV grade.

اختلاف شایان توجهی با دمای ذوب نخ‌های تهیه‌شده از پلی‌اتیلن ترفتالات) دارد که رایج‌ترین نخ مصرفی در جهان بوده و دمای ذوب آن حدود  $260^{\circ}\text{C}$  است. بدین دلیل نخ‌های تهیه‌شده در این پژوهش جزو نخ‌های با دمای ذوب کم قرار می‌گیرند. آزمون DSC به منظور تأیید یا رد نتایج آزمون پراش پرتو X، همچنین تعیین دمای گذار شیشه‌ای و بررسی ساختار نمونه‌ها انجام شد. نتایج این آزمون برای نخ‌های نوریس و کشیده‌شده در شکل ۵ نشان داده شده است.

در شکل ۵ هر دو نمونه نخ نوریس روند مشابهی را در اثر افزایش گرما بروز داده‌اند. در نمونه نوریس با دمای اکستروژن  $240^{\circ}\text{C}$ ، پیک مربوط به دمای گذار شیشه‌ای شناسایی نشده است، بدین که دلیل ظرفیت گرمایی در فشار ثابت حالت جامد و مایع کمتر از حساسیت دستگاه بوده است. با توجه به نتایج تعیین دمای ذوب پیک  $65/3^{\circ}\text{C}$  نمی‌تواند صحیح باشد. پیک حدود  $95^{\circ}\text{C}$  به دلیل تنش است که به دلیل وجود بخش بی‌شکل کشیده‌شده در ساختار ذخیره شده و در اثر گرمای آزمون رها شده است. با توجه به نبود پیک ذوب در نتایج مشخص می‌شود، این نمونه بلور ندارد و ساختار آن شیشه‌ای است. نتایج آزمون DSC نمونه نوریس با دمای اکستروژن  $230^{\circ}\text{C}$  نشان می‌دهد، دمای گذار شیشه‌ای  $11/9^{\circ}\text{C}$  است، دمای ذوب  $64/8^{\circ}\text{C}$  نمی‌تواند صحیح باشد، به دلیل آنکه در پلیمرها به طور معمول فاصله دمای گذار شیشه‌ای و دمای ذوب بیشتر از این مقدار است و آزمون دمای ذوب را حدود  $180^{\circ}\text{C}$  نشان داده است. پیک سوم (حدود  $100^{\circ}\text{C}$ ) به دلیل تنش است که به سبب وجود بخش بی‌شکل کشیده‌شده در ساختار ذخیره شده است و در اثر گرمای

نخ مطابقت دارد. نخ نوریس با دمای اکستروژن  $230^{\circ}\text{C}$  دارای مدول کشسانی، تنش ویژه و آرایش‌یافتگی بیشتری نسبت به سایر نخ‌های نوریس است. این موضوع در نمونه‌های کشیده‌شده نیز دیده شد، در واقع، نمونه کشیده‌شده این نخ نیز دارای مدول کشسانی، تنش ویژه و آرایش‌یافتگی بیشتری نسبت به سایر نخ‌های کشیده‌شده است.

به منظور مقایسه ضریب دوشکستی نوری نخ‌های تهیه‌شده در این پژوهش با نخ‌های پلی‌اتیلن ترفتالات) که رایج‌ترین نوع نخ مصرفی در جهان است. از نتایج پژوهش‌های سایر پژوهشگران استفاده شد. حاجی و همکاران [۳۲] در پژوهشی ضریب دوشکستی نوری نخ پلی‌اتیلن ترفتالات) را در نسبت کشش‌های مختلف بررسی کردند. نخ نوریس این نمونه‌ها با سرعت برداشت  $800\text{ m/min}$  تهیه شده بود. نتایج نشان داد، با اعمال کشش روی نخ با آرایش‌یافتگی کم از نسبت کشش ۱ تا  $6/2$ ، مقدار ضریب دوشکستی نوری از  $0/029$  به  $0/2069$  افزایش یافته است. مقدار ضریب دوشکستی نوری نخ‌های نوریس تهیه‌شده از نخ با آرایش‌یافتگی کم پلی‌اتیلن ترفتالات) در حالی که سرعت برداشت نخ‌های نوریس تهیه‌شده در این پژوهش است. این موضوع نشان می‌دهد، امکان ایجاد آرایش‌یافتگی در نخ تهیه‌شده از پلی‌اتیلن ترفتالات) راحت‌تر از کوبلی‌استر با دمای ذوب کم است. دلیل بروز این پدیده را می‌توان به اختلاف بین کوبلیمرها با سایر پلیمرها در قابلیت زنجیرهای پلیمری آن برای ایجاد آرایش‌یافتگی دانست. تمام نتایج خواص کششی، جمع‌شدگی و ضریب دوشکستی از لحاظ آماری بررسی شد و نتایج نشان داد، بین نتایج نمونه‌ها اختلاف معناداری وجود دارد.

آزمون پراش پرتو X روی نمونه‌های نوریس و کشیده‌شده به منظور بررسی بلورینگی نخ‌ها انجام شد. نتایج این آزمون در شکل ۴ نشان داده شده است. با توجه به شناسایی‌نشدن هیچ نوع ساختار بلوری در طیف پرتو X با نرم‌افزار Xpert high score، این نتیجه حاصل شد که هر چهار نمونه در ساختار خود مقدار بسیار ناچیزی بلور دارند. پیک‌های مشاهده‌شده در دیگرام نتایج، به دلیل پهن‌بودن، به عنوان پیک بی‌شکل شناخته شده‌اند. هر چهار نمونه بررسی‌شده روند مشابهی در الگوی پرتو X نشان داده‌اند.

نتایج آزمایش تعیین دمای ذوب نخ‌های نوریس و کشیده‌شده نشان داد، نتایج اختلاف شایان توجهی در دمای ذوب چهار نمونه تولیدشده ندارند. نبود اختلاف در دمای ذوب حاکی از نبود تغییر در ساختار بلوری نمونه‌ها با تغییر شرایط تولید است. این نتیجه به کمک آزمون‌های پراش پرتو X و DSC در ادامه بررسی می‌شود. به طور میانگین دمای ذوب نخ‌های تهیه‌شده حدود  $180^{\circ}\text{C}$  است که این عدد

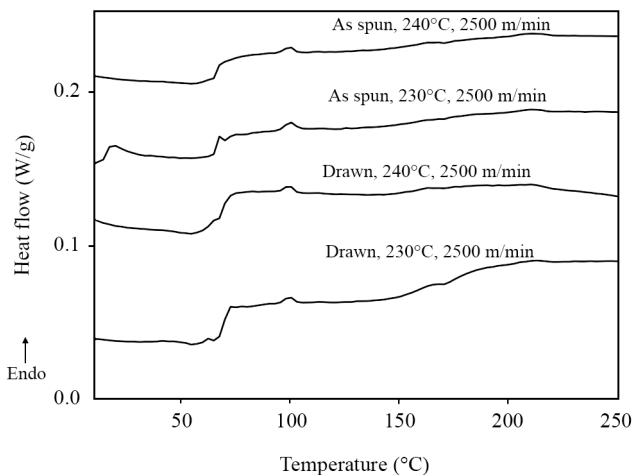
ذوب در آزمون تعیین دمای ذوب، نبود بلور در ساختار نخ‌هاست. افزون بر آن، این آزمون نتایج پراش پرتو X مبتنی بر نبود بلور در ساختار نمونه‌ها را تأیید کرد. با توجه به نبود بلور در ساختار نمونه‌ها مقدار آرایش‌یافتگی زنجیرهای پلیمری عامل بسیار مهمی در تعیین خواص نمونه‌هاست.

نتایج آزمون بررسی سطح مقطع طولی نخ با SEM در شکل ۶ نشان داده شده است. این آزمون در بزرگ‌نمایی ۲۵۰۰ برابر انجام شد. همان‌طور که انتظار می‌رفت، سطح مقطع طولی در هر چهار نمونه نخ، تابع شکل روزنه رشته‌ساز بود و پدیده غیرقابل انتظاری دیده نشد. براساس این تصاویر هر دو گروه نخ نوریس که با دمای اکستروژن ۲۳۰ و ۲۴۰°C تولید شدند، نسبت به نمونه‌های کشیده‌شده خودشان به مقدار ۱/۲۳ ضخیم‌تر هستند. اختلاف ۱/۲۳ برابر بین قطر نمونه‌های نوریس و کشیده‌شده با نسبت کشش اعمال‌شده (۱/۷۵ برابر) هنگام عملیات کشش مطابقت ندارد و کمتر است. این مورد نشان‌دهنده رخدادن پدیده جمع‌شدگی در نمونه‌های کشیده‌شده در اثر گذر زمان است.

جمع‌شدگی در نمونه کشیده‌شده‌ای که نخ نوریس آن در دمای ۲۳۰°C تهیه شد، پس از گذشت ۳۵ روز از تولید در بخش تعیین چگالی خطی نخ‌ها اشاره شده است، اما در آزمون سطح مقطع طولی نخ‌ها که حدود ۶ ماه پس از تولید انجام شد، مشخص شد، هر دو نخ کشیده‌شده پس از ۶ ماه دچار جمع‌شدگی شدند.

### نتیجه‌گیری

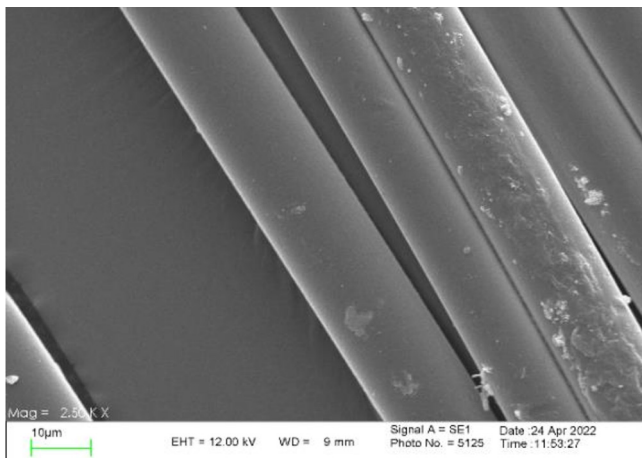
با توجه به اهمیت الیاف کوبلی‌استر با دمای ذوب کم در این پژوهش قابلیت ریسندگی و برخی خواص ساختاری نخ چندرشته‌ای تولیدشده از این نوع الیاف بررسی شد. در این پژوهش، دو نوع کوبلی‌استر با گرانروی ذاتی زیاد (HV) و گرانروی ذاتی کم (LV) مذاب‌ریسی شدند. دمای گذار شیشه‌ای این پلیمرها حدود ۱۸°C و دمای ذوب آن‌ها حدود ۱۷۶°C بود و چپیس‌های پلیمری و نخ‌های نوریس و کشیده‌شده در ساختار خود هیچ بلوری نداشتند. هر دو نوع کوبلی‌استر رفتار گرانرو نشان دادند، اما نوع با گرانروی ذاتی کم در بازه بزرگ‌تری از سرعت‌های برش اعمال‌شده قابلیت ریسندگی داشت. آزمون رئومتری نشان داد، از بین دو نوع استفاده‌شده در مذاب‌ریسی، نوع با گرانروی ذاتی کم، خواص نهایی الیاف نامطلوب بود و الیاف بدون قابلیت کشش (ترد) تولید شدند. در حالی که نوع با گرانروی ذاتی زیاد قابلیت ریسندگی کمتری نشان داد. اما، الیاف



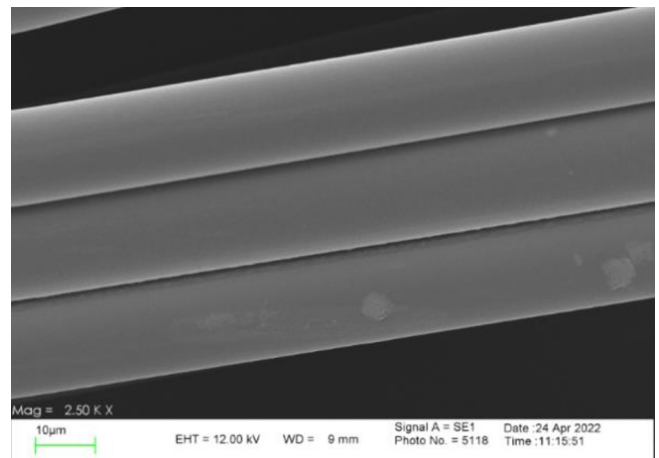
شکل ۵- گرمانگاشت‌های DSC نخ‌های کشیده‌شده و نوریس در دماهای ریسندگی مختلف.

Fig. 5. DSC thermograms of drawn and as spun yarns at different spinning temperatures.

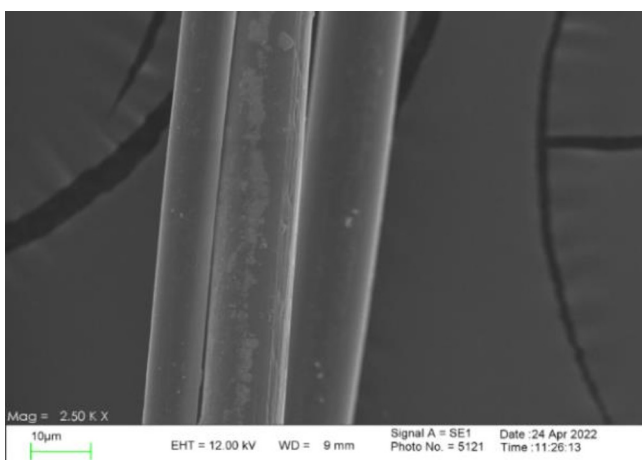
آزمون رها شده است. با توجه به نبود پیک ذوب در نتایج مشخص می‌شود، این نمونه بلور ندارد و ساختار آن شیشه‌ای است. رفتار هر دو نمونه کشیده‌شده در اثر افزایش دما مشابه بود. در نمونه تهیه‌شده با دمای اکستروژن ۲۴۰°C پیک مربوط به ۶۷/۲°C دارای ظرفیت گرمایی در فشار ثابت بسیار کمی است. به همین دلیل نمی‌تواند به‌عنوان دمای گذار شیشه‌ای تأیید شود. وجود آن به سبب تنش است که با وجود بخش بی‌شکل کشیده‌شده در ساختار ذخیره شده و در اثر گرمای آزمون رها شده است. نتایج DSC نمونه کشیده‌شده با دمای اکستروژن ۲۳۰°C مشخص می‌کند، مشاهدات مشابه با نتایج DSC نمونه کشیده‌شده با دمای اکستروژن ۲۴۰°C است. پیک مربوط به ۶۶°C به دلیل تنش است که به سبب وجود بخش بی‌شکل کشیده‌شده در ساختار ذخیره شده و در اثر گرمای آزمون رها شده است. هر چهار نمونه بررسی‌شده رفتار مشابهی در اثر افزایش دما نشان داده‌اند. در واقع، وجود بخش بی‌شکل کشیده‌شده و نبود بلور در همه نمونه‌ها مشاهده شده است. در تمام نخ‌های تولیدشده در آزمون DSC، دمای ذوب، مشاهده نشد. اما، در آزمون تعیین دمای ذوب، همه نمونه‌ها دارای دمای ذوب بودند. دلیل بروز این اختلاف آن است که دستگاه DSC آنتالپی ذوب شدن بلورها را به‌عنوان دمای ذوب اعلام می‌کند، در حالی که در آزمون تعیین دمای ذوب دستگاهی استفاده شده است که دمایی را که ماده از حالت جامد به مایع تبدیل می‌شود، به‌عنوان دمای ذوب می‌شناسد. به دلیل نبود بلور در نخ‌های تولیدی این اختلاف به‌وجود آمده است. با توجه به نتایج DSC می‌توان گفت، علت نبود اختلاف در دمای



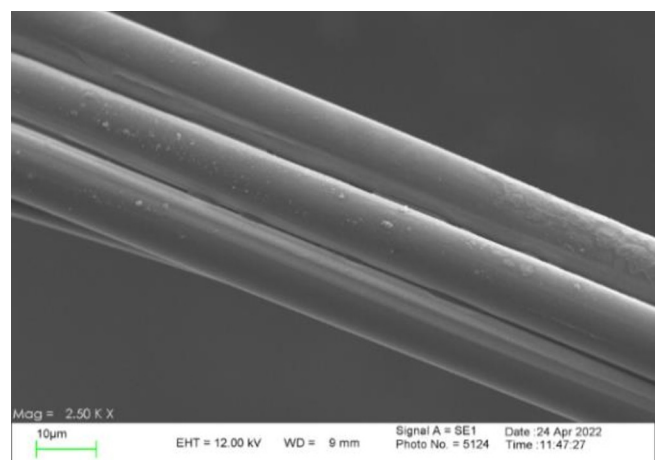
(a)



(b)



(c)



(d)

شکل ۶- عکس‌های SEM سطح مقطع طولی رشته‌های کوپلی‌استر در دو دمای مذاب‌ریسی مختلف و سرعت  $2500 \text{ m/min}$  و بزرگ‌نمایی  $2500\times$ : (a) نمونه نوریسی در  $240^\circ\text{C}$ ، (b) نمونه نوریسی در  $230^\circ\text{C}$ ، (c) نمونه کشیده در  $240^\circ\text{C}$  و (d) نمونه کشیده در  $230^\circ\text{C}$ .

Fig. 6. SEM images of the longitudinal cross section of copolyester filaments at two different spinning temperatures and  $2500 \text{ m/min}$  speed and  $2500$  magnification as (a) spun  $240^\circ\text{C}$ , (b) as spun  $230^\circ\text{C}$ , (c) drawn  $240^\circ\text{C}$ , and (d) drawn  $230^\circ\text{C}$ .

باید بلافاصله پس از عملیات مذاب‌ریسی انجام شود. به همین دلیل نمونه‌های نوریسی تهیه‌شده از نوع با گران‌روی ذاتی زیاد بلافاصله پس از ذوب‌ریسی کشیده شد. نمونه نخ‌های نوریسی برخلاف انتظار دچار انقباض طولی گرمایی شدند، در حالی که پس از عملیات کشش، انقباض طولی (جمع‌شدگی) دیده شد.

پس از تولید امکان کشش و تکمیل ساختار نهایی را داشتند. دمای اکستروژن  $230^\circ\text{C}$  و سرعت برداشت  $2500 \text{ rpm}$  شرایط مناسبی از نظر خواص کششی برای تهیه نخ نوریسی ایجاد می‌کند. حین مذاب‌ریسی شرایط ریسندگی پایدار و بدون پارگی است و پدیده غیرقابل انتظاری از قبیل شکست مذاب رخ نداد. بروز تردشدگی در اثر گذر زمان در نمونه‌های نوریسی نشان داد، عملیات کشش

## مراجع

1. Bastioli C., *Handbook of Biodegradable Polymers*, Walter de Gruyter GmbH and Co KG., 2020.
2. Jiang L., Sabzi M., and Zhang J., *Biodegradable and Biobased Polymers, Appl. Plast. Eng. Handbook*, 133-165 و 2024.

3. Ahmadi R., Fashandi H., and Akbari V., Development of N-Halamine Low-Melting Point Poly(ethylene terephthalate) Fibers via Melt Spinning: Structural Characterization and Demonstration of Rechargeable Antibacterial Properties, *Polym. Plast. Technol. Eng.*, **60**, 1185-1202, 2021.
4. Ki H. and Park O.O., Synthesis, Characterization and Biodegradability of the Biodegradable Aliphatic-Aromatic Random Copolyesters, *Polymer*, **42**, 1849-1861, 2001.
5. Lin Q., Jiang J., and Xu S., Binding Property Evaluation of Low Melting Point Filaments with Conventional Filaments in Weft-Knitted Fabrics, *J. Eng. Fiber Fabr.*, **13**, 2018.
6. Govindan S., Ramos M., and Al-Jumaily A.M., A Review of Biodegradable Polymer Blends and Polymer Composite for Flexible Food Packaging Application *Mater. Sci. Trans. Tech. Publ.*, 2023.
7. Lin J.H., Hsieh J.C., Lin J.Y., and Lin M. C., Polyester/Low Melting Point Polyester Nonwoven Fabrics Used as Soilless Culture Mediums: Effects of the Content of Low Melting Point Polyester Fibers, *J. Appl. Mech.*, **457**, 49-52, 2014.
8. Albrecht W., Fuchs H., and Kittelmann W., *Nonwoven Fabrics: Raw Materials, Manufacture, Applications, Characteristics, Testing Processes*, John Wiley and Sons, 2006.
9. Kim H., Ito H., Kikotani T., and Okui N., The Thermal-Bonding Behaviour of Polyethylene/Poly(ethylene terephthalate) Bicomponent Fibres, *Text. Res. J.*, **88**, 37-51, 1997.
10. Li F., Luo S., and Yu J., Mechanical, Thermal Properties and Isothermal Crystallization Kinetics of Biodegradable Poly(butylene succinate-co-terephthalate)(PBST) Fibers, *J. Polym. Res.*, **17**, 279-287, 2010.
11. Younes B., Fotheringham A., and El-Dessouky H.M., Factorial Optimization of the Effects of Extrusion Temperature Profile and Polymer Grade on as-spun Aliphatic-Aromatic Copolyester Fibers. I. Birefringence and Overall Orientation, *J. Appl. Polym. Sci.*, **118**, 1270-1277, 2010.
12. Twarowska-Schmidt K., Sulak K., and Galeski A., Investigation on the Melt Processing of Biodegradable Aliphatic-Aromatic Polyester into Fibrous Products. *Fibres Text. East. Eur.*, 2016.
13. Younes B., Investigating the Co-effect of Twist and Hot Drawing Processes on the Bio-Based Yarns Properties, *J. Text. Inst.*, **111**, 202-213, 2020.
14. Younes B., Fotheringham A., and Mather R., Factorial Optimisation of the Effects of Melt Spinning Conditions on Biodegradable as-spun Aliphatic-Aromatic Co-Polyester Fibres, *Int. Polym. Process.*, **26**, 150-163, 2011.
15. Younes B. and Fotheringham A., Factorial optimization of the Effects of Melt-spinning Conditions on Biodegradable As-Spun Aliphatic-Aromatic Copolyester fibers. III. Diameter, Tensile Properties, and Thermal Shrinkage. *J. Appl. Polym. Sci.*, **122**, 1434-1449, 2011.
16. Younes B., Factorial Optimization of the Effects of Melt-Spinning Conditions on As-Spun Aliphatic-Aromatic Copolyester Fibers I. Spin Draw Ratio, Overall Orientation and Drawability, *Int. J. Polym. Mater.*, **60**, 316-339, 2011.
17. Ziabicki A., *Fundamentals of Fibre Formation: the Science of Fibre Spinning and Drawing.*, 1976.
18. Shirzadei H. and Jafari N., Investigation of the Melt Flow Behavior of Four Different Grades of Co-Polyester with Low Melting Temperature, Bachelor's Thesis, Textile Engineering Department, Amirkabir University of Technology, Tehran, Iran, 2022..
19. Shi X., Ito H., and Kikutani T., Characterization on Mixed-Crystal Structure of Poly(butylene terephthalate/succinate/adipate) Biodegradable Copolymer Fibers, *Polymer*, **46**, 751-760, 2005.
20. Vatansever E., Arslan D., Sema D., and Nofar M.R., Development of CNC-Reinforced PBAT Nanocomposites with Reduced Percolation Threshold: A Comparative Study on the Preparation Method, *J. Mater. Sci.*, **55**, 15523-15537, 2020.
21. Gu S.-Y., Zhang K., Ren J., and Zhan H., Melt Rheology of Polylactide/Poly(butylene adipate-co-terephthalate) Blends, *Carbohydr. Polym.*, **74**, 79-85, 2008.
22. Al-Itry R., Lamnawar K., and Maazouz A., Reactive Extrusion of PLA, PBAT with a Multi-Functional Epoxide: Physico-Chemical and Rheological Properties. *Eur. Polym. J.*, **58**, 90-102, 2014.
23. Sun L., Huang L., Wang X., Hu H., Guo J., Zho R., and He



- S., Synthesis and Structural Characterization of Sequential Structure and Crystallization Properties for Hydrophilic Modified Polyester, *Polymers*, **12**, 1733, 2020.
24. Mojtahedi M.R.M., False-twist Texturing of Polypropylene Yarns, University of Leeds, Department of Textile Industries, 1996.
25. Shaikh I.A., Pocket Textile Testing and Quality Expert: *A Practical Handbook on Textile-Related Testing and Quality Control*, Textile Info Society, 2007.
26. Kothari V., *Testing of Manufactured Fibre Technology*, Chapman and Hall, 248, 2012.
27. Testing of Textiles; Determination of Parameters for the Crimp of Textured Filament Yarns; Filament Yarns with a Linear Density of up to 500 dtex, DIN 53840-1, 1983.
28. Beyreuther R. and R. Vogel, Spinnability of Polymer Melts—A Complex Problem in Basic Research<sup>1</sup>, *Int. Polym. Process.*, **11**, 154-158, 1996.
29. Hagege R., Ageing Behavior of Pre-oriented PET Yarns, Followed by DSC, *Text. Res. J.*, **47**, 229-231, 1977.
30. Shealy O. and Kitson R., An Age-Stable Feed Yarn for Draw Texturing by the False-Twisting Process 1. *Text. Res. J.*, **45**, 112-117, 1975.
31. Gedde U.W. and Hedenqvist M.S., *Fundamental Polymer Science*, Springer, **2**, 2019.
32. Haji A., Rahbar R.S., and Kalantari B., The Effect of Hot Multistage Drawing on Molecular Structure and Optical Properties of Polyethylene Terephthalate Fibers. *Mater. Res.*, **15**, 554-560, 2012.