

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 نرات 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 ۱۷۰-۱۸۵°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 گرانزوی 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 معنی داری بر ویژگی‌های نخ نیمه جهت یافته تولیدی و گرانزوی محلول چیپس والیاف پلی استر دارد. در دماهای پایین خشک کردن (۱۷۰°C) کیفیت نخ تضعیف می‌شود و یکنواختی و استحکام آن کاهش می‌یابد. در حالی که با افزایش دمای خشک کردن مقدار گردوبغار همراه چیپس پلی استر افزایش می‌یابد، وجود این نرات باعث ناهمنگی 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 پوش 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 هوای برو ماده باعث شناور شدن ذرات می شود. در مواردی که در این خشک کن ها از خلا برای خشک کردن مواد استفاده شود، نیروی ارتعاشی برای شناور سازی 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 چیپس 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 هوای کاهش می یابد، عملیات تبلور انجام می شود، سپس در بخش پایین تر خشک کن، چیپس 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 چیپس خارج نمی شود و این امر منجر به آبکافت زنجیرهای پلی استر می شود. بدینه ای است که در دماهای کمتر از 170°C به دلیل باقی ماندن رطوبت بیشتر در چیپس 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 چیپس 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 چیپس پلی استر در محدوده دمایی $170\text{-}185^{\circ}\text{C}$ که در عمل بیشتر بکار می رود بر خواص الیاف تولیدی بررسی می شود.

تجربی

مواد

چیپس پلی استر ساخت شرکت Hankook از کشور کره تهیه شد. خواص این چیپس در جدول ۱ ارائه شده است.

برای اندازه گیری گرانروی ذاتی محلول چیپس و الیاف پلی استر از محلوط فنول / تراکلرواتان تولید شده به وسیله شرکت مرک آلمان استفاده شد. فنول مورد استفاده به شکل جامد و تراکلرواتان به شکل محلول بود که به نسبت وزنی $60\text{--}40$ مطابق روش استاندارد با هم محلوط و در اندازه گیری گرانروی استفاده شد [۱۲].

در تمام کارخانه های تولید الیاف پلی استر که ماده اولیه آنها چیپس پلی استر است، خشک کردن چیپس پلی استر، مرحله ای مهم بشمار می رود. با انجام عملیات خشک کردن، چیپس 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 چیپس خارج نشود و پلیمر ذوب شود، به علت آبکافت (هیدرولیز) زنجیرهای پلی استر، کاهش سریع وزن مولکولی مشاهده می شود [۲-۵]. بنابراین، چیپس پلی استر باید قبل از عملیات گرمابی و ذوب شدن در دماهای بالا به نحو مطلوبی خشک شوند. مقدار رطوبت موجود در چیپس پلی استر بعد از عملیات خشک کردن نباید از 0.005% درصد تجاوز کند [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 چیپس 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، چیپس حاصل بی شکل بوده یا دارای تبلور کمی است [۵]. به دلیل تبلور کمی که چیپس پلی استر دارد، در دماهای بالا، مناطق بی شکل چیپس نرم شده و در نتیجه طی عملیات خشک کردن، چیپس به یکدیگر می چسبد [۶، ۳، ۵، ۲]. به عبارت دیگر، اگر چیپس پلی استر خام گرم شود در دمای $40\text{--}120^{\circ}\text{C}$ به یکدیگر می چسبد. برای جلوگیری از چسبیدن و کلوخه ای شدن چیپس پلی استر در عملیات خشک کردن، باید قبل از این عملیات، چیپس پلی استر متبلور شود [۶، ۵، ۳، ۲]. بنابراین، خشک کردن چیپس پلی استر شامل دو مرحله است: در مرحله اول تبلور چیپس پلی استر در دمای $100\text{--}120^{\circ}\text{C}$ انجام می شود و در مرحله دوم، چیپس در دماهای بالاتر خشک می شود [۳].

بسته به نوع خشک کن، خشک کردن چیپس پلی استر و تبلور آن به شکل پیوسته یا ناپیوسته انجام می شود. در سیستم ناپیوسته، چیپس 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.

جريان هوابه تانک تغذیه در بالای خشک کن بستر پر شده منتقل شد، سپس چیپس 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 بالای 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 چیپس پلی استر 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 -40°C - -45°C می‌رسد. هوای عاری از رطوبت از گرمکنی عبور داده شده و دمای آن به مقدار مورد نظر رسیده سپس وارد خشک کن می‌شود. چیپس پلی استر 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 (272°C) و ناحیه پنجم، بیشترین دما (295°C) را دارد. نمایی از این اکسترودر در شکل ۲ نشان داده شده است. پلیمر مذاب پس از عبور از روزنه‌های رشته ساز 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 ضد الکتریسیته 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 3200 m/min روی بوبین پیچیده می‌شوند. الیاف تولید شده در این پژوهش دارای $48\text{ رشته و چگالی خطی dtex 258}$ هستند. برای اندازه گیری گرانزوی چیپس و الیاف پلی استر مطابق روش استاندارد ASTM [۱۲]، ابتدا چیپس و الیاف پلی استر در محلول فنول/ تتراکلرواتان به نسبت وزنی $40/60$ حل شده و سپس گرانزوی در دمای 25°C اندازه گیری شد. جهت یافتنگی نمونه‌ها با تعیین ضریب شکست مضاعف از راه اندازه گیری ضخامت لیف به وسیله چشمی مدرج و استفاده از جدول رنگ‌های تداخلی می‌شل لوی ارزیابی شد [۱۳]. بدین منظور، ابتدا نمونه الیاف بین لام و لام قرار گرفت و روی صفحه

جدول ۱ - خواص چیپس مورد استفاده در این پژوهش.

خواص	واحد	مقدار
گرانزوی ذاتی	dL/g	$0/64$
میزان سفیدی (L)	—	$73/5 \pm 5$
(b) رنگ	—	45 ± 2
مقدار گروه‌های انتها کربوکسیل	mEq/kg	۳۵
مقدار دی‌اتیلن گلیکول	%Wt	$1 \pm 0/2$
مقدار تیتانیم دیوکسید (TiO_2)	%Wt	۰/۴
دما ذوب	°C	258 ± 3
اندازه چیپس	mm	$4 \times 4 \times 2/5$

دستگاه‌ها

دستگاه‌های بکار گرفته شده در این پژوهش به قرار زیر است: استحکام سنج با سرعت افزایش طول ثابت (constant-rate elongation, CRE) ساخت شرکت زوئیک کشور آلمان مدل ۲۰۰۱ برای اندازه گیری استحکام کششی و افزایش طول نخ‌های نیمه جهت یافته، طیف سنج زیر قرمز 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 Axiolab Pol ۴۵۰۹۱۰ ساخت شرکت Carl-Zeiss Lenze کشور آلمان شرقی برای تخمین ضریب شکست مضاعف نمونه‌های نخ نیمه جهت یافته، گرانزوی سنج Poultens, Selfe, Lee Opaque Cannan-Fenske کشور انگلستان به منظور اندازه گیری گرانزوی محلول چیپس و الیاف پلی استر، حمام روغن ساخت شرکت Townson and Mercer از نخ نیمه جهت یافته حاصل، ویروسکوپ ساخت شرکت Lenzing آلمان برای اندازه گیری تغییرات چگالی خطی بین رشته‌ها، رطوبت سنج Fapa مدل WD-۲۰۲ ساخت کشور ایتالیا برای اندازه گیری رطوبت موجود در چیپس پلی استر، نرم افزار آماری SAS به منظور تجزیه و تحلیل‌های آماری و دستگاه مذاب ریسمی ساخت شرکت Noyvlesina کشور ایتالیا موجود در شرکت نخ پلی استر زاگرس به منظور تهیه الیاف.

روش‌ها

در فرایند تولید، ابتدا چیپس خام پلی استر به سیلو واز آنجا به کمک

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

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

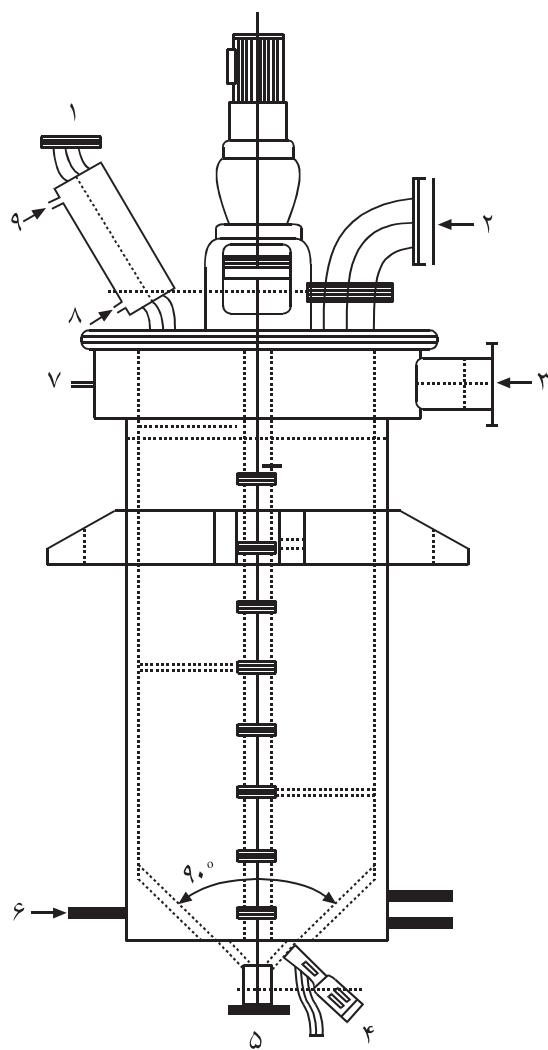
در این معادله L_{tot} کل ارتفاع جایه جا شده به وسیله مایع در طرف راست و چپ لوله u شکل، F ضریب درجه بندی و P وزن نمونه بر حسب گرم است.

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 بر مید 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 قرار گرفته و از هر یک از نمونه ها طیف برداشت شد [۱۵].

نتایج و بحث

اثر دمای خشک کردن بر رطوبت موجود در چیپس پلی استر

نتایج اندازه گیری های رطوبت موجود در چیپس پلی استر در دماهای مختلف خشک کردن در جدول ۲ آمده است. برای بررسی اثر شرایط خشک کردن بر رطوبت موجود در چیپس پلی استر در هر دما ۵ بار نمونه گیری انجام شد و رطوبت موجود در چیپس پلی استر اندازه گیری شد. میانگین رطوبت ۵ نمونه به عنوان رطوبت چیپس در آن دما گزارش شد. همان طور که ملاحظه می شود در دماهای 170°C و 173°C مقدار رطوبت موجود در چیپس پلی استر بیشتر از 0.005% درصد بوده است که این امر حاکی از خشک نشدن چیپس پلی استر به اندازه کافی است، اما

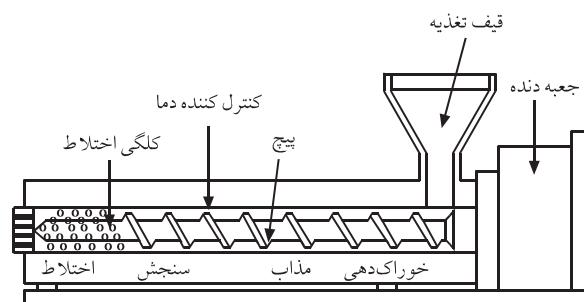


شکل ۱ - نمایی کلی از خشک کن بستر پرشده: (۱) ورودی چیپس به داخل خشک کن، (۲) خروجی هوا، (۳) ورودی هوا به خشک کن، (۴) محل نمونه گیری، (۵) محل خروج چیپس، (۶) ترموموکوپل هوای ورودی، (۷) نگهدارنده، (۸) ورودی آب سرد، (۹) خروجی آب سرد.

چرخان میکروسکوپ مجهز به نور قطبیده مستقر شد. سپس، لیف در موقعیت 45° درجه بین قطبنده و کافنده (erzanaly) عمود بر هم، 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 چیپس پلی استر خام تغییری نکرده است. همان‌طور که نتایج نشان می‌دهد از دمای 180°C به بالا گرانروی ذاتی محلول چیپس پلی استر خام افزایش می‌یابد. افزایش گرانروی محلول چیپس در فاز جامد زنجیرهای پلیمری چیپس پلی استر در دماهای بالاتر خشک کردن است. پلیمرشدن در فاز جامد سبب افزایش وزن مولکولی زنجیرهای پلیمری پلیمرشدن در دماهای بیشتر از دمای تبدیل شیشه‌ای و کمتر از دمای چیپس پلی استر در دماهای بیشتر از دمای تبدیل شیشه‌ای و کمتر از دمای ذوب می‌شود. از آنجا که دمای خشک کردن چیپس پلی استر نیز در این محدوده دمایی است، وقوع پلیمرشدن در فاز جامد پلی استر در دماهای خشک کردن، ظاهرآ منطقی بنظر می‌رسد. بطور معمول پلیمرشدن در فاز جامد پلی استر در دماهای بالاتر از 200°C و در محیط نیتروژن انجام می‌شود. از آنجا که در دماهای بیش از 200°C تخریب اکسایشی در مجاورت هوا اتفاق می‌افتد، انجام عملیات پلیمرشدن 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 پلیمرشدن پیشی می‌گیرد و اکسیژن هوا باعث تخریب چیپس پلی استر در حالت جامد و زرد شدگی پلیمر مذاب می‌شود [۴، ۸].

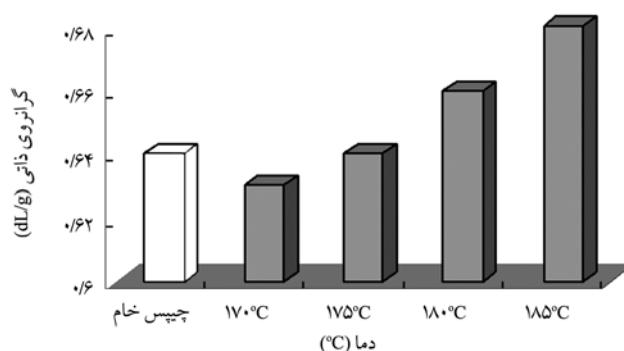
در این پژوهش، خشک کردن چیپس پلی استر در دماهای پایین تراز 200°C انجام شد. مطابق آنچه در منابع ذکر شده است در این دماها، هوا باعث تخریب اکسایشی چندانی در چیپس پلی استر نمی‌شود [۲] و نتایج نشان می‌دهد در این دماها پلیمرشدن در فاز جامد بر تخریب‌هایی که اتفاق می‌افتد پیشی می‌گیرد و وزن مولکولی زنجیرهای پلی استر در این دماها افزایش می‌یابد. کاتاک و آنژیو در مروری که بر پژوهش‌های انجام شده در رابطه با پلیمرشدن در فاز جامد در سال ۱۹۹۶ انجام داده‌اند [۱۰]، بیان کرده‌اند که پلیمرشدن در فاز جامد پلی استر می‌تواند حتی در دماهای $175\text{--}180^{\circ}\text{C}$ و در زمان‌های نسبتاً طولانی انجام شود. پژوهشگران دیگری همچون چن، در پژوهش‌های خود به این نتیجه رسیده‌اند که پلیمرشدن



شکل ۲- نمایی کلی از اکسترودر دستگاه مذاب ریسی.

از دمای بیشتر از 175°C مقدار رطوبت به اندازه کافی کاهش یافته است (رطوبت از $0/۰۰۵$ درصد بیشتر نبوده است).

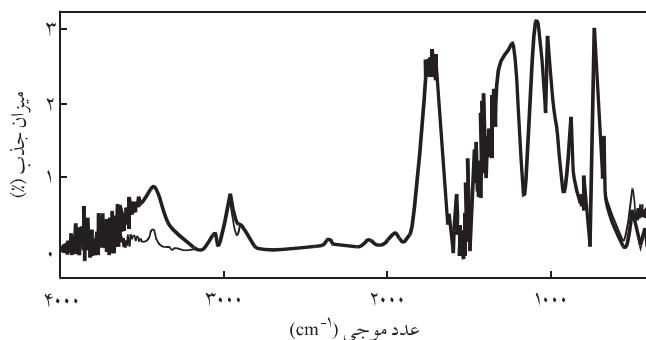
اثر دمای خشک کردن بر گرانروی چیپس پلی استر
برای بررسی اثر شرایط خشک کردن بر گرانروی چیپس و الیاف پلی استر در هر دما ۵ بار نمونه گیری انجام شد و گرانروی چیپس و الیاف پلی استر اندازه گیری شد. میانگین گرانروی ۵ نمونه به عنوان گرانروی در آن دما گزارش شد. شکل ۳ اثر دمای خشک کردن چیپس پلی استر را بر گرانروی ذاتی محلول چیپس پلی استر نشان می‌دهد. همان‌طور که نتایج نشان می‌دهد در دمای 170°C که رطوبت موجود در چیپس پلی استر $0/۰۰۸۴$ درصد است، گرانروی ذاتی محلول چیپس پلی استر نسبت به گرانروی ذاتی محلول چیپس پلی استر خام ($0/۰۴ \text{ dL/g}$) اندکی کاهش یافته است. این امر به این دلیل است که گروه‌های استری موجود در چیپس پلی استر بشدت مستعد آبکافت‌اند 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 چیپس پلی استر به مقدار کافی کاهش می‌یابد، مشاهده می‌شود که گرانروی ذاتی محلول چیپس خشک شده در دمای 175°C نسبت به



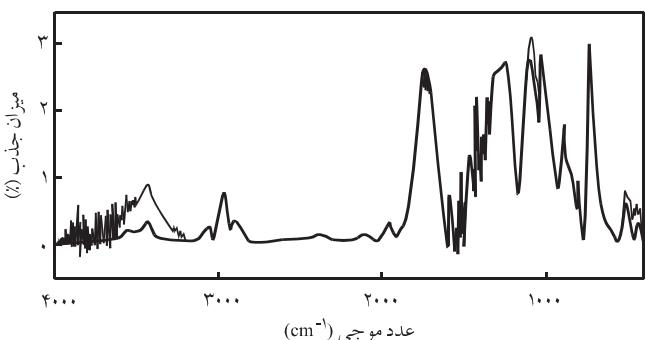
شکل ۳- اثر دمای خشک کردن بر گرانروی ذاتی محلول چیپس پلی استر.

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

درصد رطوبت	دما (°C)
۰/۴	چیپس خام
۰/۰۰۸۴	۱۷۰
۰/۰۰۶۳	۱۷۳
۰/۰۰۵۱	۱۷۵
۰/۰۰۴۴	۱۸۰
۰/۰۰۴۲	۱۸۵

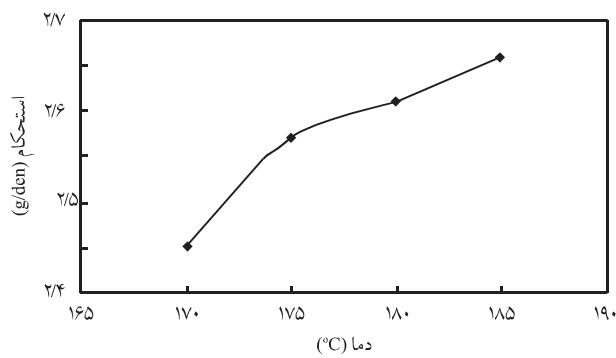


شکل ۴ - مقایسه طیف FTIR نمونه های چیپس پلی استر تولید شده در دماهای مختلف: (—) ۱۷۵°C و (—) ۱۸۰°C.



شکل ۵ - مقایسه طیف FTIR نمونه های چیپس پلی استر تولید شده در دماهای مختلف: (—) ۱۸۵°C و (—) ۱۷۵°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 یافتنگی های کم و متوسط مناطق بی شکل (fa)، استحکام و مدول به وزن مولکولی چندان حساس نیست [۱۷]. در این پژوهش جهت یافتنگی الیاف تولیدی در دماهای مختلف خشک کردن به وسیله میکروسکوپ نور قطبیه اندازه گیری شد و جهت یافتنگی این الیاف در محدوده 0.38×10^{-4} تا 0.45×10^{-4} fa تخمین زده شد. با وجود این که تعیین ضریب



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

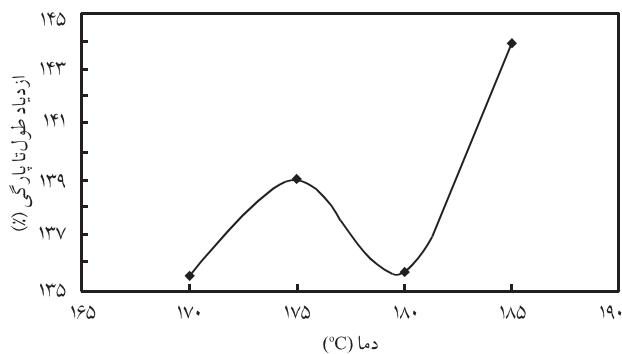
در فاز جامد پلی استر در دماهای 160°C تا 200°C می تواند رخ دهد [۱۱]. بنابراین، با توجه به مطالعه ذکر شده می توان افزایش گرانزوی رابه وقوع پدیده پلیمرشدن در فاز جامد نسبت داد. دلیل دیگر مبنی بر وقوع پدیده پلیمرشدن در فاز جامد نجیبرهای پلیمری در دماهای بالای خشک کردن، استفاده از طیف های FTIR نمونه های مختلف است. طیف FTIR یکی از روش هایی است که از آن برای اندازه گیری گروه های انتها بی پلی استر استفاده می شود [۱۶]. شکل های ۵ و ۶ نشان می دهد که شدت جذب گروه های انتها بی در نمونه هایی که دمای خشک کردن آنها 180°C و 185°C بوده کاهش یافته است.

مطابق پژوهش های انجام شده [۱۶]، محدوده $3100\text{-}3700\text{ cm}^{-1}$ در طیف FTIR مربوط به جذب هیدروژن گروه های انتها بی است. همان طور که از شکل های ۴ و ۵ مشاهده می شود، شدت جذب در نمونه هایی که دمای خشک کردن آنها 180°C و 185°C بوده در این ناحیه کاهش یافته است. این امر به دلیل غلظت کمتر گروه های انتها بی در این نمونه هاست. بنظر می رسد غلظت کمتر گروه های انتها بی در این نمونه ها ناشی از پدیده پلیمرشدن در فاز جامد نجیبرهای پلی استر و به مصرف رسیدن گروه های انتها بی طی عملیات پلیمرشدن در فاز جامد است.

اثر دمای خشک کردن چیپس پلی استر بر استحکام الیاف تولیدی

شکل ۶ اثر دمای خشک کردن چیپس پلی استر بر استحکام الیاف تولیدی را نشان می دهد. در هر شرایط دمایی استحکام 30°C نمونه اندازه گیری شد و میانگین اندازه گیری ها به عنوان استحکام در آن دما گزارش شد. همچنین، جدول ۳ درصد کاهش گرانزوی الیاف نسبت به چیپس 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 گرانزوی الیاف نسبت به گرانزوی چیپس پلی استر کم می شود. کاهش زیادتر گرانزوی الیاف نسبت به گرانزوی چیپس پلی استر و کاهش استحکام در دمای 170°C نسبت به دمای 175°C به دلیل تغیر آبکافی پلی استر به علت خارج نشدن رطوبت به اندازه کافی از چیپس پلی استر در دمای 170°C است. همچنین، مشاهده می شود با افزایش دمای خشک کردن گرانزوی 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 180°C و 185°C از نظر آماری معنی دار نیست. به عبارت دیگر افزایش گرانزوی چیپس پلی استر در دماهای خشک کردن بالاتر از 180°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 چیپس پلی استر بر ازدیاد طول تا پارگی الیاف تولیدی.

افزایش وزن مولکولی منجر به تاخورده‌گی زنجیرهای پلیمری، کاهش جهت یافتنگی و در نتیجه افزایش ازدیاد طول تا پارگی می‌شود. بنابراین، افزایش جهت یافتنگی الیاف تولید شده در دمای 180°C نسبت به دمای 180°C را می‌توان به افزایش گرانزوی چیپس پلی استر در دمای 175°C نسبت به دمای 175°C مربوط دانست. این امر منجر به افزایش تنش ریسندگی و در نتیجه افزایش جهت یافتنگی و کاهش ازدیاد طول تا پارگی می‌شود. بنظر می‌رسد افزایش گرانزوی در دمای 185°C منجر به تاخورده‌گی زنجیرهای پلیمری و در نتیجه کاهش جهت یافتنگی و افزایش ازدیاد طول تا پارگی می‌شود.

اثر دمای خشک کردن چیپس 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 می‌دهد. بدین منظور در هر شرایط دمایی یکنواختی 30 نمونه گرفته شد، سپس مقدار میانگین در هر دما محاسبه گردید. همان‌طور که مشاهده می‌شود در دمای‌ها بیشتر و کمتر از 175°C نایکنواختی افزایش می‌یابد.

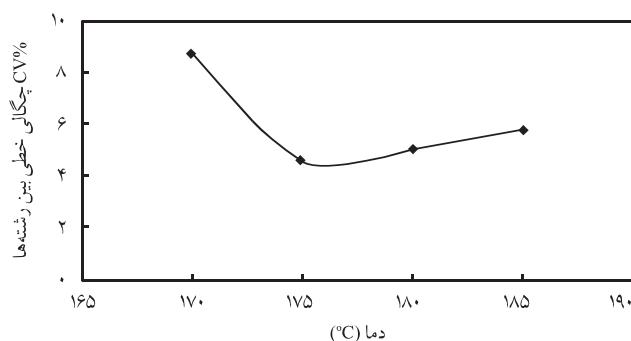
شکل ۹ اثر دمای خشک کردن بر درصد ضریب تغییر چگالی خطی بین 48 رشته را نشان می‌دهد. بدین منظور در هر شرایط دمایی 5 نمونه گرفته شد، برای هر نمونه چگالی خطی تک تک رشته‌ها اندازه گیری و سپس ضریب تغییرات بین رشته‌ها محاسبه گردید. ملاحظه می‌شود که در دمای‌های بیشتر و کمتر از 175°C ، درصد ضریب تغییر چگالی خطی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

جدول ۳- درصد کاهش گرانزوی الیاف پلی استر نسبت به گرانزوی چیپس در دمای مختلف.

کاهش گرانزوی (%)	دما (°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 می‌دهد که این اعداد با عدد $0/8$ مطرب شده توسط زیابکی فاصله زیادی دارد. بنابراین، می‌توان گفت در جهت یافتنگی 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 می‌دهد. در هر شرایط دمایی ازدیاد طول تا پارگی 30 نمونه اندازه گیری شد و میانگین اندازه گیری‌ها به عنوان ازدیاد طول تا پارگی در آن دما گزارش شد. همان‌طور که مشاهده می‌شود در دمای 170°C ازدیاد طول الیاف تولیدی نسبت به دمای 175°C کاهش یافته است. بنظر می‌رسد در دمای 170°C به علت وقوع تخریب آبکافتی، طول زنجیرهای 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 می‌یابد. مطابق پژوهش‌های انجام شده توسط سومومیو و تاتسوکی [۱۸] با افزایش گرانزوی محلول پلیمر و وزن مولکولی آن، جهت یافتنگی لیف افزایش می‌یابد، در نتیجه ازدیاد طول تا پارگی آن کم می‌شود. نظر این پژوهشگران بر این است که با افزایش وزن مولکولی، تنش ریسندگی در مذاب ریسی افزایش می‌یابد و با افزایش تنش ریسندگی جهت یافتنگی افزایش می‌یابد. رائو و دئوتز پژوهش‌هایی روی اثر وزن مولکولی بر جهت یافتنگی زنجیرهای پلیمری در پلی استر انجام داده‌اند [۱۹]. نتایج پژوهش‌های آنان حاکی از این امر است که با افزایش وزن مولکولی، تاخورده‌گی زنجیرهای پلیمری افزایش و در نتیجه جهت یافتنگی کاهش می‌یابد و این امر منجر به افزایش ازدیاد طول تا پارگی می‌شود [۱۹]. بنظر می‌رسد که افزایش وزن مولکولی تا محدوده‌ای باعث افزایش تنش ریسندگی شده، این امر منجر به افزایش جهت یافتنگی زنجیرهای پلیمری می‌شود. در حالتی که وزن مولکولی از حدی بیشتر شود،



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

افزایش درصد ضریب تغییر چگالی خطی بین رشته ها می شود، افزایش گرد و غبار همراه با چیپس پلی استر در دماهای بیشتر از ۱۷۵°C است. علت افزایش گرد و غبار همراه با چیپس پلی استر در دماهای بالا را می توان این طور توجیه کرد که در این حالت، دما در بخش بالای خشک کن که عملیات تبلور در آنجا انجام می شود، افزایش نسبی می یابد و باعث بهم چسبیدن بیشتر و کلوخه ای تر شدن چیپس پلی استر می شود. درون خشک کن، همزنی برای جدا کردن چیپس بهم چسبیده وجود دارد. هنگام جدا کردن چیپس کلوخه ای شده از یکدیگر به وسیله همزن، مقداری گرد و غبار ناشی از این عملیات مکانیکی ایجاد می شود. بررسی منابع نشان می دهد [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 چیپس، افزایش وزن مولکولی آنها نسبت به چیپس پلی استر سریع تر و بیشتر است، درنتیجه تفاوت گرانروی این ذرات با چیپس موجب نایکنواختی و ناهمگنی بیشتر پلیمر مذاب می شود. پژوهش های انجام شده توسط کشاو و دیوار سوامی [۲۲] نشان می دهد که وجود این ذرات باعث ایجاد نقاط ضخیم در رشته تولید شده می شود که این امر منجر به نایکنواختی های بیشتر جرمی در طول رشته و لیف می شود.

تجزیه و تحلیل های آماری

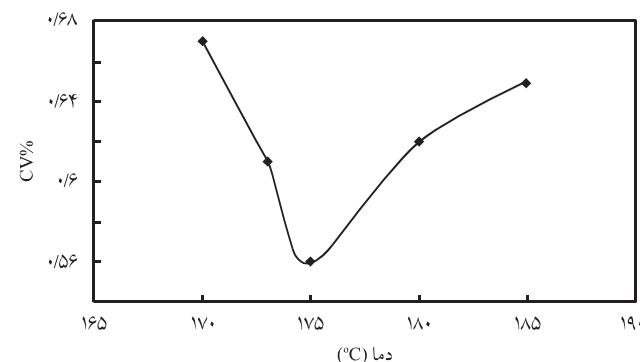
به منظور بررسی اثر معنی دار دما بر استحکام، از دیاد طول تا پارگی، درصد ضریب تغییر چگالی خطی بین رشته ها، نایکنواختی نخ نیمه جهت یافته حاصل و گرانروی چیپس و الیاف پلی استر تجزیه واریانس داده ها در قالب طرح کاملاً تصادفی انجام شد و نتایج با آماره F و $\alpha = 0.05$ مقایسه شد. نتایج تجزیه واریانس نشان می دهد که دمای خشک کردن چیپس پلی استر بر ویژگی های نخ نیمه جهت یافته حاصل و گرانروی چیپس و الیاف پلی استر اثر معنی دار دارد.

نظر آماری معنی دار نیست . در دمای ۱۷۰°C رطوبت موجود در چیپس پلی استر بیشتر از ۰.۰۵ درصد بوده است و درنتیجه تخریب آبکافی پلی استر در حالت مذاب بیشتر اتفاق می افتاد که این امر بر درصد ضریب تغییر چگالی خطی بین رشته ها اثر می گذارد. مقدار خروجی پلیمر از روزنه های رشته ساز را می توان از معادله زیر بدست آورد [۲۰]:

$$Q = \frac{\Pi R^4 \Delta P}{8\mu_0 L} \quad (2)$$

در این معادله R شعاع رشته ساز، L طول روزنه رشته ساز، ΔP اختلاف فشار بین رشته ساز و صافی و μ_0 گرانروی مذاب پلیمری است. همان طور که از معادله ۲ مشخص است مقدار پلیمر خروجی از هر یک از روزنه های رشته ساز بطور معکوس با گرانروی پلیمر مذاب در ارتباط است. تخریب آبکافی پلی استر در حالت مذاب باعث می شود که گرانروی پلیمر مذاب از نقطه ای به نقطه دیگر متفاوت باشد [۲۰]. با توجه به معادله ۲ این امر منجر به تفاوت مقدار خروجی از هر یک از روزنه های رشته ساز و در نتیجه تغییرات چگالی خطی بین رشته ها و افزایش درصد ضریب تغییر چگالی خطی بین رشته ها می شود.

همان طور که در بخش های قبل گفته شد، در دماهای ۱۸۰ و ۱۸۵°C ظاهرآ وزن مولکولی در حالت جامد افزایش می یابد. مطالعه منابع نشان می دهد [۲۱] که موقع پلیمرشدن در فاز جامد منجر به پهن تر شدن توزیع وزن مولکولی پلیمر می شود، این امر منجر به چند توزیعی و ناهمگنی وزن مولکولی می شود. چند توزیعی و ناهمگنی وزن مولکولی منجر به تغییر گرانروی از نقطه ای به نقطه دیگر شده، با توجه به مطالعی که ذکر شد، این موضوع باعث افزایش درصد ضریب تغییر چگالی خطی بین رشته ها و افزایش درصد ضریب تغییر در طول لیف می شود. در دماهای بیشتر از ۱۷۵°C عامل دیگری که منجر به کاهش نایکنواختی 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 افتاد، زیرا این امر منجر به نایکنواختی بیشتر الیاف تهیه شده می شود.

قدرتانی

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

با توجه به بررسی های انجام شده می توان نتیجه گیری کرد که بهترین شرایط خشک کردن از لحاظ دمایی، دمایی است که رطوبت به اندازه کافی در این دما از چیپس پلی استر خارج شده باشد (رطوبت بعد از عملیات خشک کردن بیشتر از ۰/۵ درصد نباشد)، زیرا در این حالت رطوبت باقی مانده منجر به تخریب آبکافتی پلی استر در حالت مذاب شده، این امر باعث کاهش کیفیت نخ نیمه جهت یافته حاصل می شود. از طرفی دیگر دمای خشک کردن به اندازه ای بالا نیست که واکنش

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 Pahlavanzadeh 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 Nylon*, 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.