

喷头参数对三维液喷纺丝尺寸的影响^①

杨燕明^{②*} 陈新度^{**} 王 晗^{**} 房飞宇^{**} 梁 烽^{**}

(* 广东工贸职业技术学院电气自动化系 广州 510510)

(** 广东工业大学机电工程学院 广州 510006)

摘 要 采用液喷纺丝工艺、自制液喷纺丝装置,以聚氧化乙烯(PEO)为原料制备了高品质的三维 PEO 纺丝纤维,并借助扫描电子显微镜,研究了喷头内径和喷头长度对 PEO 纺丝纤维尺寸的影响。实验表明,喷头长度为 13mm 时,将喷头内径从 0.21mm 逐渐增大至 0.40mm,随着喷头内径的增大,所制得的 PEO 纺丝纤维直径均值逐渐增大;喷头内径为 0.26mm 时,将喷头长度从 8mm 逐渐增大至 35mm,纺丝纤维直径也相应逐渐增大。

关键词 液喷纺丝,聚氧化乙烯(PEO),喷头参数,纺丝纤维直径

0 引 言

随着静电纺纳米纤维在生物医用材料、过滤及防护、催化、能源、光电、食品工程、化妆品等领域的成功应用,其制造效率较低的缺点也随之出现,并逐渐成为制约静电纺丝纤维产业化应用的主要因素^[1-6]。液喷纺丝是采用高压高速气流直接拉伸聚合物溶液制备微纳米纤维的一种方法,它是组合了传统熔喷技术产业化生产微米纤维及当代静电纺丝技术制备纳米纤维的优势而产生的一种制备微纳米纤维的新型技术^[6-8]。作为一种比静电纺丝技术更具有工业化潜力的微纳米纤维制备方法,液喷纺丝技术对设备的要求较低,不需要高压静电装置或是导电收集装置,此外,纳米纤维对非织造市场增长的贡献主要取决于新的、可应用的、特别是具有工业化潜力的纺丝技术的出现,因此,发展液喷纺丝技术具有很强的现实意义。这项技术的研究已取得很多研究成果,如 Medeiros^[9]等借鉴溶液静电纺丝制备纳米纤维的优势和熔喷技术中的气流拉伸原理设计了一种新型并且具有批量化生产潜力的微纳米纤维的液喷纺丝装置。Zhang^[10]等以聚合物溶液体系代替

熔喷纺丝系统中的聚合物熔体研究了其对纤维的影响。Yarin^[11]等结合同轴静电纺丝技术设计了一套用于制备聚丙烯腈(PAN)纳米纤维的液喷装置,通过高压氮气加速拉伸,制备纳米纤维膜。Zhuang^[12]等对常规液喷纺丝装置进行了改进,并成功制备了纤维素微纳米纤维。Hsiao^[13]等采用液喷纺制备了 PAN 纳米纤维,并将其稳定化、活化和碳化后得到了高比表面积 of PAN 基活性炭纤维。Joseph^[14]等发明爪形接收装置,并得到三维纳米纤维。本研究在已有研究的基础上自制了液喷纺丝装置,并通过改变装置中喷头的内径和长度,分析了三维纺丝与参数变化之间的关系。

1 实验部分

1.1 主要材料

聚氧化乙烯(PEO),阿拉丁试剂(上海)有限公司。

无水乙醇,天津市致远化学试剂有限公司。

纯净水,华润怡宝食品饮料(深圳)有限公司。

1.2 主要设备及仪器

数显测速恒温磁力搅拌器(85-2A),金坛市荣

① 国家自然科学基金(51305084)和广东省科技计划(2013B011301005,2015B010102014)资助项目。

② 男,1978 年生,硕士,讲师;研究方向:机械,材料;联系人,E-mail:hy7805@163.com。

(收稿日期:2017-03-28)

华仪器制造有限公司。

微量注射泵 (wz-50C6), 浙江史密斯医学仪器有限公司。

喷金装置 (GSL-2200X-SPC-12), 美国 MTI 公司。

扫描电子显微镜 (SEM) (3030), 日本 HITACHI

公司。

液喷纺丝装置如图 1 所示, 主要包括微量注射泵、喷头装置、气压泵、爪形接收器等, 自制。该装置运行过程为: 配制好的溶液通过微量注射泵被挤压至喷头, 并在高压气流的作用下喷射而出, 然后由高速旋转的爪形接收器接收形成纺丝。

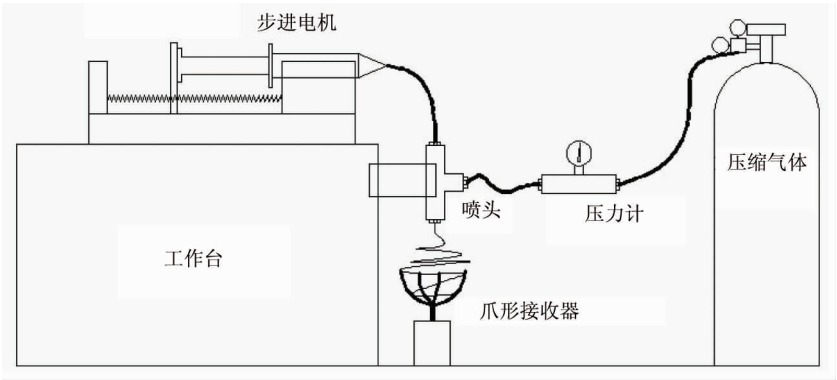


图 1 液喷纺丝装置图

1.3 样品制备

在室温 25℃、相对湿度 50% ~ 70% 的环境条件下, 以聚氧化乙烯 (PEO) 为溶质, 1:1 比例的无水乙醇和纯净水为溶剂, 制备质量分数为 5% 的纺丝液。将混合纺丝液通过磁搅拌 12h 使其充分溶解, 放置, 直到溶液中的气泡完全排出。设定气压泵压力为 0.05MPa, 溶液进给速度为 0.5μL/s, 爪形接收器转速为 1500r/min, 喷头到爪形接收器的距离为 40cm, 爪形接收器的接收直径为 10cm, 改变喷头的内径和长度大小, 收集相应纺丝液的不同纤维膜, 样品经喷金处理后, 采用扫描电子显微镜观察其形貌, 并借助专业图像分析软件 Image Pro Plus 6.0 中测量直径的工具来测量 SEM 图片中清晰可见的纺丝纤维的直径, 测得的数据利用 Origin 制图软件进行分析绘图。

2 结果与讨论

图 2 和图 3 所示分别为液喷纺丝装置的喷头照片以及接收纺丝后的爪形接收器图片。纺丝样品经过喷金处理后的宏观形貌如图 4 所示。



图 2 液喷纺丝装置的喷头图片

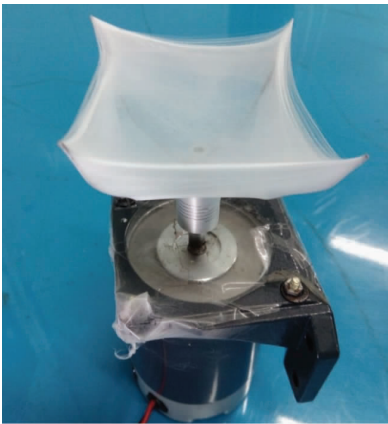


图 3 接收纺丝后的爪形接收器图片



图 4 经喷金处理后样品的宏观形貌

2.1 喷头内径对 PEO 纺丝纤维尺寸的影响

表 1 给出了 5 种不同内径的喷头,图 5 给出了喷头内径不同所得 PEO 纤维膜的显微形貌及其纺丝纤维直径分布比例。

选择长度为 13mm, 内径分别为 0.16mm、0.21mm、0.26mm、0.33mm、0.40mm 的 5 种喷头,喷头的参数见表 1。通过选用不同内径的喷头制备纺

丝纤维膜,以探究其对 PEO 纺丝纤维尺寸与分布的影响。喷头内径分别为0.21mm、0.26mm、0.33mm、0.40mm时,制备出的 PEO 纤维膜的 SEM 照片及其纺丝纤维直径分布比例如图 5 所示。当喷头内径为 0.16mm 时,由于管径太细,溶液在喷嘴处迅速凝固,将喷嘴堵塞,同时针管头部在气流作用下抖动频率和幅度较大,无法形成纺丝,故无实验结果。

从图 5(a)中可以看出,纤维形貌完好,没有断裂等缺陷。其中有个别纤维粘连在一起,可能是由于环境潮湿导致形成的纺丝没有那么完美。当喷头内径为0.21mm时,从图中可以看出,制得的纺丝纤维直径主要分布在1.2 ~ 1.3 μ m之间;当喷头内径增大至0.26mm时,见图 5(b),纺丝纤维直径相应有所增大,主要分布在1.4 ~ 1.6 μ m之间;当喷头内径为 0.33mm时,见图 5(c),得到的纺丝纤维直径更大,其直径主要分布在1.6 ~ 1.9 μ m之间;当喷头内径为 0.40mm时,见图 5(d),所得纺丝纤维直径分布范围相对较广,在1.5 ~ 2.3 μ m之间无规律分布。

表 1 5 种不同内径的喷头

型号	喷头内径(mm)	喷头外径(mm)	喷头长度(mm)	喷头样品
30G	0.16	0.31	13	
27G	0.21	0.40		
25G	0.26	0.50		
23G	0.33	0.63		
22G	0.40	0.70		

图 6 为喷头内径不同时制得的 PEO 纺丝纤维的直径均值。从图中可以看出,随着喷头内径由 0.21mm逐渐增大至0.40mm,所得纺丝纤维的直径均值逐渐增大。

2.2 喷头长度对 PEO 纺丝纤维尺寸的影响

选择内径为0.26mm,长度分别为 8mm、13mm、20mm、25mm、35mm 的五种喷头,喷头的参数见表 2。通过选用不同长度的喷头制备纺丝纤维膜,以探究其对 PEO 纺丝纤维尺寸与分布的影响。由于气嘴本身的长度为 8mm,那么喷头在气嘴外面长度

应分别为 0mm、5mm、12mm、17mm、27mm,本实验也测试了喷头长度小于 8mm 的情况,但是结果是溶液在气嘴口处凝固,无法形成有效喷射。喷头长度分别为 8mm、13mm、20mm、25mm、35mm 时,制备出的 PEO 纤维膜的 SEM 照片及其纺丝纤维直径分布比例如图 7 所示。从图中可以看出,纤维形貌完好,没有断裂等缺陷,可能是由于环境潮湿导致个别纤维粘连在一起。当喷头长度为 8mm 时,从图 7(a)中可以看出,制得的纺丝纤维直径主要分布在1.3 ~ 1.4 μ m之间;当喷头长度增大至 13mm 时,纺丝纤维

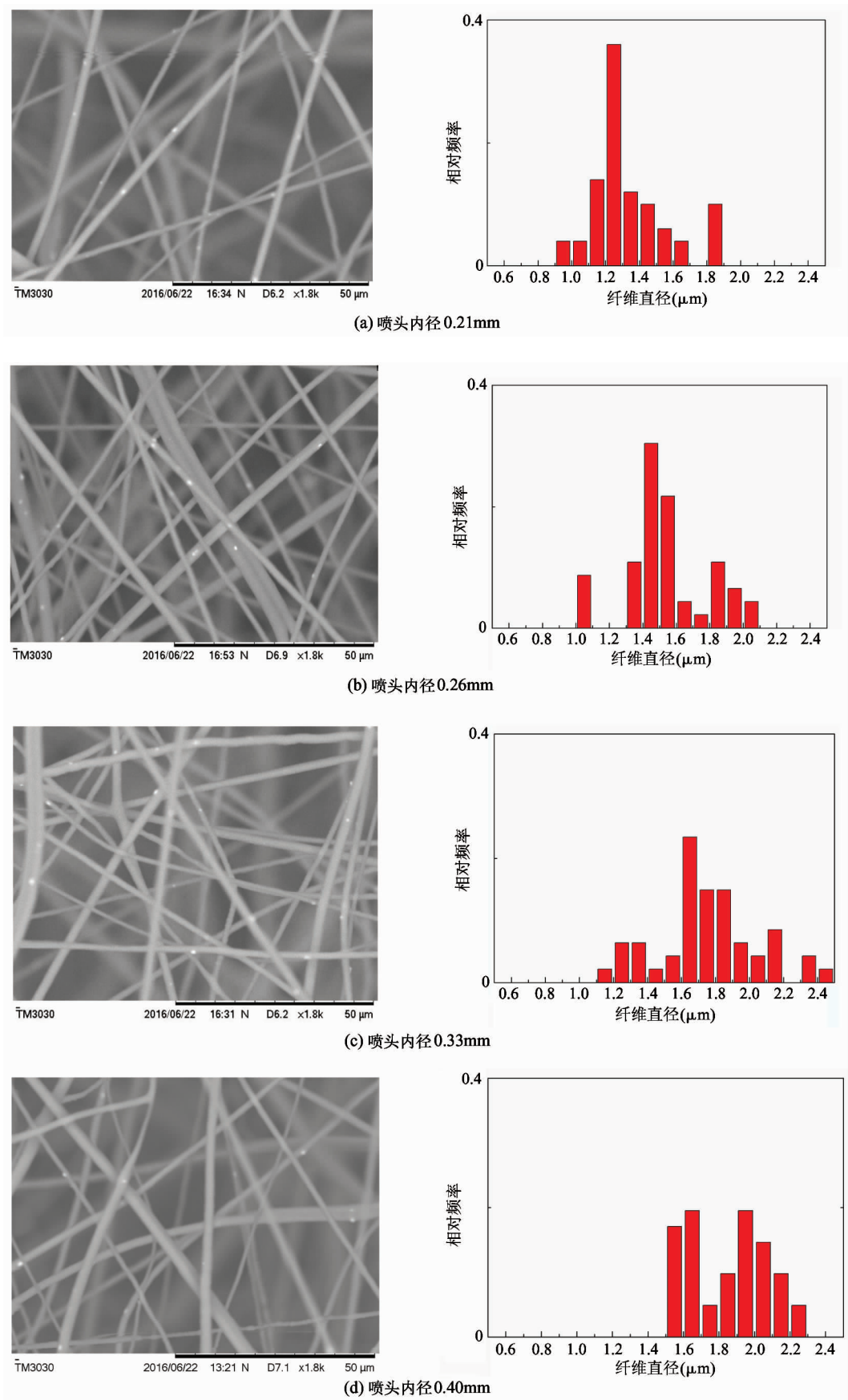


图5 喷头内径不同所得 PEO 纤维膜的显微形貌及其纺丝纤维直径分布比例

直径相应有所增大,见图 7(b),主要分布在 $1.4 \sim 1.6\mu\text{m}$ 之间;当喷头长度为 20mm 时,见图 7(c),得到的纺丝纤维直径依然主要分布在 $1.4 \sim 1.6\mu\text{m}$ 之间;当喷头长度为 25mm 时,见图 7(d),所得纺丝纤维直径有所增大,主要分布在 $1.6 \sim 1.8\mu\text{m}$ 之间;当喷头长度继续增大至 35mm 时,见图 7(e),所得纺丝纤维直径也相应继续增大,主要分布在 $1.7 \sim 1.9\mu\text{m}$ 之间。

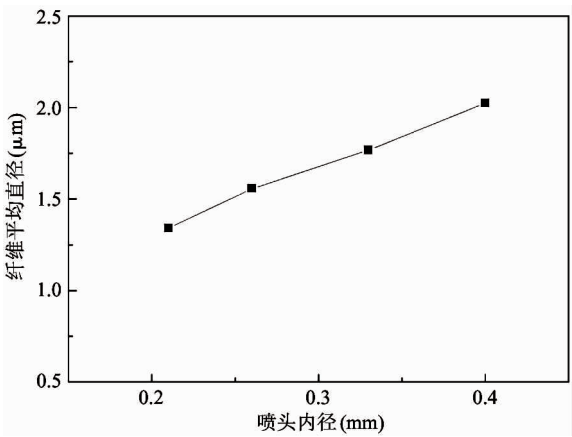
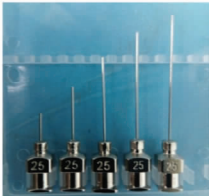
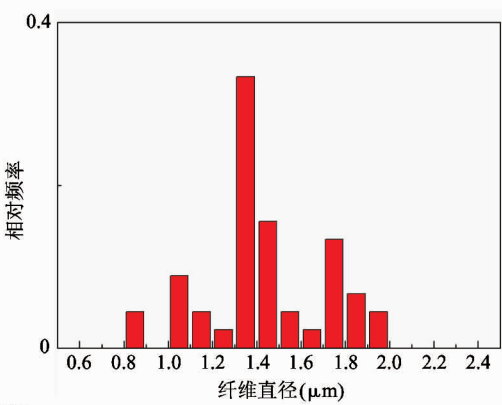
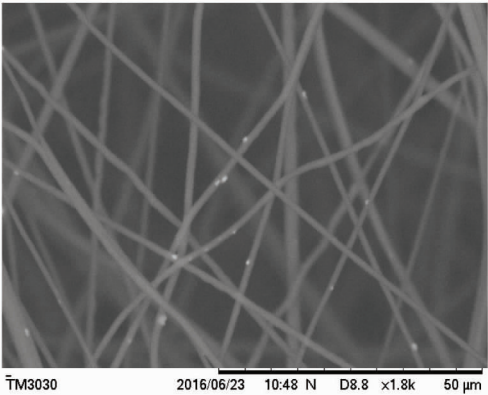


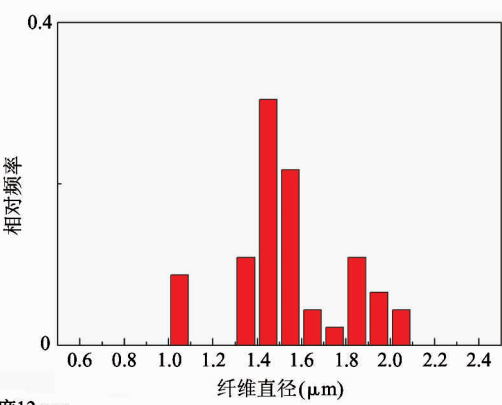
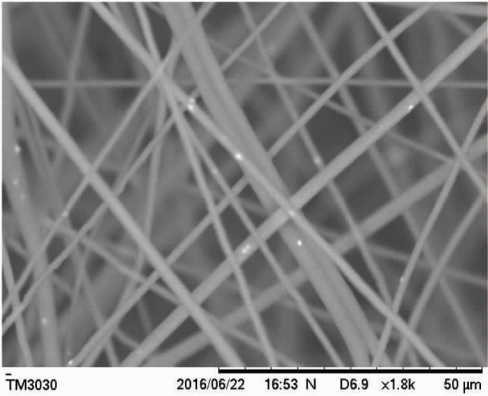
图 6 喷头内径不同时制得的 PEO 纺丝纤维直径均值

表 2 5 种不同长度的喷头

型号	喷头内径(mm)	喷头外径(mm)	喷头长度(mm)	喷头样品
25G	0.26	0.50	8	
			13	
			20	
			25	
			35	



(a) 喷头长度8mm



(b) 喷头长度13mm

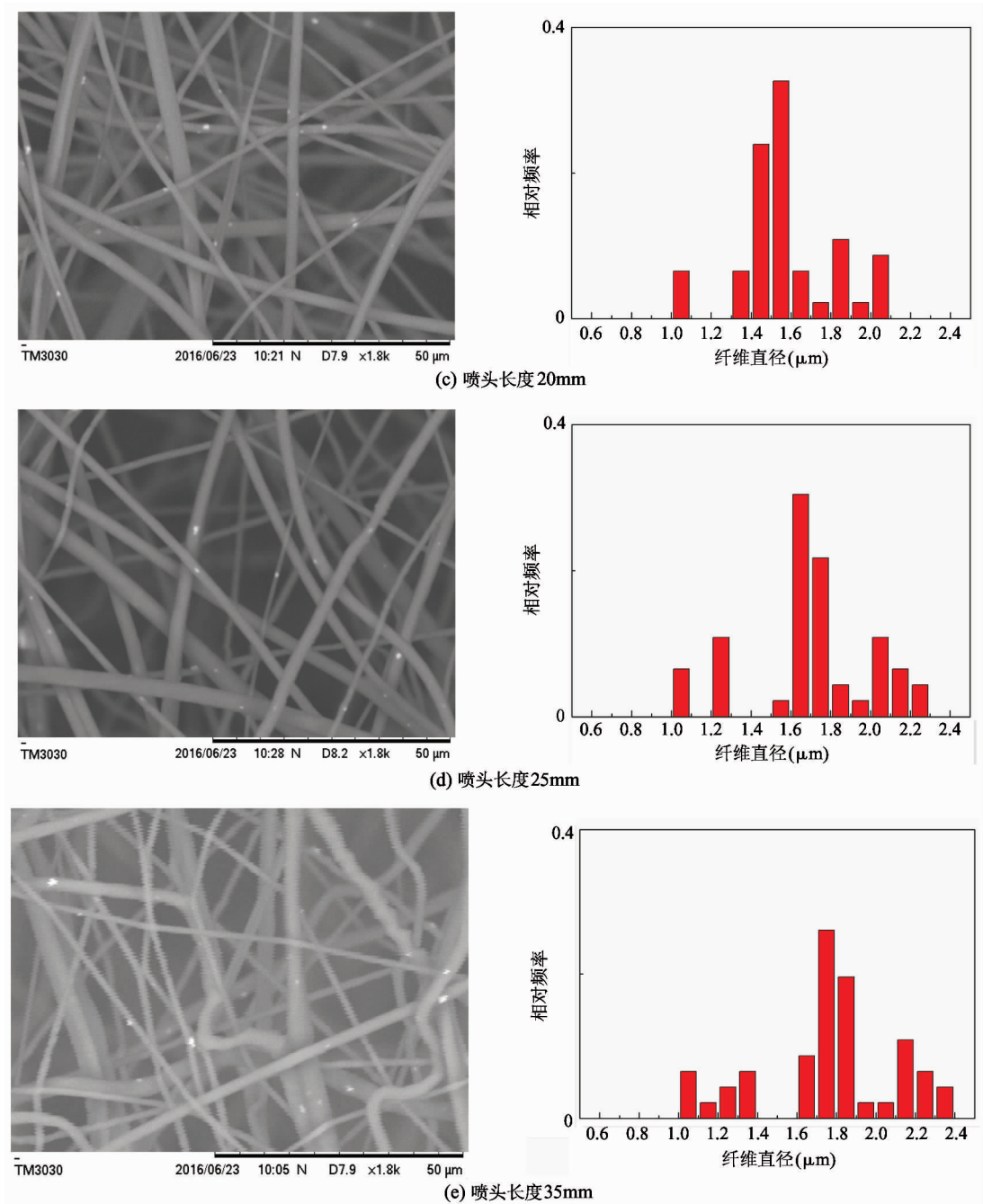


图7 喷头长度不同时所得 PEO 纤维膜的显微形貌及其纺丝纤维直径分布比例

图8为喷头长度不同时制得的PEO纺丝纤维的直径均值。从图中可以看出,随着喷头长度由8mm逐渐增大至35mm,所得纺丝纤维的直径均值逐渐增大。

3 结 论

通过液喷纺丝制备 PEO 纤维膜,借助 SEM 等

探讨喷头内径及喷头长度对 PEO 纺丝纤维尺寸的影响,结果表明。

- (1) 喷头长度为 13mm 时,随着喷头内径从 0.21mm 逐渐增大至 0.40mm,所得纺丝纤维的直径均值逐渐增大。
- (2) 喷头内径为 0.26mm 时,随着喷头长度从 8mm 逐渐增大至 35mm,所得纺丝纤维的直径均值逐渐增大。

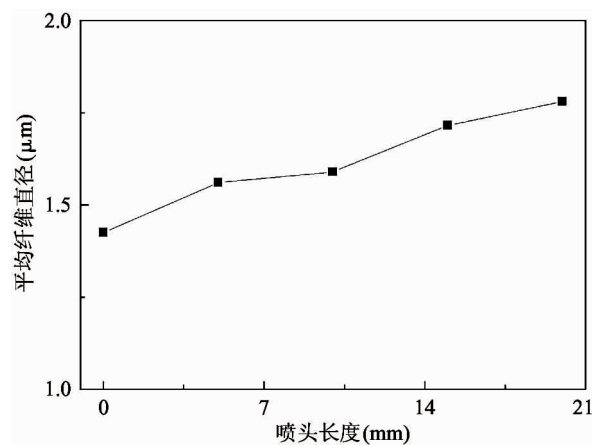


图 8 喷头长度不同时制得的 PEO 纺丝纤维直径均值

研究结果可为实际应用中寻找最佳工艺提供参考。

参考文献

- [1] Behrens A M, Casey B J, Sikorski M J, et al. In situ deposition of PLGA nanofibers via solution blow spinning [J]. *ACS Macro Letters*, 2014, 3(3): 249-254
- [2] 马贵平, 方大为, 刘洋, 等. 电纺丝制备纳米纤维及其应用[J]. *材料科学与工程学报*, 2012, 30(2): 312-323
- [3] Li L, Kang W M, Zhuang X P, et al. A comparative study of alumina fibers prepared by electro-blown spinning (EBS) and solution blowing spinning (SBS) [J]. *Materials Letters*, 2015, 160: 533-536
- [4] Kuk E, Ha Y M, Yu J, et al. Robust and flexible polyurethane composite nanofibers incorporating multi-walled carbon nanotubes produced by solution blow spinning [J]. *Macromolecular Materials and Engineering*, 2016, 301: 364-370
- [5] 戴丽琴, 张如全. 静电纺丝技术的应用与发展趋势 [J]. *武汉纺织大学学报*, 2013, 26(6): 37-41
- [6] da Costa Farias R M, Menezes R R, Oliveira J E, et al. Production of submicrometric fibers of mullite by solution blow spinning (SBS) [J]. *Materials Letters*, 2015, 149: 47-49
- [7] 张晓辉, 李治明, 尹学琼, 等. 聚苯乙烯微纳米纤维膜的液喷纺丝制备工艺研究 [J]. *纺织导报*, 2017(05): 68-72
- [8] da Silva Parize D D, de Oliveira J E, Foschini M M, et al. Poly(lactic acid) fibers obtained by solution blow spinning: effect of a greener solvent on the fiber diameter [J]. *Journal of Applied Polymer Science*, 2016, 133: 43379
- [9] Medeiros E S, Glenn G M, Klamczynski A P, et al. Solution blow spinning: a new method to produce micro- and nanofibers from polymer solutions [J]. *Journal of Applied Polymer Science*, 2009, 113(4): 2322-2330
- [10] Zhang L, Kopperstad P, West M, et al. Generation of polymer ultrafine fibers through solution (air-) blowing [J]. *Journal of Applied Polymer Science*, 2009, 114(6): 3479-3486
- [11] Sinha-Ray S, Yarin A L, Pourdeyehimi B. The production of 100/400nm inner/outer diameter carbon tubes by solution blowing and carbonization of core-shell nanofibers [J]. *Carbon*, 2010, 48(12): 3575-3578
- [12] Zhuang X, Yang X, Shi L, et al. Solution blowing of submicron-scale cellulose fibers [J]. *Carbohydrate Polymers*, 2012, 90(2): 982-987
- [13] Hsiao H Y, Huang C M, Hsu M Y, et al. Preparation of high-surface-area PAN-based activated carbon by solution-blowing process for CO₂ adsorption [J]. *Separation and Purification Technology*, 2011, 82: 19-27
- [14] Joseph J, Nair S V, Menon D. Integrating substrateless electrospinning with textile technology for creating biodegradable three-dimensional structures [J]. *Nano Letters*, 2015, 15(8): 5420-5426

Effect of nozzle parameters on three dimensional fibers prepared by solution blow spinning

Yang Yanming^{*}, Chen Xindu^{**}, Wang Han^{**}, Fang Feiyu^{**}, Liang Feng^{**}

(^{*} Department of Electrical Automation, Guangdong Polytechnic of Industry and Commerce, Guangzhou 510510)

(^{**} School of Mechanical and Electrical Engineering, Guangdong University of
Technology, Guangzhou 510006)

Abstract

Using polyethylene oxide (PEO) as the raw material, high-quality three dimensional PEO spinning fibers are successfully prepared by employing a homemade solution blow spinning setup, and with the aid of a scanning electron microscope (SEM), the effect of the nozzle's inner diameter and length on the dimensional PEO fibers is investigated. The results show that, while the nozzle length is 13mm, the average diameter of the prepared PEO fibers gradually increases with the increase of the nozzle's inner diameter from 0.21mm to 0.40mm, and when the inner diameter of the nozzle is 0.26mm, the average diameter of the PEO fibers gradually increases accordingly with the increase of the nozzle's length from 8mm to 35mm.

Key words: solution blow spinning, polyethylene oxide(PEO), nozzle parameters, diameter of spinning fiber