

文章编号 :0253-9721(2006)07-0013-03

静电纺锦纶 6 纳米级纤维的形态结构

张小英¹, 潘志娟², 钱丹娜², 沈文涛²

(1. 苏州经贸职业技术学院, 江苏 苏州 215001; 2. 苏州大学 材料工程学院, 江苏 苏州 215021)

摘要 采用静电纺丝的方法纺制了锦纶 6 纳米级纤维, 分析了锦纶 6 甲酸溶液质量分数、喷丝头与接收屏之间的距离(C-SD)和电压对纤维形态结构的影响, 讨论了上述参数和静电纺锦纶 6 纤维直径分布之间的关系。结果表明, 静电纺锦纶 6 纤维的直径随着纺丝液质量分数的增加而增加, 锦纶 6 甲酸溶液在质量分数为 12% 左右时的静电纺丝效果最好; 当电压超过 15 kV 时, 纤维的直径随着电压的增加而减小, 而且直径的分布趋于集中; C-SD 对纤维直径的影响呈现波动性特征。

关键词 静电纺; 锦纶 6; 纳米级纤维; 质量分数; 喷丝头; 接收屏; 电压

中图分类号: TS102.521 文献标识码: A

Configuration of electrospun polycaprolactam nano-scale fibers

ZHANG Xiao-ying¹, PAN Zhi-juan², QIAN Dan-na², SHEN Wen-tao²

(1. Suzhou Institute of Trade & Commerce, Suzhou, Jiangsu 215001, China;

2. School of Material Engineering, Soochow University, Suzhou, Jiangsu 215021, China)

Abstract Nano-scale polycaprolactam fibers were electrospun. The effect of voltage, distance from spinneret to collecting screen (C-SD) and concentration of polycaprolactam-formic acid solution on the configuration of the fiber was analyzed, and the relationship between the above electro-spinning parameters and the diameter distribution of the spun fiber was investigated. The results indicated that the diameter of electrospun nylon fiber increases with the increase of the solution concentration, and the best spinning result is achieved when the concentration is 12%. When the voltage exceeds 15 kV, the fiber diameter becomes finer with the rising of the voltage, and the diameter distribution of the fiber tends to consistency. The change of C-SD makes the size of electrospun nylon 6 fiber undulated.

Key words electro-spinning; polycaprolactam; nano-scale fiber; concentration; spinneret; collecting screen; voltage

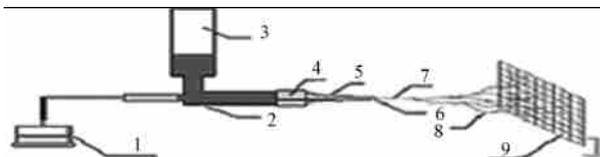
静电纺丝是干法纺丝和熔体纺丝的新发展^[1], 是制备超细纤维和纳米级纤维的重要方法。影响静电纺丝的因素很多, 一方面是纺丝液本身的参量, 如分子量、粘度或粘弹性、表面张力、介电常数等; 另一方面是静电纺丝的过程参量, 如溶液的质量分数、电压、喷丝头与接收屏之间的距离(C-SD)等。此外, 还涉及到静电纺丝时的温度、湿度和气体流通速率等^[2]。

本文主要分析锦纶 6 甲酸溶液的质量分数、电压和喷丝头与接收屏之间的距离 C-SD 对纤维形态结构的影响。

1 实验部分

1.1 材料与设备

锦纶 6 切片, 88% 甲酸, JB-90-2 型定时恒温磁力搅拌器, 自制静电纺丝装置(见图 1)。



1—高压发生器; 2—纺丝液; 3—纺丝管; 4—金属电极;
5—毛细管; 6—Taylor 锥; 7—射流; 8—细流簇; 9—接收屏

图 1 静电纺丝装置示意图

收稿日期: 2005-09-28 修回日期: 2005-12-14

作者简介: 张小英(1965-), 女, 副教授, 硕士。主要研究领域包括纺织新材料的研发和纺织产品的开发。

1.2 实验与测试方法

1.2.1 锦纶 6 纺丝液的制备

将锦纶 6 切片于常温下溶解在一定量的甲酸溶液中,并用恒温磁力搅拌器搅拌以加速溶解,配置质量分数分别为 11%、12%、13%、14% 的锦纶 6 甲酸溶液。

1.2.2 锦纶 6 纳米级纤维毡的制备

将纺丝液倒入纺丝罐中,调整纺丝液高度与喷丝头的位置,使纺丝液处于稳定的无液滴自然下垂状态,然后调整喷丝头到接收屏间的距离($C-SD$)分别为 10、12、15 cm,电压分别为 10、13、15 kV,进行静电纺丝,得到非织造物状的锦纶 6 纳米纤维毡。

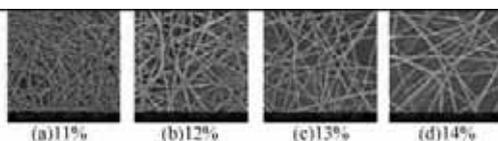
1.2.3 纤维形态观察和直径测定

将干燥的锦纶 6 纤维毡固定于试样台上,经喷金处理后,用日立 S-520 型扫描电子显微镜观察其形态结构;用 HJ2000 型通用图像分析系统测量纤维的直径,每个试样测试 100 根。

2 结果与分析

2.1 纺丝液质量分数对纤维形态结构的影响

图 2 为电压 15 kV、 $C-SD$ 15 cm 的纺丝条件下,纺丝液的质量分数分别为 11%、12%、13%、14% 时静电纺锦纶 6 纤维的扫描电镜照片,表 1 为它们的纤维直径分布情况。在设定的纺丝条件下,这 4 种质量分数的锦纶 6 溶液都具有良好的静电可纺性能,纤维连续、光滑、均匀,纺丝过程稳定,纤维的直径随着纺丝液质量分数的增加而增大。



注:电压 15 kV, $C-SD$ 15 cm

图 2 不同质量分数下静电纺锦纶 6 纤维的 SEM 照片

表 1 不同质量分数下静电纺锦纶 6 纤维的直径分布

溶液质量 分数/ %	不同纤维直径(nm) 区域的纤维百分数/ %											平均直 径/ nm	
	40 ~ 50	50 ~ 60	60 ~ 70	70 ~ 80	80 ~ 90	90 ~ 100	100 ~ 110	110 ~ 120	120 ~ 130	130 ~ 140	140 ~ 150		
11		9	27	41	17	4	2						73.53
12		1	8	31	35	11	10	2	2				84.18
13		2	14	30	32	18	4						81.27
14		1		7	21	39	20	8	3	1			96.64

注:电压为 15 kV, $C-SD$ 为 15 cm。

由实验结果可知,纺丝液质量分数为 11% 时,所纺纤维平均直径为 73.53 nm,标准偏差为 10.65%,最小直径为 52.4 nm,纤维直径稍有分散,但主要还是集中在 60 ~ 80 nm 之间;纺丝液质量分数为 12% 时,纤维平均直径为 84.18 nm,标准偏差 13.04%,最小直径为 59.83 nm,纤维直径主要分布在 70 ~ 90 nm 之间;质量分数为 13% 时,纤维平均直径为 81.27 nm,标准偏差为 11.17%,最小直径为 52.41 nm,纤维直径大都分布在 70 ~ 100 nm 之间;质量分数为 14% 时,纤维平均直径是 96.64 nm,标准偏差为 12.09%,最小直径 50 nm,纤维直径大都分布在 80 ~ 110 nm 之间。

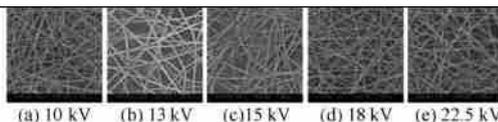
由此可见,当质量分数为 11% ~ 14% 时,锦纶 6 甲酸溶液可用静电纺丝的方法纺得完全意义上的纳米级纤维(0 ~ 100 nm),且纤维粗细分布均匀;纤维直径随着溶液质量分数的增加呈递增的趋势。这是由于质量分数增加后,静电力拉伸液滴时所克服的表面张力大,难以分裂成更多更细的细流,同时细

流里溶质增加,也会导致纤维直径的增加。

2.2 电压对纤维形态结构的影响

在静电纺丝过程中,电压的大小对成纤效果和纤维直径也有影响。当电场强度很低时,喷丝头尖端的液滴喷不出来,随着电场的增加,毛细管尖端的液滴伸长从近似半球形到半球形然后变成锥形,随着电场强度的进一步增加静电纺丝现象越来越复杂。

图 3 为质量分数 12%, $C-SD$ 15 cm 时,电压分别为 10、13、15、18、22.5 kV 的条件下,静电纺锦纶 6 纤维的 SEM 照片,表 2 列出了它们的纤维直径分布情况。



注:质量分数 12%, $C-SD$ 15 cm

图 3 不同电压下静电纺锦纶 6 的 SEM 照片

表 2 不同电压下静电纺锦纶 6 纤维的直径分布

电压/ kV	不同纤维直径(nm)区域的纤维百分数/%										平均直径/ nm	
	40~50	50~60	60~70	70~80	80~90	90~100	100~110	110~120	120~130	130~140		140~150
10		6	21	36	22	11	1	1	1	1		79.57
13		1	3	1	9	20	29	19	2	10	6	105.71
15		1	8	31	35	11	10	2	2			84.18
18	2	6	22	31	21	9	5	1	1	1	1	96.64
22.5	2	8	20	35	20	10	1	2		2		77.54

注:质量分数为 12%, C-SD 为 15 cm。

由图 3 发现,在质量分数 12%, C-SD 15 cm 时,设定的 5 种电压下都能纺出光滑的锦纶 6 纳米级纤维,纤维表面未出现珠状物,纤维成纤效果较好。电压的变化对纤维的直径分布有一定的影响。

由表 2 所示的纤维直径分布情况可以看到,在各种电压下,静电纺锦纶 6 纤维的直径分布基本都为正态分布,但分布的离散程度不同。当电压为 10 kV 时,纤维直径大都分布在 60~90 nm,直径大于 100 nm 的纤维较少;电压为 13 kV 时,纤维直径大都分布在 80~140 nm 之间,且分布较分散;而当电压继续增大,纤维直径的分散性又逐渐减小,纤维直径基本集中在 60~100 nm 之间。在其它工艺参数不变的情况下,随着电压的增大,纤维平均直径先增加,但当电压达到 15 kV,电场强度大于 1 kV/cm 后,纤维直径逐渐减小。这和电场强度增加,电场力逐渐加大,对纺丝射流的牵伸作用增强有关。

2.3 C-SD 对纤维直径的影响

电场力对纺丝过程有重要影响,而电场力不仅

表 3 不同 C-SD 条件下静电纺锦纶 6 纤维的直径分布

C-SD/ cm	不同纤维直径(nm)区域的纤维百分数/%										平均直径/ nm	
	40~50	50~60	60~70	70~80	80~90	90~100	100~110	110~120	120~130	130~140		140~150
7.5		4	26	32	18	11	3	2	2	1		78.55
10		2	10	24	26	20	12	3		2	1	86.54
12	2	8	21	35	26	8	1					75.14
15		1	8	31	35	11	10	2	2			84.18
20		5	23	42	19	8	3					75.89

注:电压为 15 kV,质量分数为 12%。

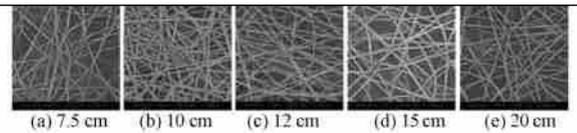
照一般的规律那样逐渐减小^[1],而是呈现上下波动,但平均直径的变化不大,纤维直径也基本都分布在 50~100 nm 之间。可见,对锦纶 6 甲酸溶液来说,在低电场强度下,C-SD 对纤维直径的影响没有规律性,随着距离的增加,由于成纤轨迹的分散,纤维的接收效率反而下降,因此,在进行实际生产时,在保证纤维上无珠状物并呈连续分布的条件下,可选择较小的 C-SD 值。

3 结 论

1) 静电纺锦纶 6 纤维的直径随着纺丝液质量分

与电压有关系,也与喷丝头与接收屏之间的距离有很大的关系。在一定的电压下,喷丝头与接收屏之间距离的大小决定电场强度的大小,而且,喷丝头与接收屏之间距离的大小还与细流簇的干燥固化程度有关,影响了从喷丝头喷射出的液滴在电场中的运动轨迹。当电压一定时,增大喷丝头与接收屏之间的距离,将增加喷射流中的纤维分子的伸长和取向的时间。

图 4 为质量分数 12%,电压 15 kV, C-SD 分别为 7.5、10、12、15、20 cm 时,静电纺锦纶 6 纤维的 SEM 照片,表 3 为它们的直径分布情况。



注:电压 15 kV,质量分数 12%

图 4 不同 C-SD 下静电纺锦纶 6 纤维的 SEM 照片

由 SEM 照片和纤维直径分布可以看到,随着喷丝头到接收屏之间距离的增加,纤维直径并没有按

数的增加而增加,锦纶 6 甲酸溶液在质量分数为 12% 时的静电纺丝效果最好。

2) 当电压超过 15 kV 时,静电纺锦纶 6 纤维的直径随着电压的增加而减小,而且直径的分布趋于集中。

3) 在电压为 15 kV 时,C-SD 对纤维直径的影响呈现波动性特征。

FZXB

参考文献:

- [1] 吴大诚,杜仲良,高绪珊.纳米纤维[M].北京:化学工业出版社,2003.
- [2] Shin Y M, Hohman M M, Brenner M P, et al. Experimental characterization of electrospinning: the electrically forced jet and instabilities[J]. Polymer, 2001, 42: 9955 - 9967.