

تولید فیبر نانولوله‌های کربنی به روش ریسندگی مرطوب و بررسی خواص

فیزیکی آنها

منصور فرید*، ساناز بیگدلی، عبدالمحمد قلمبردزفولی

گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز، ایران

دریافت: 1396/07/12 ویرایش نهایی: 1396/11/08 پذیرش: 1396/12/13

چکیده

در این تحقیق فیبرهای کامپوزیتی پلی وینیل الکل-نانولوله‌های کربنی چندجداره (PVA/MWCNT) به روش ریسندگی مرطوب تولید شده‌اند. به این منظور ابتدا نانولوله‌های کربنی با استفاده از سورفکتانت SDS در آب پخش شدند. با استفاده از آنالیز UV-vis میزان پخش نانولوله‌های کربنی در آب بررسی گردید و سپس این محلول به طور همگن در محلول آبی PVA مخلوط شد. جهت تولید فیبر، این محلول در پلی وینیل الکل (PVA) و سولفات سدیم (Na_2SO_4) به عنوان حمام انعقادی ساکن تزریق گردید. فیبرهای به دست آمده دارای قطری یکنواخت و همگن بودند. خواص ساختاری فیبرها به کمک SEM و همچنین استحکام شکست آنها توسط دستگاه اینسترون مطالعه شد.

کلیدواژگان: نانولوله کربنی، سدیم دودسیل سولفات، پلی وینیل الکل، سولفات سدیم، فیبر، ریسندگی مرطوب

مقدمه

را فراهم می‌کنند. فیبرهای نانولوله‌های کربنی با خواص فیزیکی و مکانیکی عالی، پتانسیل بالایی برای استفاده از آنها به عنوان تقویت کننده¹ در کامپوزیت‌های چند منظوره و همچنین به عنوان حسگرهای فشار دارند [1]. ویژگی‌های برجسته و منحصربه‌فرد نانولوله‌های کربنی و نانو ساختارهای یک بعدی باعث شده تا برای طیف گسترده‌ای از کاربردهای بالقوه، همانند فیبرهای ساختاری، کامپوزیتی و بافت‌های چند منظوره استفاده شوند [2].

تکنیک‌های تولید فیبر نانولوله‌های کربنی اغلب به دو دسته ریسندگی خشک² و ریسندگی مرطوب³ تقسیم بندی می‌شوند. ریسندگی خشک به ریسندگی مستقیم⁴ و

پس از کشف نانولوله‌های کربنی زمینه‌های تحقیقاتی زیادی به خاطر ساختار منحصربه‌فرد نانولوله‌های کربنی ایجاد شد. برای مثال آرایش نانولوله‌های کربنی در مواد، استحکام مکانیکی، خواص حرارتی و الکتریکی آنها را افزایش می‌دهد. این خواص عالی به طور گسترده توسط تحقیقات نظری و تجربی تأیید شده است. با این حال چالش کلیدی، ساخت محصولاتی در مقیاس ماکرو با این مزایای منحصربه‌فرد می‌باشد. خواص مکانیکی و فیزیکی بسیار عالی نانولوله‌های کربنی فرصت بزرگی برای تولید فیبرهای پیوسته با کارایی بالا مبتنی بر نانولوله‌های کربنی

* نویسنده مسئول: farbod_m@scu.ac.ir

1 reinforcements

2 dry spinning

3 wet spinning

4 direct spinning

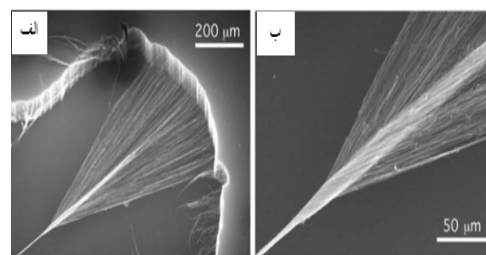
ریسندگی مستقیم روشی دیگر برای تولید نانولوله‌های کربنی با استفاده از کوره‌های لوله‌ای عمودی و تبدیل آنها به فیبر است [8]. ریسندگی مستقیم روشی یک مرحله‌ای است که توسط آن می‌توان به‌طور پیوسته الیاف نانولوله‌های کربنی را بدون محدودیت طولی تولید کرد. الیاف نانولوله‌های کربنی به‌این روش توسط گروه‌های مختلف گزارش شده است [9].

ریسندگی مرطوب جایگزین مناسبی برای دیگر روش‌های ساخت فیبر می‌باشد. این روش برای تولید انواع مختلفی از فیبرهای کامپوزیتی تشکیل شده از پلیمرهای پر شده با نانولوله‌های کربنی و حتی فیبرهایی که تنها از نانولوله‌های کربنی تشکیل شده، استفاده شده است. همانند دیگر مواد فیبری، فیبرهای تولید شده به‌روش ریسندگی مرطوب، راه مناسبی برای دست‌یابی به موادی با نانولوله‌های کربنی بسیار هم‌راستا شده را فراهم می‌کند که می‌توانند به‌آسانی دست‌کاری شده و در انواع مختلف کاربردها نظیر نساجی، کابل‌سازی و یا کاربردهای کامپوزیتی مورد استفاده قرار گیرند.

از دیدگاه کلی، فرآیندهای ریسندگی مرطوب به‌طور ویژه برای پلیمرهایی که نمی‌توانند ذوب شوند یا برای اجتناب از هرگونه تخریب مواد در اثر حرارت، مناسب می‌باشد. همان‌طور که در شکل 2 ترسیم شده است سازوکار کلی این روش شامل تزریق یک محلول غلیظ از مواد ماکرومولکولی⁷ حل شده از طریق یک نخ‌ریس⁸ غوطه‌ور در یک حمام مایع می‌باشد. از این رو نام ریسندگی مرطوب در مقابل ریسندگی خشک به‌کار می‌رود.

ریسندگی مبتنی بر آرایه‌های نانولوله کربنی¹ و ریسندگی مرطوب به ریسندگی مبتنی بر نانولوله کربنی² (بلور مایع³) و مایع³) و ریسندگی مبتنی بر پلیمر⁴ تقسیم می‌شوند [3]. البته روش‌های تولید فیبر نانولوله کربنی نیز به‌روش‌های ریسندگی جنگلی⁵ و ریسندگی مستقیم و ریسندگی محلولی⁶ نیز تقسیم‌بندی می‌شوند [4].

ریسندگی خشک نانولوله‌های کربنی بر اساس رشد آرایه‌های نانولوله‌های کربنی هم‌راستا شده به‌روش CVD می‌باشد. آرایه‌های نانولوله کربنی که می‌توانند به‌صورت تارهای پیوسته کشیده شوند، آرایه‌های قابل ریسندگی نامیده می‌شوند [5]. الیاف نانولوله‌های کربنی می‌توانند از جنگل نانولوله کربنی تولید شوند، که شامل تعداد زیادی از نانولوله‌های کربنی می‌باشند که به‌صورت عمودی و هم‌راستا بر روی یک زیرلایه که معمولاً قرص سیلیکونی می‌باشد رشد کرده‌اند. شکل 1 تصاویر SEM از آرایه‌های قابل ریسندگی را نشان می‌دهد [6].



شکل 1. تصاویر SEM از (الف) آرایه‌های قابل ریسندگی و (ب) فرآیند ریسندگی [6].

از مزایای این روش این است که، پارامترهای هندسی نانولوله‌های کربنی مانند طول، قطر، راستا و فاصله بین نانولوله‌های کربنی می‌توانند به‌طور مستقل و با دقت کنترل شوند. اثرات این پارامترها بر روی تولید و خواص الیاف نانولوله‌های کربنی به‌راحتی قابل بررسی است [7].

⁵ forest spinning

⁶ liquid spinning

⁷ macromolecular material

⁸ spinneret

¹ CNT array based spinning

² CNT based spinning

³ liquid crystal

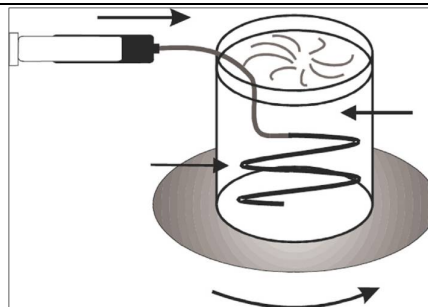
⁴ polymer based spinning

تک جداره در سال 2000 به کار بردند. آنها نانولوله‌های کربنی تک جداره را با سورفکتانت پخش کردند و سپس این محلول نانولوله‌های کربنی تک جداره پخش شده را داخل محلول PVA تزریق کردند تا فیبرهای کامپوزیتی SWCNT/PVA تولید شوند [11]. حالت بلور مایع نماتیک از حل نانولوله‌های کربنی تک جداره در اسید سولفوریک 102% حاصل شده است [13]. فیبرهای نانولوله‌های کربنی تک جداره خالص را می‌توان با تزریق نانولوله کربنی تک‌جداره پخش شده با سوپراسید به داخل حمام دی اتیل اتر یا آب تولید کرد [14]. همچنین حالت بلور مایع نماتیک را می‌توان با پخش کردن نانولوله‌های کربنی چندجداره در اتیلن گلیکول و تزریق آن در دی اتیل اتر به دست آورد [15].

در این کار از روش ریسندگی مبتنی بر سورفکتانت و همچنین از نانولوله‌های کربنی چندجداره جهت تولید فیبر استفاده شد.

کارهای آزمایشگاهی

مواد اولیه مورد استفاده عبارت‌اند از: نانولوله‌های کربنی چندجداره با قطر کمتر از 8 nm و طول تقریباً 30 μm با خلوص بالای 95 درصد خریداری شده از شرکت نوترینو، سدیم دو دسیل سولفات با فرمول شیمیایی $\text{NaC}_{17}\text{H}_{35}\text{SO}_4$ جرم مولی 288/37 g/mol از شرکت مرک، سولفات سدیم با فرمول Na_2SO_4 از نوع بی‌آب با جرم مولی 142/04 g/mol خریداری شده از شرکت سامچون، پلی‌وینیل‌الکل (PVA) از نوع هیدرولیز شده کامل با جرم مولکولی 200000 خریداری شده از شرکت مرک،



شکل 2. طرح‌واره کلی از فرآیند ریسندگی مرطوب برای تولید فیبر [10].
تکنولوژی ریسندگی مرطوب طی چند دهه اخیر صنعتی شده است و یک روش ارزشمند برای توسعه فیبرهای جدید تشکیل شده از نانولوله‌های کربنی را فراهم می‌کند. در مقایسه با دیگر فرآیندها، فرآیند ریسندگی مرطوب را می‌توان، تقریباً با هر نوع نانولوله کربنی انجام داد، چون مواد قبل از انجام فرآیند در یک مایع پخش می‌شوند و از پلیمرهایی که نمی‌توانند در دمای بالا ذوب و یا در دمای بالا حرارت داده شوند، می‌توان استفاده کرد. این روش به‌طور خاص برای توسعه فیبرهای کامپوزیتی با پلیمرهای شکننده مانند پلیمرهای رسانا یا پلیمرهای زیستی¹ مهم می‌باشد [10]. ریسندگی مرطوب اولین بار توسط ویگولو² و همکاران گزارش شده است [11].

علاوه بر این، این روش می‌تواند به راحتی نیازهای تولید صنعتی را برآورده کند. با این حال معایب این روش زمانی است که، پلیمرهای عایق در فیبرهای نانولوله‌های کربنی گنجانیده می‌شود که باعث کاهش رسانش الکتریکی فیبر می‌شود [12].

روش ریسندگی مرطوب برای تولید فیبر نانولوله‌های کربنی را می‌توان تقریباً به دو دسته تقسیم‌بندی کرد: 1) ریسندگی مبتنی بر سورفکتانت و پلیمر، 2) ریسندگی مبتنی بر CNT (بلور مایع) [3]. ویگولو و همکاران ریسندگی مرطوب را برای تولید فیبر نانولوله‌های کربنی

² Vigolo

¹ biopolymers

هیدروکلریک اسید خریداری شده از شرکت سامچون، و آب یونزدایی شده¹.

تولید فیبر از نانولوله‌های کربنی چندجدارهٔ پخش شده با سورفکتانت سدیم دودسیل سولفات (SDS)

جهت تولید فیبر از نانولوله‌های کربنی چندجدارهٔ پخش شده با سورفکتانت SDS، از دو نوع ماده مختلف پلی‌وینیل‌الکل (PVA) و سولفات سدیم (Na_2SO_4) به‌عنوان حمام انعقادی حمام ساکن استفاده شد. قبل از انجام فرآیندهای تولید فیبر ابتدا جهت زدودن کربن‌های آمورف و نانوذرات فلزی از نانولوله‌های کربنی، عملیات خالص سازی نانولوله‌های کربنی انجام می‌شود. عملیات خالص سازی به این صورت انجام می‌شود که به‌ازای هر میلی‌گرم نانولوله کربنی، یک میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید اضافه می‌شود و سپس ظرف حاوی نانولوله کربنی و اسید به‌مدت یک ساعت تحت تأثیر امواج مافوق صوت قرار می‌گیرند. بعد از عملیات اولتراسونیک به‌میزان سه برابر این محلول اسیدی، آن را با آب یونزدایی شده رقیق می‌کنیم، سپس این محلول رقیق شده را با سرعت 4000 دور بر دقیقه و به‌مدت 10-5 دقیقه سانتریفیوژ می‌کنیم. پس از خارج کردن محلول اسیدی، نانولوله‌های کربنی را با آب شسته تا اسید از نانولوله‌های کربنی خارج شود، عمل شست و شوی نانولوله‌های کربنی را چندبار تکرار می‌کنیم تا pH محلول به 7 برسد. بعد از آخرین شستشو، نانولوله‌های کربنی رسوب کرده در اثر سانتریفیوژ را درون یک بشر ریخته و به‌منظور خشک کردن، آنها را درون آون

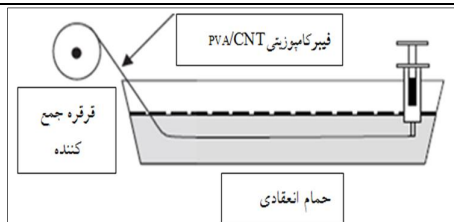
تحت دمای 80°C و به‌مدت 24 ساعت قرار می‌دهیم تا خشک شوند.

بعد از عملیات خالص سازی، نانولوله‌های کربنی با سورفکتانت SDS درون آب یونزدایی شده پراکنده می‌شوند. برای این کار ابتدا محلول آبی SDS با غلظت 1/2 درصد وزنی در دمای 40°C تهیه می‌شود. سپس نانولوله‌های کربنی چندجدارهٔ خالص شده به آن اضافه شده و با استفاده از اولتراسونیک میله‌ای عملیات پراکنده کردن نانولوله‌های کربنی درون حمام سرد انجام می‌شود. در این پروژه از اولتراسونیک میله‌ای با توان 150W و به‌مدت 50 دقیقه استفاده شد.

جهت تولید فیبر، محلول MWCNT پراکنده شده باید بسیار همگن و یکنواخت و عاری از هرگونه توده باشد. به‌منظور حذف توده‌هایی از نانولوله‌های کربنی چند جداره که ممکن است در محلول پراکنده شده MWCNT/SDS وجود داشته باشد، محلول را بعد از عملیات اولتراسونیک از یک مش 400 عبور می‌دهیم تا یک محلول همگن به‌دست آید.

برای بررسی پخش کامل نانولوله‌ها از طیف سنجی UV-vis استفاده شد. این طیف‌سنجی این امکان را می‌دهد که زمان بهینهٔ فراصوت مشخص شود. شکل 3 طیف UV-vis محلول‌های MWCNT/SDS که پس از زمان‌های مختلف اولتراسونیک به‌دست آمده‌اند را نشان می‌دهد.

نحوهٔ انجام این آنالیز به این صورت می‌باشد که نمونه‌گیری چندبار به‌طور منظم در طول فرآیند اولتراسونیک انجام می‌شود و نمونه‌ها با عامل معینی رقیق می‌شوند تا اینکه به غلظت مناسب برای اندازه‌گیری UV-vis برسد.



شکل 4. تصویر شماتیک از فرآیند ریسندگی مرطوب.

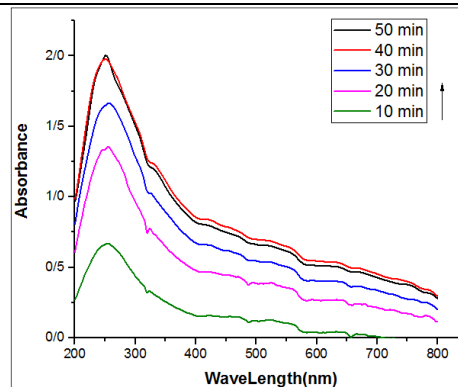
در این روش به دلیل محدودیت در جمع‌آوری فیبر ژله‌ای، فیبرهای تقریباً یکنواختی به طول یک متر تولید می‌شود. قطر فیبرهای تولید شده به قطر سوزن سرنگ، نرخ تزریق و سرعت کشش بستگی دارد. تصویر فیبر نهایی خشک شده در شکل 5 نشان داده شده است.



شکل 5. نمایی از فیبرهای خشک شده.

خواص ساختاری فیبرها به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل 1455 VP ساخت شرکت لئو آلمان و همچنین استحکام آنها با استفاده از دستگاه کشش اینسترون (Instron) مدل DBBP-100 بررسی شد.

تصاویر SEM فیبر کامپوزیتی PVA/MWCNT در شکل 6 نشان داده شده است. با توجه به شکل این فیبرها دارای بافت سطحی و قطر تقریباً یکنواختی می‌باشند. شکل (6-الف) بافت سطحی فیبر را نشان می‌دهد که دارای سطح تقریباً یکنواختی می‌باشد و از شکل (6-ب) می‌توان خاصیت انعطاف‌پذیری فیبر را مشاهده کرد. شکل (6-ج) سطح مقطع فیبر را نشان می‌دهد که به صورت درهم تنیده می‌باشد.

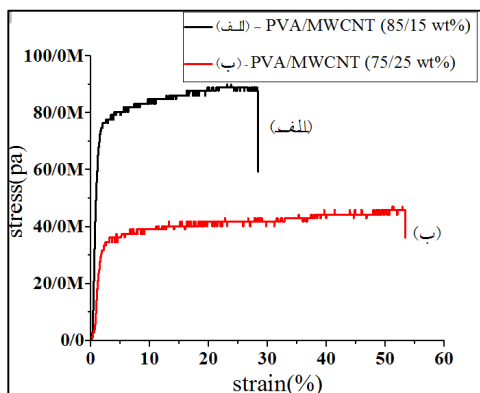


شکل 3. نمودار طیف سنجی UV-vis محلول پخش شده MWCNT.

بعد از اولتراسونیک منحنی جذب محلول‌های نانولوله‌های کربنی چندجداره بیشینه‌ای بین 200-300 nm را نشان می‌دهند. با پراکندگی بیشتر نانولوله‌های کربنی در محلول SDS میزان جذب بیشتر می‌شود. با توجه به نمودار ملاحظه می‌شود که بعد از 40 و 50 دقیقه، هر دو قله طیف روی هم قرار گرفته که به معنی جذب و پخش بیشینه است و لذا زمان بهینه را می‌توان مشخص کرد [15].

بعد از خالص‌سازی و آماده‌سازی محلول پخش شده MWCNT، یک محلول پلیمری حاوی 8 درصد وزنی PVA تهیه و این محلول را با محلول نانولوله‌های کربنی پخش شده به نسبت‌های مختلف مخلوط کرده و با استفاده از یک همزن مغناطیسی همزده می‌شود، که این نسبت می‌تواند از 10 تا 50 درصد وزنی متغیر باشد. سپس این محلول PVA/CNT را با دستگاه پمپ سرنگی به درون حمام ساکنی که حاوی سولفات سدیم اشباع شده به غلظت 320g/l می‌باشد تزریق می‌گردد. به محض تزریق محلول PVA/CNT درون حمام، فیبر ژله‌ای تشکیل می‌شود و با کشیدن این فیبر و شستشوی آن با آب یون‌زدایی شده، آن را با لامپ مادون قرمز خشک می‌کنیم. تصویر شماتیکی از این فرآیند در شکل 4 نشان داده شده است.

نمودار تنش-کرنش فیبرهای کامپوزیتی PVA/MWCNT با غلظت پلیمر اولیه 8 درصد وزنی و نسبت وزنی PVA/MWCNT برابر با 75-25 و 85-15 مربوط به آزمون کشش و نتایج حاصل از آن در شکل 7 و جدول 1 نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که فیبر با نسبت وزنی 85-15 نسبت به فیبر 75-25 مقاومت بیشتری در برابر اعمال نیرو از خود نشان می‌دهد در واقع مستحکم‌تر می‌باشد و با کاهش میزان نسبت وزنی PVA از 85 به 75 اولاً مدول و یانگ کاهش یافته و از 1071/235 به 2822/803 MPa رسیده و از طرفی فیبرها نرم‌تر شده و درصد ازدیاد طول از 27 به 53 رسیده است.

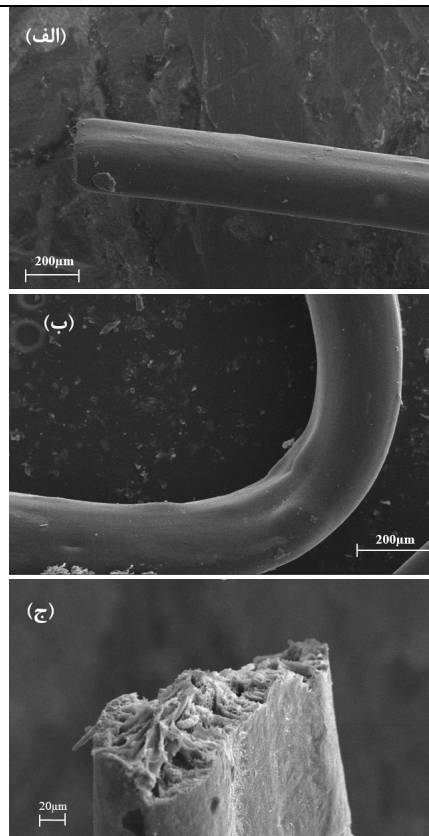


شکل 7. نمودار تنش-کرنش فیبر کامپوزیتی PVA/MWCNT با 8 درصد وزنی PVA اولیه و نسبت وزنی PVA/MWCNT متفاوت.

جدول 1. مقایسه استحکام تسلیم، مدول یانگ و انرژی مربوط به فیبرهای PVA/MWCNT با 8 درصد وزنی PVA اولیه و نسبت وزنی PVA/MWCNT متفاوت.

مدول یانگ (MPa)	درصد ازدیاد طول تا نقطه شکست	استحکام تسلیم (MPa)	PVA/MWCNT درصد وزنی
2822,803	28	88,483	85-15
1071,235	53,3	45,895	75-25

در ادامه فیبر کامپوزیتی با محلول پلیمری با غلظت 13 درصد وزنی نیز تولید شد. با این غلظت پلیمری فیبرهایی با نسبت‌های PVA/MWCNT برابر با 50-50، 75-25 و



شکل 6. تصاویر (الف)، (ب) و (ج) نمایی از بافت سطحی و سطح مقطع یک فیبر نمونه.

نتایج و بحث

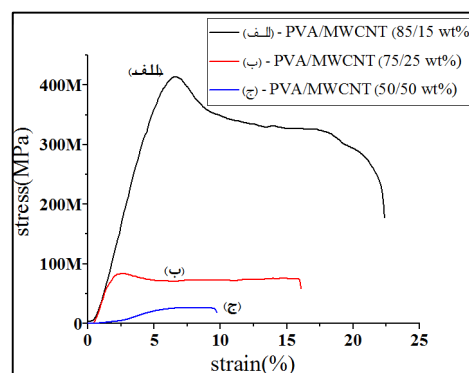
برای تولید فیبرهای کامپوزیتی MWCNT/PVA نمونه‌های مختلفی با غلظت‌های اولیه PVA متفاوت و با نسبت‌های وزنی PVA/MWCNT مختلف ساخته شد. آزمایش‌ها نشان دادند که فیبرهای تولید شده با محلول پلیمری PVA با غلظت‌های اولیه 8 و 10 درصد وزنی و نسبت 50-50 برای PVA/MWCNT به‌خوبی تشکیل نمی‌شود و از انسجام و استحکام لازم برای کشیدن حین تشکیل فیبر برخوردار نمی‌باشد و بعد از خشک شدن نیز بسیار ترد و شکننده می‌باشد. با کم کردن نسبت درصد وزنی محلول MWCNT/SDS به محلول PVA اولیه مشاهده شد استحکام فیبر بهبود پیدا می‌کند و فیبر تشکیل می‌شود.

بررسی تأثیر عملیات کشش تحت حرارت بر

روی استحکام فیبرها

عملیات کشش فیبرهای حاصل بعد از خشک شدن، تحت حرارت انجام شد. این عملیات موجب افزایش طول، انعطاف‌پذیری و استحکام فیبرها و همچنین باعث کاهش قطر و یکنواخت‌تر شدن فیبرها گردید. به طوری که یک نمونه فیبر به طول 10cm بعد از عملیات کشش تحت حرارت در دمای تقریباً 80°C موجب افزایش طول فیبر تا 20cm و کاهش قطر نمونه از 0,2mm به 0,15mm و یکنواختی فیبر شد. با توجه به نرخ کشش یکسان فیبرها تحت حرارت، می‌توان فیبرهای یکنواخت و حتی با قطرهای متفاوت تولید کرد و با تکرار این فرآیند یا افزایش شدت کشش موجب افزایش طول و یا به عبارتی ساخت فیبرهایی با قطرهای متفاوت کرد. شکل 9 منحنی تنش- کرنش و جدول 3 استحکام تسلیم، درصد ازدیاد طول و مدول یانگ فیبرهای تشکیل شده از محلول‌های پلیمری با غلظت‌های 13 درصد وزنی را بعد از کشش تحت حرارت نشان می‌دهد. از مقایسه مقادیر این شکل و جدول با مقادیر شکل 8 و جدول 2 قبل از حرارت به وضوح قابل مشاهده می‌باشد که استحکام تسلیم و درصد ازدیاد طول و مدول یانگ فیبرها افزایش پیدا کرده است و بیشترین افزایش استحکام مربوط به نسبت وزنی PVA/MWCNT برابر با 85-15 می‌باشد. از مقایسه مدول یانگ و درصد ازدیاد طول در نقطه شکست مربوط به این فیبرهای کشیده شده تحت حرارت با فیبرهای بدون عملیات کشش تحت حرارت نیز مشخص می‌باشد که در عین افزایش مقاومت فیبر در برابر اعمال نیرو برای تغییر شکل و شکست، میزان تغییر طول فیبر در برابر نیروی اعمال شده نیز افزایش یافته و فیبرها مقاوم‌تر شده‌اند.

15-85 ساخته شد. به دلیل ویسکوزیته و غلظت بالای مخلوط نهایی، در این غلظت از سوزن شماره 18 (صورتی رنگ) استفاده شده است. شکل 8 منحنی تنش-کرنش و جدول 2 خواص مکانیکی این فیبرها را نشان می‌دهد. در اینجا نیز مشاهده می‌شود که با افزایش نسبت درصد وزنی پلیمر نسبت به MWCNT استحکام تسلیم فیبر درصد ازدیاد طول تا نقطه شکست و مدول یانگ افزایش یافته است در واقع فیبر مستحکم‌تر شده است.

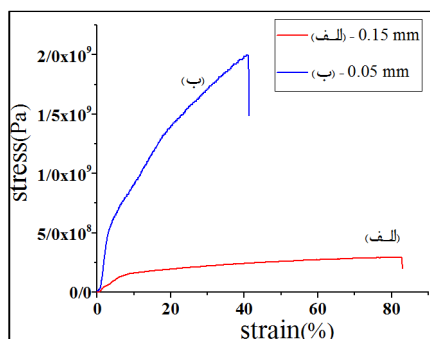


شکل 8. منحنی تنش-کرنش فیبرهای کامپوزیتی با نسبت‌های متفاوت مربوط به غلظت 13 درصدی PVA اولیه.

جدول 2. خواص مکانیکی مربوط به فیبرهای کامپوزیتی با نسبت‌های متفاوت مربوط به غلظت 13 درصدی PVA اولیه.

مدول یانگ (MPa)	درصد ازدیاد طول تا نقطه شکست	استحکام تسلیم (MPa)	PVA/MWCNT نسبت وزنی
953,009	9,5	65,831	50-50
6113,712	15,9	73,8	75-25
6314,364	21,3	275,551	85-15

مرتبه بهبود، اما درصد ازدیاد طول فیبرها حدود 40 درصد کاهش می‌یابد.

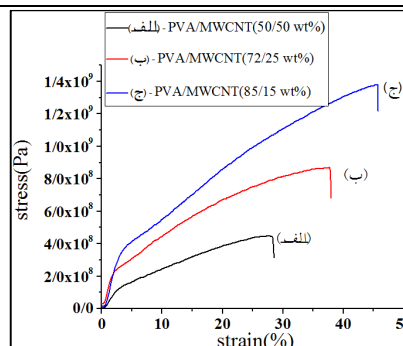


شکل 10. نمودار تنش-کرنش فیبر کامپوزیتی با نسبت وزنی 15-85 = PVA/MWCNT با محلول پلیمری PVA با غلظت 8 درصد، با قطرهای مختلف.

جدول 4. مقایسه خواص مکانیکی فیبر کامپوزیتی با نسبت وزنی 15-85 = PVA/MWCNT با محلول پلیمری PVA اولیه 8 درصد، با قطرهای مختلف.

مدول یانگ (MPa)	درصد ازدیاد طول تا نقطه شکست	استحکام تسلیم (Pa)	قطر (mm)
8869,511	82,6	$2,84 \times 10^8$	0,15
22699,400	41	$1,89 \times 10^9$	0,05

نکته قابل ذکر این است که با وجود استحکام و مدول یانگ بالای نانولوله‌های کربنی، ملاحظه می‌شود که با افزایش درصد نانولوله‌ها نسبت به پلیمر، استحکام و مدول یانگ فیبرها کاهش می‌یابد. در اینجا به این نکته باید توجه کرد که در فیبرها مجموعه‌ای از نانولوله‌های از هم گسسته به‌کمک پلیمر PVA تشکیل فیبری داده‌اند که ویژگی‌های آن با یک تک نانولوله کاملاً متفاوت است. در واقع اثر پلیمر پل زدن بین نانولوله‌های کربنی است که با کاهش غلظت آنها نسبت به نانولوله‌های کربنی این پل زدن کمتر و استحکام و مدول یانگ کاهش می‌یابد. همچنین قابل ذکر است که مقادیر به‌دست آمده برای مدول یانگ و استحکام



شکل 9. منحنی تنش-کرنش فیبرهای PVA/MWCNT با پلیمر با غلظت 13 درصد وزنی.

جدول 3. مقایسه استحکام تسلیم، مدول یانگ و انرژی مربوط به فیبرهای PVA/MWCNT با پلیمر با غلظت 13 درصد وزنی.

مدول یانگ (MPa)	درصد ازدیاد طول تا نقطه شکست	استحکام تسلیم (MPa)	PVA/MWCNT نسبت وزنی
4737,363	28,4	442,699	50-50
8962,847	37,8	869,694	75-25
11242,216	45,7	1379,456	85-15

بنابراین می‌توان گفت که عملیات کشش تحت حرارت مرحله بسیار مهمی در ساخت فیبر یکنواخت و مقاوم می‌باشد.

تأثیر قطر فیبر بر روی استحکام

با توجه به نرخ کشیدن فیبرها تحت حرارت، فیبرهایی با قطر متفاوت تشکیل می‌شود. نمودار تنش-کرنش فیبرهایی با قطرهای متفاوت در شکل 10 نشان داده شده است. اطلاعات مربوط به این نمونه‌ها در جدول 4 نشان داده شده‌اند. ملاحظه می‌شود که با کاهش قطر، مقاومت فیبرها در برابر نیروی اعمال شده برای تغییر شکل و مدول یانگ نیز افزایش یافته است. همچنین استحکام فیبرها حدود یک

مرجع‌ها

- [1] K.Varshney, Carbon nanotubes: A review on synthesis, properties and applications, *International journal of engineering research and general science* **1** (2014) 2091.
- [2] P. Giryong, Y. Jung, G.W. Lee, J.P. Hinestroza, Y. Jeong, carbon nanotube/poly (vinyl alcohol) fibers with a sheath-core structure prepared by wet spinning *Fibers and Polymers* **13** (2012) 874.
- [3] A. Wang, spinning methods for carbon nanotube fibers in the Department of Mechanical and Materials Engineering of the College of Engineering and Applied Science March (2014).
- [4] J. Park, K.H. Lee, Carbon nanotube yarns *Korean Journal of Chemical Engineering* **29** (2012) 227.
- [5] Y-L. Li, I a. Kinloch, A.H.Windle, Direct spinning of carbon nanotube fibers from chemical vapor deposition synthesis *Science* **304** (2004) 276.
- [6] M. Zhang, K. Atkinson, R. Baughman, Multifunctional carbon nanotube yarns by downsizing an ancient technology *Science* **306** (2004) 1358.
- [7] X. Lepro, M.D. Lima, R.H. Baughman, Spinnable carbon nanotube forests grown on thin, flexible metallic substrates *Carbon* **48** (2010) 3621.
- [8] H. Choo, Y. Jung, Y. Jeong, H.C. Kim, B.Cheol Ku, Fabrication and Applications of Carbon Nanotube Fibers *Carbon Letters* **13** (2012) 191.
- [9] Ya-Li Li, I.A. Kinloch, A.H. Windle, Direct Spinning of Carbon Nanotube Fibers from Chemical Vapor Deposition Synthesis, *Science* **304**, (2004) 276.
- [10] S. Jestin, P. Poulin, wet spinning of CNT-based fibers *Nanotube Superfiber Materials* (2014) 167.
- [11] R.H. Baughman, Putting a New Spin on Carbon Nanotubes, *Science* **290** (2000) 1310.
- [12] B. Vigolo, Macroscopic Fibers and Ribbons of Oriented Carbon Nanotubes, *Science* **290** (2000) 1331.

تسلیم، همخوانی خوبی با نتایج منتشر شده مشابه دارد [16].

بررسی خواص الکتریکی فیبرهای کامپوزیتی

PVA/MWCNT

مقاومت الکتریکی این فیبرها به روش استاندارد 4 میله انجام شد ولی هیچ‌گونه رسانش الکتریکی در آنها مشاهده نشد. به دلیل وجود پلیمرعایق PVA، به نظر می‌رسد زنجیرهای پلیمری و نانولوله‌های کربنی به شدت درهم تنیده شده باشند و اتصالی بین نانولوله‌های کربنی ایجاد نشده است در نتیجه هیچ‌گونه رسانشی از خود نشان ندادند.

بحث و نتیجه‌گیری

فیبر نانولوله‌های کربنی به روش ریسندگی مرطوب تهیه شد. در این روش برای تولید فیبر، روش حمام ساکن مورد استفاده قرار گرفت. نانولوله‌های کربنی مورد استفاده از نوع چندجداره بودند و برای پخش آنها از سورفکتانت سدیم دودسیل سولفات استفاده شد. همچنین از سولفات سدیم به عنوان حمام‌های انعقادی استفاده شده است. فیبرهای حاصل سپس تحت حرارت کشیده شدند و ملاحظه شد که کشش باعث بهبود خواص فیزیکی فیبرها می‌شود. بالاترین استحکامها مربوط به نسبت وزنی 85 به 15 محلول PVA به محلول MWCNT/SDS می‌باشد. همچنین تأثیر قطر فیبرها بر روی استحکام شکست فیبرها مورد بررسی قرار گرفت و مشخص شد که با کاهش قطر فیبرها، استحکام فیبرها بهبود می‌یابد. فیبرهای به دست آمده از این روش هیچ‌گونه رسانش الکتریکی از خود نشان ندادند.

- [13] W. Zhou, Single wall carbon nanotube fibers extruded from super-acid suspensions: Preferred orientation, electrical, and thermal transport *Journal of Applied Physics*, **95** (2004) 649.
- [14] S. Zhang, K. Koziol, I.A. Kinloch, A.H. Windle, Macroscopic fibers of well-aligned carbon nanotubes by wet spinning *Small* **4** (2008) 1217.
- [15] J. Yu, N. Grossiord, C. Koning, J. Loos, Controlling the dispersion of multi-wall carbon nanotubes in aqueous surfactant solution *Carbon* **45** (2007) 618.
- [16] C. Mercader, V. Denis-Lutard, S. Jestin, M. Maugey, A. Derre', C. Zakri, P. Poulin, Scalable Process for the Spinning of PVA–Carbon Nanotube Composite Fibers, *Journal of Applied Polymer Science* **125** (2012) E191.

Production of CNTs fibers by wet spinning method and investigation of their physical properties

Mansoor Farbod*, Sanaz bigdeli, AbdolMohammad Ghalambor Dezfuli

Department of Physics, Faculty of Science, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran

Received: 05.10.2017 Final revised: 28.01.2018 Accepted: 04.03.2018

Abstract

In this study, PVA / MWCNT composite fibers were produced by a wet spinning method. In order to fabricate the fibers, first carbon nanotubes were dispersed in deionized water using sodium dodecyl sulfate (SDS) surfactant. Using UV-vis analysis, the high dispersion of carbon nanotubes was confirmed. This solution was mixed homogenously in an aqueous solution of PVA and then was injected into PVA and Na₂SO₄ static coagulation baths. The resulting fibers were uniform and homogeneous in diameter and could be spun out indefinitely. The structure of the fibers was studied by SEM and their strength was investigated using an Instron tensile tester.

Keywords: Carbon nanotube, sodium dodecyl sulfate, poly (vinyl alcohol), sodium sulfate, fiber, wet spinning

* Corresponding Author: farbod_m@scu.ac.ir