

تهیه الیاف ویسکوز به روش عمل آوری خمیر چوب با پرتوهای الکترونی

Preparation of Viscose Fibers by Treatment of Wood Pulp Using Electron Beam Irradiation

سکینه کریمی^۱، میترا توکلی اردکانی^۲، محمد میرجلیلی^۴

۱- یزد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات، گروه مهندسی صنایع پلیمر، صندوق پستی ۷۷۵-۱۴۵۱۵

۲- یزد، مرکز نوآوری، پارک علم و فناوری یزد، صندوق پستی ۹۸۹۷۹۹۷۹۸

۳- یزد، دانشگاه یزد، دانشکده فنی و مهندسی، گروه مهندسی شیمی و پلیمر، صندوق پستی ۷۴۱۸۹۱۹۵

۴- یزد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد یزد، دانشکده مهندسی نساجی، صندوق پستی ۴۶۶-۱۹۵۸۵

تاریخ دریافت: ۹۲/۱۱/۰۹ تاریخ پذیرش: ۹۳/۰۳/۰۴

چکیده

در فرایند مرسوم تولید الیاف ویسکوز در صنعت، برای کاهش درجه پلیمر شدن سلولوز در مرحله پیرسازی از محلول قلیایی سود سوزآور و کربن دی سولفید با غلظت زیاد طی مدت زمان طولانی استفاده می شود. در این پژوهش، سعی شده با استفاده از عمل آوری خمیر چوب با تابش پرتوهای الکترونی، درجه پلیمر شدن سلولوز کاهش یابد. در این شرایط، ماده پرتو دهی شده می تواند در غلظت کمتر محلول سود سوز آور و کربن دی سولفید حل شود. بنابراین، استفاده از پرتوهای الکترونی باعث کوتاه شدن فرایند تولید، کنترل بیشتر درجه پلیمر شدن، کاهش قابل توجه مصرف مواد شیمیایی و در نهایت کاهش آلودگی زیست محیطی می شود. بنابراین برای مقایسه، نمونه هایی به روش مرسوم در صنعت و عمل آوری الکترونی خمیر چوب با دزهای پرتو دهی ۵، ۱۰ و ۱۵ kGy تهیه شدند. نمونه های تهیه شده با آزمون های جذب رنگ، انحلال پذیری، طیف سنجی زیر قرمز، میکروسکوپی الکترونی پویشی (SEM)، گرماسنجی پویشی تفاضلی (DSC) و کشش بررسی شدند. نتایج حاصل نشان داد، نمونه عمل آوری شده با دز پرتو دهی ۱۵ kGy بیشترین مقدار انحلال پذیری، همچنین مقدر جذب رطوبت و جذب رنگ را نسبت به سایر نمونه ها داشته است. تصاویر SEM نمونه ها، نمایانگر ساختاری خط دار در وجه طولی بوده که نشان دهنده ساختاری منظم و سطح مقطع برجسته (مضرس) الیاف اند. نتایج آزمون DSC نشان داد، نمونه عمل آوری شده با دز ۱۵ kGy بیشترین آنتالپی تبخیر را داشته که در توافق با نتایج آزمون جذب رطوبت و جذب رنگ است. همچنین، بیشتر بودن دمای تخریب آن نشان دهنده پایداری گرمایی بیشتر این نمونه است. بیشترین مقدار استحکام به نمونه عمل آوری شده با دز ۱۵ kGy مربوط بوده، در حالی که نسبت به روش مرسوم ۱۰٪ کاهش داشته است.

مقدمه

پلیمر شدن نیاز دارد. در این فرایند، از غلظت های زیاد سدیم هیدروکسید و کربن دی سولفید برای شکستن مناطق بلوری و تبدیل سلولوز به مایعی کم ثبات که ویسکوز نام دارد، استفاده می شود.

به دلیل مقرون به صرفه نبودن تهیه الیاف ویسکوز به روش مرسوم صنعتی، تمام الیاف ویسکوز مصرفی در ایران وارداتی هستند. نظر به امکان استفاده از شتاب دهنده های پرتو الکترونی در استان یزد [۵-۱] برای استفاده در فرایند عمل آوری خمیر چوب در فرایند تولید الیاف ویسکوز، هدف از انجام این پژوهش توجه می شود.

استفاده از پرتوهای الکترونی در مرحله پیرسازی

به طور کلی، صنعت تهیه الیاف ویسکوز از بزرگ ترین مصرف کنندگان سلولوز است که در تهیه لباس، پارچه، فرش، تایر، پوشک بچه، بسته بندی مواد غذایی، سنباده و تسمه نقاله به کار گرفته می شود. اما هزینه تولید در این صنعت زیاد بوده و از طرفی به دلیل حجم زیاد مصرف مواد شیمیایی با نقض مقررات زیست محیطی، همراه است [۱، ۲].

فرایند مرسوم صنعتی در تهیه الیاف ویسکوز، شامل کاهش درجه پلیمر شدن زنجیرهای سلولوز در چند مرحله است که در درام های بزرگ دوار انجام می شود و به فضای زیاد و تنظیم های پیچیده ای برای کنترل درجه

کلمات کلیدی

پرتوهای الکترونی، عمل آوری خمیر چوب، درجه پلیمر شدن، الیاف ویسکوز، پیرسازی

ژاپن، برای تعیین دمای تبخیر مقدار آب موجود در نمونه‌ها، آنتالپی تبخیر و دمای تخریب نمونه‌ها استفاده شد. مقدار جذب رنگ نمونه‌های رنگرزی شده با طیف‌نورسنج جذبی UV-Vis مدل Cary-100scan از شرکت آمریکایی - استرالیایی معین شد. دستگاه ایجاد خلأ، مجهز به ارلن با درپوش لاستیکی و پمپ خلأ برای تهیه مایع ویسکوز استفاده شد.

دستگاه تولید لیف به روش ترریسی شامل پمپ تزریق مواد ویسکوز با سرنگ، حمام اسید از جنس شیشه با طول 70 cm و حمام آب با طول 120 cm بود. از آرمیچر برای ساختن نخ پیچ با سرعت تنظیم‌شده استفاده شد که در شکل ۱ نشان داده شده است.

تعیین درجه پلیمرشدن و مقدار α -سلولوز

آزمون تعیین درجه پلیمرشدن روی نمونه‌های خمیر چوب براساس غلظت و نوع موین انجام شد. مقدار α -سلولوز روی نمونه‌های خمیر چوب، براساس استاندارد TAPPI-T2030m-93 و به روش تیتراژ معین شد.

کشش

آزمون کشش با دستگاه تعیین استحکام تک‌لیف براساس استاندارد ملی ۲۷۹۴ ایران انجام شد. تمام نمونه‌ها با نمره ۴/۵ tex و نیروی مشخص شده زیر کشش قرار گرفتند. در این آزمون، از تمام نمونه‌ها ۱۵ رشته انتخاب و با دستگاه زیر کشش قرار گرفتند. آزمون با محدوده بار N ۱، دامنه کشش ۵ mm، سرعت ۵۰ mm/min و فاصله مورد سنجش ۲۰ mm (gauge length) انجام و سپس میانگین نتایج بررسی شد.

انحلال پذیری

در این آزمون، مقدار انحلال‌پذیری هر چهار نمونه در سولفوریک اسید ۶۰٪ در دمای محیط بررسی و زمان انحلال‌پذیری نمونه‌ها در حلال مدنظر مقایسه شد.

جذب رنگزا

این آزمون با استفاده از دستگاه تعیین جذب رنگ با مشخصات گفته شده انجام شد. در این آزمون ابتدا، نمودار معیارگیری رنگ مدنظر با دستگاه رسم شد.



شکل ۱- حمام اسید و حمام آب ساخته شده به همراه نخ پیچ نصب شده در انتهای حمام انعقاد.

است که در اثر آن درجه پلیمرشدن سلولوز کاهش می‌یابد [۸-۶]. بنابراین در مرحله بعدی، برای انحلال ماده عمل‌آوری شده با پرتو به غلظت‌های کمتر محلول قلیایی و کربن دی‌سولفید (CS_2) نیاز است، به این ترتیب که پرتوهای الکترونی باعث آغاز واکنش‌های رادیکالی، شکستن زنجیرهای سلولوز و کاهش درجه پلیمرشدن می‌شوند. بنابراین، عمل‌آوری الکترونی ساختار بلوری سلولوز را در هم ریخته و باعث افزایش نفوذ مواد شیمیایی در این مناطق می‌شود که کاهش مصرف حلال‌های شیمیایی و نیز کاهش زمان تولید محلول ویسکوز را نتیجه می‌دهد [۹-۱۱].

بدیهی است، این موضوع باعث کاهش استفاده از مواد شیمیایی می‌شود که کاهش هزینه‌های مربوط به تصفیه پساب و رفع آلودگی زیست‌محیطی را نیز به دنبال دارد [۱۶-۱۲].

بنابراین در پژوهش حاضر، نمونه‌هایی از خمیر چوب به کمک پرتوهای الکترونی با دزهای پرتودهی ۵، ۱۰ و ۱۵ kGy عمل‌آوری شدند و نیز برای مقایسه، نمونه لیف ویسکوز به روش مرسوم در صنعت تهیه شد.

تجربی

مواد

چهار نمونه خمیر چوب از شرکت صنایع چوب و کاغذ مازندران با نام‌های خمیر الیاف‌بلند سفید Cellmark با شماره $\frac{210874}{900}$ ، خمیر الیاف‌بلند قهوه‌ای، خمیر چوب CMP (chemical mechanical pulping) برای تولید انواع کاغذهای روزنامه، چاپ و تحریر، خمیر چوب NSSC (neutral sulfite semichemical) برای تولید انواع کاغذهای فلوتینگ از شرکت چوب و کاغذ مازندران تهیه شد.

سدیم هیدروکسید ۹۹٪، کربن دی‌سولفید، روی سولفات، سدیم سولفات و سولفوریک اسید از شرکت Merck آلمان تهیه شد.

دستگاه‌ها و آزمون‌ها

دستگاه شتاب‌دهنده پرتو الکترونی برای پرتودهی نمونه‌های آماده شده با دز مدنظر به کار گرفته شد که در مرکز پرتو فرایند یزد انجام شد. این دستگاه شتاب‌دهنده الکترون از نوع رودوترون، با توان ۱۰۰ kW و انرژی ۱۰ MeV است. واحد دز تابش، Gy معادل یک ژول انرژی است که به وسیله یک کیلوگرم از مواد جذب می‌شود.

دستگاه کشش و تعیین استحکام تک‌لیف ساخت شرکت Shirley انگلستان مدل HTE1-10 N با ظرفیت لودسل ۱۰ N، حداقل سرعت ۱ mm/min و فاصله دو فک نگهدارنده رشته حداکثر ۴۰ mm بود.

از طیف‌سنج FTIR مدل Bruker Equinox 55 در محدوده عدد موجی بین $4000-400\text{ cm}^{-1}$ استفاده شد. میکروسکوپ الکترونی پویشی (SEM) نوع VEG3، TESCAN ساخت کشور چک برای مشاهده ساختار سطحی الیاف با وضوح زیاد به کار گرفته شد.

گرماسنج پویشی تفاضلی (DSC-50) ساخت شرکت Shimadzu

جدول ۱- مقدار α -سلولوز و درجه پلیمرشدن (DP) انواع خمیر چوب.

نوع خمیر چوب	الیاف بلند سفید	الیاف بلند قهوه‌ای	NSSC	CMP
α - سلولوز (%)	۹۸	۹۵	۸۵	۸۰
DP	۱۰۲۰	۱۰۰۰	۸۵۰	۸۲۰

پس از تعیین مقدار جذب رنگ به‌دست آمده در بیشینه طول موج، مقدار جذب رنگ در پساب رنگ‌رزی شده و پساب شست‌وشو با دستگاه خوانده شد. براساس معادله (۱) مقدار جذب رنگ به‌دست آمده از پساب‌های رنگ‌رزی و پساب‌های شست‌وشو، مقدار درصد رمق‌کشی الیاف محاسبه شد [۱۷]:

$$(1) \quad \text{درصد رمق‌کشی} = (A - (B+C)) / A \times 100$$

در این معادله A مقدار رنگ مصرفی، B مقدار رنگ موجود در پساب رنگ‌رزی و C مقدار رنگ موجود در پساب شست‌وشو است.

میکروسکوپی الکترونی پویشی (SEM)

آزمون SEM برای مشاهده ساختار سطحی الیاف استفاده شد. ابتدا سطح نمونه‌ها با دستگاه پوشش‌دهنده طلا، پوشش‌دهی و سپس با میکروسکوپ الکترونی پویشی با بزرگ‌نمایی $20 \mu\text{m}$ و وضوح 1300 و 3000 بررسی شد.

گرماسنجی پویشی تفاضلی (DSC)

آزمون DSC با دستگاه Shimadzu DSC-50 برای تعیین مقدار آنتالپی تبخیر و دمای تخریب نمونه‌ها با سرعت افزایش دما $10^\circ\text{C}/\text{min}$ و سرعت جریان گاز نیتروژن $20 \text{ mL}/\text{min}$ انجام و سپس نمودار تغییرات آنتالپی براساس دما ارزیابی شد.

جذب رطوبت

برای بررسی جذب رطوبت ابتدا مقدار مشخصی از طول نمونه‌ها انتخاب شده و سپس به‌مدت 15 min در آب 25°C قرار داده شدند و مقدار جذب رطوبت آنها بررسی شد.

طیف‌سنجی زیرقرمز تبدیل فوریه (FTIR)

برای بررسی مقدار و وجود عواملی چون OH از این آزمون استفاده شد.

جدول ۲- درجه پلیمرشدن و زمان ژل شدن نمونه‌های عمل آوری شده با پرتوی الکترونی.

مقدار دز پرتو دهی (kGy)	درجه پلیمرشدن	زمان ژل شدن (min)
۰	۵۵۰	۵۰
۵	۷۹۰	۵۵
۱۰	۶۹۸	۴۵
۱۵	۶۱۰	۳۰

جدول ۳- مقدار جذب رطوبت نمونه‌های پرتو دهی شده و تهیه شده به روش مرسوم.

مقدار دز پرتو دهی (kGy)	جذب رطوبت (%)
۰	۱۰
۵	۱۲
۱۰	۱۴
۱۵	۱۶

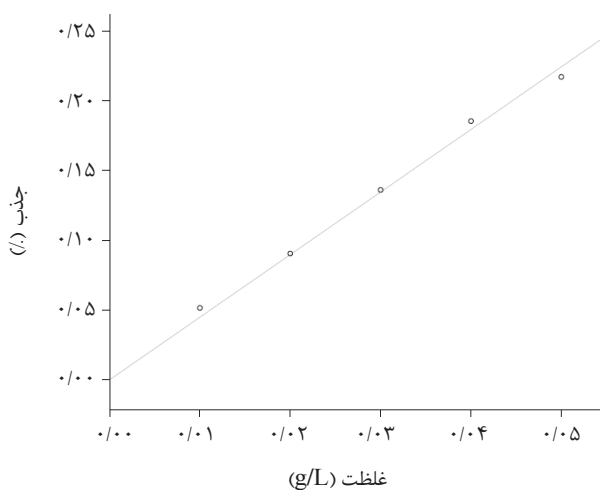
بنابراین نمونه الیاف تولید شده به شکل پودر درآمده و با دستگاه FTIR در معرض تابش زیرقرمز قرار گرفت.

روش‌ها

در مرحله اول، برای انتخاب نمونه با بیشترین مقدار α -سلولوز و نیز تعیین درجه پلیمرشدن، آزمون‌های مدنظر روی چهار نوع خمیر چوب تهیه شده انجام گرفت که نتایج آن در جدول ۱ آمده است. مطابق نتایج به‌دست آمده، خمیر چوب الیاف بلند سفید به دلیل داشتن بیشترین مقدار α -سلولوز و حداقل ناخالصی برای ادامه آزمون‌ها انتخاب شدند. در مرحله بعد، نمونه‌های خمیر چوب انتخاب شده با دستگاه تابش پرتو الکترونی با دزهای ۵، ۱۰ و 15 kGy در معرض تابش قرار داده شدند. سپس، مقدار درجه پلیمرشدن آنها اندازه‌گیری شد که نتایج در جدول ۲ آمده است.

با عمل آوری الکترونی درجه پلیمرشدن سلولوز کاهش می‌یابد و بنابراین مرحله پیرسازی در فرایند ویسکوز به روش مرسوم در صنعت حذف می‌شود. مرحله پیرسازی در روش مرسوم مرحله‌ای است که در آن خمیر چوب در محلول قلیایی 18% سدیم هیدروکسید حل شده و سپس زیر فشار قرار داده می‌شود، به‌طوری که وزن سودا سلولوز باقی‌مانده نسبت به ورقه‌های خشک خمیر چوب ۳ برابر باشد.

در مرحله بعد برای کاهش درجه پلیمرشدن زنجیرهای سلولوز، سودا سلولوز در دمای 24°C به‌مدت 24 h درون ظرفی در بسته از جنس فولاد قرار داده شد. پس از آماده‌سازی و رسیدن درجه پلیمرشدن



شکل ۲- منحنی معیارگیری جذب رنگ مصرفی.

جدول ۵- زمان انحلال نمونه‌های تولید شده.

مقدار دز پرتو دهی (kGy)	زمان حل شدن (min)
۰	۲۰
۵	۱۵
۱۰	۱۴
۱۵	۱۳

عمل آوری با پرتو دهی با دز ۱۵ kGy بیشتر از دو نمونه عمل آوری شده با دزهای ۵ و ۱۰ kGy بود. افزون بر این، هر سه نمونه نسبت به نمونه تهیه شده به روش مرسوم مقدار جذب رطوبت بیشتری دارند.

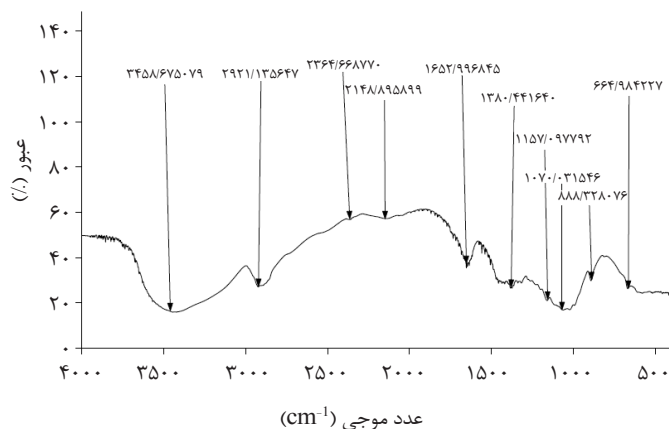
مقدار جذب رنگ

رنگرزی چهار نمونه عمل آوری شده با پرتو و نمونه تهیه شده به روش مرسوم با استفاده از رنگزای مستقیم قرمز با نام تجاری Solophenyl Red BGR و غلظت ۱ g/L انجام شد که نتایج آن در شکل‌های ۲ و ۳ و جدول ۴ آمده است. نتایج نشان می‌دهد، نمونه‌های عمل آوری شده با پرتو نسبت به روش مرسوم مقدار جذب رنگ بهتری داشته‌اند.

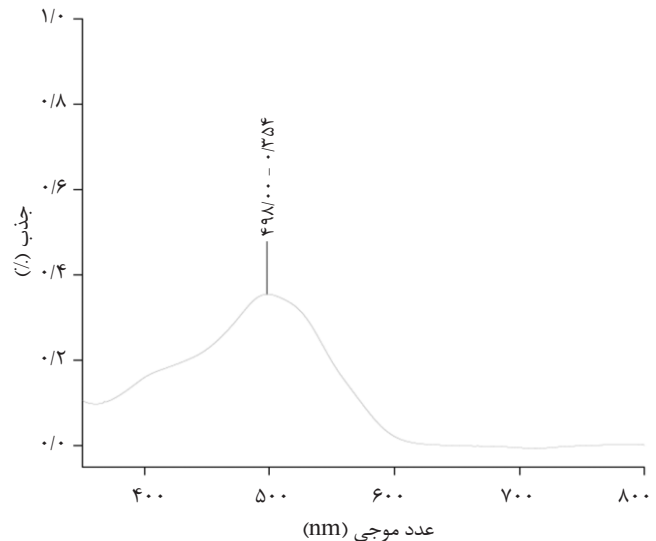
بیشترین مقدار جذب رنگ مربوط به نمونه عمل آوری شده با پرتو با دز ۱۵ kGy بود که در مقایسه با روش مرسوم نیز درصد جذب رنگ بیشتری داشته است. این نتایج در توافق با نتایج به دست آمده از آزمون جذب رطوبت است.

انحلال پذیری

مقدار انحلال پذیری هر چهار نمونه در سولفوریک اسید ۶۰٪ در دمای محیط بررسی و مشاهده شد، نمونه عمل آوری شده با پرتو با دز ۱۵ kGy بیشترین مقدار انحلال پذیری را دارد و در زمان کمتری حل می‌شود (جدول ۵). دلیل آن را می‌توان به هم‌ریختگی ساختار بلوری نمونه عمل آوری شده با مقدار دز بیشتر ۱۵ kGy نسبت داد که دارای مناطق بی‌شکل بیشتری در مقایسه با سایر نمونه‌هاست.



شکل ۴- طیف FTIR نمونه تهیه شده به روش مرسوم.



شکل ۳- منحنی جذب رنگ بر اساس طول موج.

سلولوز به ۴۰۰، ماده حاصل در محلول قلیایی ۱٪ و سپس در خلأ در محلول کربن دی‌سولفید ۱۰٪، حل شد. ماده حاصل شده گزانتات سلولوز سدیم بوده که زمان ژل شدن آن در جدول ۲ آمده است. سپس، این ماده در محلول قلیایی رقیق حل شد که محلول نارنجی رنگ گزانتات سلولوز سدیم با غلظت مدنظر تهیه شد. بدین ترتیب محلول حاصل که ویسکوز نام دارد، با دستگاه ساخته شده آماده ریسندگی به روش تریبسی شد. مایع ویسکوز ابتدا با پمپی که به سرنگ متصل بود به درون حمام، تزریق و سپس رشته تولید شده از حمام که حاوی درصدهای مشخصی از سولفوریک اسید (۱۰٪)، روی سولفات (۱٪)، سدیم سولفات (۱۸٪) و آب (۶۹٪) بود، عبور داده شده تا سلولوز جامد منعقد و پس از عبور از بین غلتک‌ها و اعمال کشش مدنظر به دور نخ‌پیچ پیچیده شود.

نتایج و بحث

مقدار جذب رطوبت

مقدار جذب رطوبت نمونه‌های لیف تولید شده در جدول ۳ آمده است. مشاهده می‌شود، مقدار جذب رطوبت نمونه تهیه شده به روش

جدول ۴- مقدار جذب رنگ در پساب رنگرزی و شست‌وشو و مقدار درصد رمق‌کشی (۱) نمونه تهیه شده به روش مرسوم و ۲، ۳ و ۴ به ترتیب نمونه‌های عمل آوری شده با دز ۵، ۱۰ و ۱۵ kGy.

مقدار رمق‌کشی (%)	مقدار جذب رنگ (abc)		طول موج (nm)	نمونه‌ها
	پساب شست‌وشو	پساب رنگرزی		
۹۳/۰۹	۰/۰۱۸۹	۰/۲۹۱۴	۴۹۸	۱
۹۵/۰۱	۰/۰۳۱۹	۰/۱۹۲۳	۴۹۸	۲
۹۵/۵۸	۰/۰۲۰۰	۰/۱۷۹۱	۴۹۸	۳
۹۵/۷۷	۰/۰۲۰۱	۰/۱۷۰۵	۴۹۸	۴

جدول ۶- نتایج آزمون کشش نمونه‌ها (۱، ۲، ۳ و ۴ به ترتیب نمونه‌های پرتو دهی شده با ۰، ۵، ۱۰ و ۱۵ kGy هستند).

نمونه‌ها	چگالی خطی (tex)	استحکام (N/tex)	تغییر طول (%)	نیروی پارگی (N)	بیشینه تغییر طول (%)	بیشینه نیرو (N)
۱	۴/۵	۰/۱۴۰۲	۲/۷۰۵	۰/۵۹۷	۲/۶۸۹	۰/۶۳۱
۲	۴/۵	۰/۰۴۳۵	۲/۳۷۶	۰/۱۹۵۴	۲/۳۶۳	۰/۱۹۵۶
۳	۴/۵	۰/۱۱۰۹	۳/۴۲۷	۰/۴۷۸۱	۳/۴۰۳	۰/۴۹۹۱
۴	۴/۵	۰/۱۲۴۶	۴/۹۰۰	۰/۵۵۹	۴/۸۴۷	۰/۵۶۱

همان گونه که مشاهده می‌شود، وجه طولی تمام نمونه‌های لیف تهیه شده به شکل سیلندر خطدار و از طرف دیگر حاکی از برجسته بودن (مضرس بودن) مقطع الیاف است. این نوع سطح مقطع نسبت به حالت دایره‌ای جذب رنگ بهتری را می‌تواند ایجاد کند که در توافق با نتایج به دست آمده از جذب رنگ است.

شایان ذکر است در جهت کشش الیاف (طولی)، هر چه مقدار آرایش یافتگی الیاف بیشتر باشد، لیف دارای ظرافت بیشتر و کیفیت بهتر بوده و برجسته بودن الیاف (به شرایط راسب شدن در حمام انعقاد اسیدی و شرایط ریسندگی بستگی دارد) به مقدار درصد مواد موجود در حمام اسید، دمای حمام، مقدار کشش در حمام اسید و حمام آب و زمان غوطه‌ور ماندن در آب گرم وابسته است.

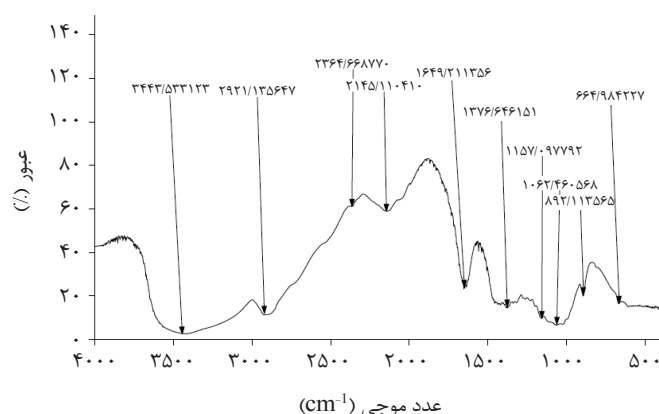
خواص کششی

برای بررسی مقدار اثر پرتوهای الکترونی، خواص کششی چهار نمونه الیاف تهیه شده اندازه‌گیری شد (جدول ۶). همان طور که مشاهده می‌شود، نمونه عمل آوری شده با دز ۱۵ kGy نسبت به سایر نمونه‌های عمل آوری شده با پرتو بهترین استحکام را دارد و اما تقریباً ۱۰٪ نسبت به نمونه‌ای که به روش مرسوم تولید شده کاهش استحکام را نشان می‌دهد. در حالی که بیشینه درصد ازدیاد طول و ازدیاد طول تا پارگی در سه نمونه عمل آوری شده با پرتو، مربوط به نمونه با دز ۱۵ kGy است که در مقایسه با نمونه تولید شده به روش مرسوم صنعتی بهبود قابل توجهی داشته است.

همچنین، بیشترین مقدار نیرو در نقطه پارگی سه نمونه عمل آوری شده با پرتو نیز مربوط به نمونه عمل آوری شده با دز ۱۵ kGy است که در مقایسه با روش معمول صنعتی تغییر محسوس نکرده است. بنابراین، کاهش ساختار بلوری در اثر استفاده از پرتوهای الکترونی به

جدول ۷- مقایسه مقدار تبخیر آب نمونه‌های تولید شده.

مقدار دز پرتو دهی (kGy)	Td (°C)	ΔH_v (kJ/kg)
۰	۲۵۶	۱۷۶/۴۲
۵	۲۵۰	۶۷/۲۹
۱۰	۲۵۳	۱۲۴/۵۲
۱۵	۲۶۰/۲۹	۱۸۱/۴



شکل ۵- طیف FTIR نمونه پرتو دهی شده با دز ۱۵ kGy.

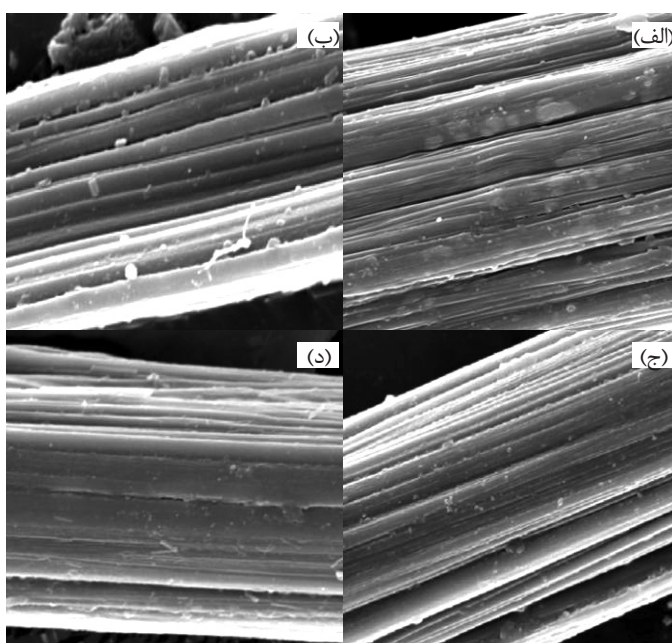
بررسی طیف FTIR

برای بررسی وجود و مقدار عوامل آبدوست روی زنجیرهای سلولوزی از دو نمونه تولید شده به روش مرسوم و عمل آوری شده با پرتو با دز ۱۵ kGy طیف FTIR گرفته شد (شکل‌های ۴ و ۵).

به طور کلی، پیک‌های مشاهده شده در محدوده طول موج 3200 cm^{-1} تا 3600 cm^{-1} مربوط به وجود انواع OH روی زنجیرهای سلولوز بوده که در طیف مربوط به نمونه عمل آوری شده با پرتو دارای پهنا و شدت بیشتری است و با نتایج به دست آمده از آزمون‌های جذب رطوبت و رنگ مطابقت دارد.

تصاویر SEM

برای مشاهده ساختار سطحی الیاف تولید شده، تصاویر SEM از نمونه‌ها تهیه شد که در شکل ۶-الف تا ۶-د نشان داده شده است.



شکل ۶- تصاویر SEM با بزرگ‌نمایی $3000 \times$ و مقیاس $20 \mu\text{m}$: (الف) نمونه تولید شده به روش مرسوم و نمونه عمل آوری شده با پرتو الکترونی با دز (ب) ۵ kGy، (ج) ۱۰ kGy و (د) ۱۵ kGy.

شده به روش مرسوم صنعتی نشان داد، نمونه‌های عمل‌آوری شده با پرتوهای الکترونی دارای جذب رنگ و رطوبت بیشتری نسبت به نمونه تهیه شده به روش مرسوم‌اند. نمونه عمل‌آوری شده با پرتو با دز kGy ۱۵ بیشترین مقدار جذب رنگ و رطوبت را دارد. همچنین مشاهده شد، هر چه مقدار رنگ‌پذیری و جذب رطوبت نمونه بیشتر باشد، مقدار انحلال‌پذیری آن نیز بیشتر است که دلیل آن را می‌توان به کاهش ساختار بلوری سلولوز نسبت داد.

آزمون FTIR، وجود و افزایش عوامل OH را روی زنجیرهای سلولوز نمونه عمل‌آوری شده با پرتو الکترونی نسبت به نمونه تهیه شده به روش مرسوم نشان داد که نمایانگر مقدار آبدوستی الیاف ویسکوز در نمونه عمل‌آوری شده با پرتو الکترونی با دز ۱۵ kGy است. تصاویر SEM ساختار سطحی الیاف نشان داد، تمام نمونه‌ها در وجه طولی دارای ساختاری خط‌دار بوده که حاکی از ساختار مضرس سطح مقطع الیاف است و می‌تواند بر مقدار جذب رطوبت و جذب رنگ الیاف اثر زیادی داشته باشد. طبق آزمون کشش بیشترین استحکام مربوط به نمونه عمل‌آوری شده با پرتو با دز ۱۵ kGy نسبت به سایر نمونه‌های عمل‌آوری شده با پرتو است. اما استحکام آن در مقایسه با نمونه تهیه شده به روش مرسوم ۱۰٪ کاهش داشته است. نتایج به‌دست آمده از آزمون گرمایی نشان داد، نمونه پرتو‌دهی شده با دز ۱۵ kGy بیشترین آنتالپی تبخیر را دارد که بیانگر این است، پرتو‌دهی الکترونی ساختار بلوری سلولوز را در هم ریخته و باعث افزایش نفوذ آب در این مناطق و در نتیجه افزایش آنتالپی تبخیر شده است.

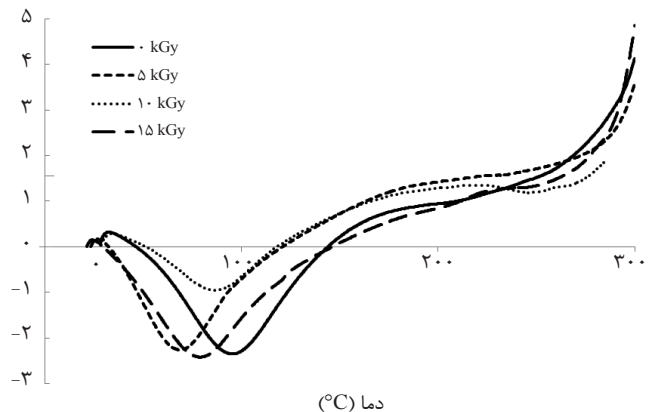
صنعت تولید الیاف ویسکوز به روش مرسوم دارای مشکلاتی از جمله، اقتصادی نبودن صنعت تولید الیاف به دلیل حجم زیاد استفاده از مواد شیمیایی گران‌قیمت و کنترل دشوار فرایند تولید به‌ویژه در مرحله کنترل درجه پلیمر شدن است. از طرف دیگر، مشکلات زیست‌محیطی به دلیل مصرف مواد شیمیایی سمی باعث محدودیت در تولید الیاف شده است. بنابراین ویسکوز مصرفی در ایران به‌طور کامل وارداتی است. نظر به وجود مناطق غنی از سلولوز و فناوری پرتو‌دهی با پرتوهای الکترونی در ایران، استفاده از روش ارائه شده در این پژوهش، افزون بر کاهش فضای کارخانه برای تهیه الیاف ویسکوز، کنترل آسان‌تر درجه پلیمر شدن، کاهش هزینه‌های کارگری و مواد شیمیایی مصرفی، کاهش مشکلات زیست‌محیطی و تسهیل فرایند ریسندگی الیاف را نیز در پی دارد.

قدردانی

از زحمات و مشاوره‌های بی‌شائبه دکتر سید اصفهانی در روند کار و نیز از پارک علم و فناوری یزد به سبب پذیرش طرح و خدمات مالی سپاسگزاری می‌شود.

مراجع

1. Berejka A.J., Advances in self-shielded accelerators, emerging applications of radiation processing, IAEA, 46,



شکل ۷- دمانگاشت DSC نمونه‌های تهیه شده به روش عمل‌آوری الکترونی و روش مرسوم.

مقداری نیست که باعث کاهش خواص کششی لیف به‌دست آمده شود.

آزمون گرمایی

به‌طور کلی، هر چه مقدار آب موجود در نمونه بیشتر باشد، آنتالپی تبخیر بیشتر می‌شود. از طرف دیگر، پیک تبخیر آب موجود در الیاف سلولوزی به دو بخش تقسیم می‌شود که در محدوده دمایی ۱۲۰-۶۰°C قرار دارد. پیک تبخیر در دماهای بیشتر به تغییرات ساختاری زنجیرهای بی‌شکل سلولوز با جذب پیوندهای آبدوست ارتباط دارد. عواملی مانند مقدار آب، سرعت افزایش دما و سرعت جریان گاز روی تبخیر آب اثرگذارند [۱۸]. در این آزمون، سرعت افزایش دما و سرعت جریان گاز در تمام نمونه‌ها یکسان در نظر گرفته شده‌اند، بنابراین فقط مقدار آب موجود در نمونه‌ها می‌تواند اثرگذار باشد.

نتایج آنتالپی تبخیر نمونه‌ها در جدول ۷ حاکی از آن است که نمونه پرتو‌دهی شده با دز ۱۵ kGy بیشترین آنتالپی تبخیر، در نتیجه بیشترین مقدار آب محبوس شده و بیشترین مقدار دمای تخریب را داشته است. دلیل این تفاوت را می‌توان به درهم‌ریختگی ساختار بلوری سلولوز به واسطه پرتوی الکترونی نسبت داد که باعث افزایش نفوذ آب در این مناطق و در نتیجه افزایش آنتالپی تبخیر شده است. دمانگاشت DSC تمام نمونه‌ها در شکل ۷ نشان داده شده است.

نتیجه‌گیری

نتایج به‌دست آمده از آزمون‌های انجام شده روی سه نمونه عمل‌آوری شده با پرتوهای الکترونی با دزهای ۵، ۱۰ و ۱۵ kGy و نمونه تهیه

9-72, 2004.

2. Datta K., Tapan K., Chaki, and Bhowmick A.K., Electron

- beams processing of polymers, *Adv. Polym. Proc. Operation.*, 157-186, 1997.
3. Mehnert R., Electron beams in research and technology, *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res.*, 105, 348-358, 1995.
 4. Cleland M.R., Parks L.A., and Cheng S., Applications for radiation processing of materials, *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res.*, 208, 66-73, 2003.
 5. Ramamurthi S.S., Bapna S.C., and Soni H.C., Seminar on Industrial applications of electron accelerator, Bhabha Atomic Research Center, Bombay, 2-58, 1988.
 6. Poggisaal T. and Hidasi G., Method for viscose production, *US Pat. 6392033*, 404, 2002.
 7. Bywater N., The Global viscose fiber industry in the 21ST century first 10 years, *Lenzing Berichte*, 89, 22 -29, 2011.
 8. Berejka A.J., Radiation response of industrial materials: Dose-rate and morphology implications, *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res.*, 261, 86-89, 2007.
 9. Clelend M.R., Medium and high-energy electron beam radiation processing equipment for commercial applications, *Radiat. Phys. Chem.*, 208, 74-89, 2003.
 10. Stepanik T.M., Saunders C.B., Lopata V.J, Barnard J.W, and Ewing D.E., Electron beam tecnology: Turning the corner towards sustainable industrial application, *Radiat. Phys. Chem.*, 75, 5-9, 1999.
 11. Rajagopal S. and Stepanik T., Status of electron processing technology for the viscose industry, *Lenzing*, 79, 37-41, 1997.
 12. Stepanik T.M., Ewing D., and Whitehouse R., Electron processing: Applications in the viscose industry, *Radiat. Phys. Chem.*, 52, 505-509, 1998.
 13. Stepanik T.M., Ewing D., and Whitehouse R., Electron treatment of wood pulp for the viscose process, *Radiat. Phys. Chem.*, 57, 377-379, 2000.
 14. Berejka A.J., Irradiation processing in the 90's: Energy savings and environmental benefits, *Radiat. Phys. Chem.*, 46, 429-437, 1995.
 15. Iller E., Kukiełka A., Stupińska H., and Mikołajczyk W., Electron-beam stimulation of the reactivity of cellulose pulps for production of derivatives, *Radiat. Phys. Chem.*, 63, 253-257, 2002.
 16. Jaakko E. and Laine E.H., experimental evaluation of electron beam irradiation and ultrafiltration in the manufacture of viscose fibers, *Lenzing*, 62, 54-57, 1987.
 17. Khosravi A., Synthetic fibers and cellulose fiber dyeing, Amirkabir Industrial Unit University Jahad, Tehran, 35-40, 2009.
 18. Hatakeyama T., Nakamura K., and Hatakeyama H., Vaporization of bound water associated with cellulose, *J. Polym. Sci.*, 352-353, 233-239, 2000.

Preparation of Viscose Fibers by Treatment of Wood Pulp Using Electron Beam Irradiation

S. Karimi^{1,2}, M. Tavakoli Ardakani^{3,*}, and M. Mirjalili⁴

(1) Yazd Science and Research Branch, Islamic Azad University, Department of Polymer Engineering, P.O. Box: 14515-775, Yazd, Iran

(2) Science and Technology Park, P.O. Box: 8917697998, Yazd, Iran

(3) Department of Chemical Engineering and Polymer, Faculty of Engineering, Yazd University, P.O. Box: 74189195, Yazd, Iran

(4) Yazd Branch of Islamic Azad University, Department of Textile Engineering, P.O. Box: 19585-446, Yazd, Iran

Received 29 January 2014; Accepted 25 May 2014

Abstract

The conventional process for the production of viscose fibers in reducing the degree of polymerization of cellulose in the stage of ageing is to use alkaline solution of caustic soda and high concentrations of carbon disulfide over a long period of time. In this study, attempts have been made to treat wood pulp by electron beam irradiation so to reduce the degree of polymerization of cellulose. In such cases, the irradiated material may be dissolved in lower alkaline and carbon disulfide concentrations. Thus, treatment by electron irradiation may shorten the manufacturing process, more control on the degree of polymerization and a significant reduction in the consumption of chemicals and at the end to reduce environmental pollution. For comparison, the samples were prepared by conventional processing methods practiced in industry and electron beam treatment with irradiation dose of 5, 10 and 15 kGy. The prepared samples were characterized by water and dye absorption tests, solubility tests, Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy, scanning electron microscopy (SEM), differential scanning calorimeter (DSC) and tensile properties. The results indicated that, an irradiated sample with 15 kGy dose exhibits maximum solubility, moisture and dye uptake. SEM results indicated a striated structure in the longitudinal and regular structural fibers and ridged cross sections. The results of DSC indicated the highest enthalpy of vaporization in the irradiated sample with 15 kGy dose that was in agreement with the results of water and dye absorptions. A high degradation temperature of the irradiated sample with 15 kGy dose revealed its high thermal stability. However, the irradiated sample with 15 kGy dose displayed maximum tensile strength but a decrease in 10% compared to a sample prepared by conventional process.

Keywords

electron beams,
wood pulp treatment,
degree of polymerization,
viscose fibers,
ageing

(*) Address Correspondence to M. Tavakoli Ardakani, Email: mtavakoli@yazd.ac.ir