

doi:10.3969/j.issn.1001-3539.2014.10.012

熔体静电纺热压 PET 复合过滤材料的制备工艺研究^{*}

李 莘,徐 阳,宋明玉

(江南大学生态纺织教育部重点实验室,江苏无锡 214122)

摘要:采用热压技术将熔体静电纺纤维与传统非织造织物在线复合,制备熔体静电纺热压复合过滤材料,探讨热压压力、热压温度和收集速度对复合过滤材料过滤性能、剥离强力与断裂强力的影响。结果表明,熔体静电纺纤维经热压后良好贴附在非织造基材表层;随着热压压力的增加,复合过滤材料的过滤性能得到一定提高,剥离强力随之增大,断裂强力先增大后急剧减小;热压温度对复合过滤材料的过滤性能影响不大,但对其力学性能有较大影响,复合过滤材料的剥离强力和断裂强力随着热压温度的增加而增大;随着收集速度的减小,复合过滤材料的过滤效率、剥离强力和断裂强力均有所提高。

关键词:熔体静电纺;热压复合;复合过滤材料;过滤性能;力学性能

中图分类号: TB332 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3539(2014)10-0051-04

Preparation Technology of Melt Electrospinning Hot Pressing PET Composite Filter Material

Li Shen, Xu Yang, Song Mingyu

(Key Laboratory of Eco-textiles, Ministry of Education, Jiangnan University, Wuxi 214122, China)

Abstract : Melt electrospinning fibers were online composited with conventional nonwoven fabric by hot pressing, then melt electrospinning hot pressing composite filter material was prepared. The influences of hot pressing pressure, temperature and collection speed on filtration performance, peel strength and fracture strength of melt electrospinning hot pressing composite filter material were explored. Results show that, after hot pressing melt, electrospinning fibers are attached to the surface of nonwoven substrate. With the increase of hot pressure, the filtration performance of composite filter is improved, peel strength increases, fracture strength increases first and then decreases. Hot pressing temperature has little effect on the filtration performance of composite filter, but has a greater influence on the mechanical properties. The higher hot pressing temperature, the greater peel strength and fracture strength. With the decrease of collection speed, the filtration efficiency, peel strength and fracture strength of the composite filter are improved.

Keywords : melt electrospinning ; hot pressing compounding ; composite filter material ; filtration performance ; mechanical property

随着 PM10 和 PM2.5 概念的相继提出,人们对空气洁净度的要求越来越高,要达到良好的空气洁净度,就需要性能优越的空气过滤材料。纤维过滤材料以其较大孔隙率、一定的强度以及较低的价格,在过滤材料中占据主导地位,应用最为广泛,但普通的纤维过滤材料对亚微米粒子过滤效果不理想^[1]。而静电纺丝纤维凭借其高表面活性、极大的比表面积和表面特性等优点,对亚微米粒具有非常高的过滤效率^[2-3],且过滤阻力小,但通常其在强度上有所缺陷。将静电纺纤维与传统非织造材料复合,制成新型的过滤材料^[4-5],已成为空气过滤方面的研究热点^[6]。

笔者将被认为更经济、环保、安全的熔体静电纺技术^[7-8]与热压技术相结合,在线复合熔体静电

纺聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 纤维与非织造基材,制备熔体静电纺热压复合过滤材料(以下简称复合滤材)。主要探讨热压压力、热压温度和收集速度等工艺参数对复合滤材过滤效率与过滤阻力、剥离强力与断裂强力的影响。

1 实验部分

1.1 原材料

PET 母料:熔体流动速率为 23.46 g/10 min(温度 265℃,负荷 2.16 kg),龙口华大塑业有限公司;
PET 非织造基材:40 g/m²,江阴海月纺织有限

^{*} 国家高技术研究发展计划(863)项目(2012AA030313),2012 江苏科技支持计划(工业)项目(SBE201201094)

联系人:徐阳,副教授,博士,主要研究方向为功能纺织材料

收稿日期:2014-07-25

公司。

1.2 主要仪器及设备

熔体静电纺热压复合装置: 结构如图 1 所示, 自制;

扫描电子显微镜 (SEM): SU-1510 型, 日本日立公司;

离子溅射仪: E-1010 型, 日本日立公司;

滤料综合性能测试台: LZC-H 型, 苏州华仪仪器设备有限公司;

激光尘埃粒子计数器: BCJ-1 系列, 苏州华仪仪器设备有限公司;

电子织物强力机: YG026C 型, 常州第二纺织机械有限公司;

织物厚度测试仪: YG141G 型, 常州第二纺织机械有限公司;

微机控制电子万能试验机: KD II -0.05 型, 深圳凯强利试验仪器有限公司。

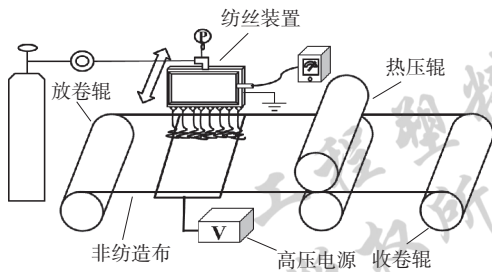


图 1 熔体静电纺热压复合装置示意图

1.3 复合滤材的制备

采用实验室熔体静电纺热压复合装置, 将 PET 母料放置在纺丝装置内, 加热至熔融状态, 纺丝装置上方由气泵加压, 实验过程中高压电源正极接在接收板上, 接收板放置于非织造基材下方, 负极接地, 熔体静电纺纤维直接纺在非织造基材上, 再经热压辊热压制成复合滤材, 被收卷辊收集。纺丝条件: 熔体温度 265℃, 纺丝电压 38 kV, 纺丝距离 7.5 cm, 气压推动 4 kPa, 喷丝孔直径 0.4 mm。通过改变热压压力、热压温度和收集速度得到不同工艺下制备的熔体静电纺热压复合滤材。

1.4 性能测试

采用 SEM 对制备的复合滤材形貌进行表征分析, 扫描前样品表面经离子溅射仪喷金处理。

采用滤料综合性能测试台和激光尘埃粒子计数器测试各样品的过滤效率和过滤阻力, 测试气体流量为 32 L/min, 滤速为 5.33 cm/s。

剥离强力测试参考 GB 8808-1988 进行, 试样

规格 40 mm×10 mm, 夹持隔距 20 mm, 剥离速度 30 mm/min, 试验前沿试样长度方向拨开 20 mm, 进行 T 型剥离。

断裂强力测试参考 FZ/T 60005-2011 进行, 试样规格 200 mm×50 mm, 夹持距离 100 mm, 拉伸速度 100 mm/min, 预加张力 2 N。

2 结果与讨论

2.1 热压压力的影响

在热压温度为室温, 收集速度为 50 cm/min 的工艺下, 不同压力下制备的复合滤材的过滤性能如表 1 所示, 热压压力与复合滤材厚度的关系如图 2 所示, 加压前后复合滤材的截面如图 3 所示, 力学性能如图 4 所示。

表 1 不同热压压力下复合滤材的过滤性能

热压压力 / MPa	对不同粒径粒子过滤效率 / %					过滤阻力 / Pa
	≥ 0.5 μm	≥ 1 μm	≥ 2 μm	≥ 5 μm	≥ 10 μm	
0	12.25	22.00	49.22	58.35	63.98	5.33
0.1	12.29	22.29	51.03	64.83	75.59	7.50
0.2	12.39	22.27	51.80	65.99	76.69	9.00
0.3	12.43	22.47	52.31	66.23	79.17	11.00
0.4	12.61	22.71	52.66	67.15	80.38	12.33
0.5	12.88	22.81	55.78	70.51	82.18	13.67
0.6	12.97	23.32	56.23	71.20	82.74	14.00

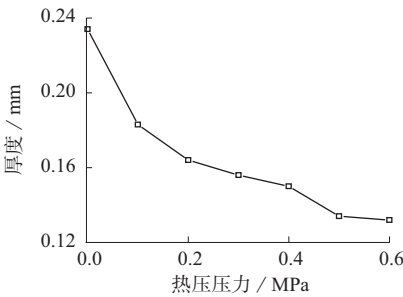
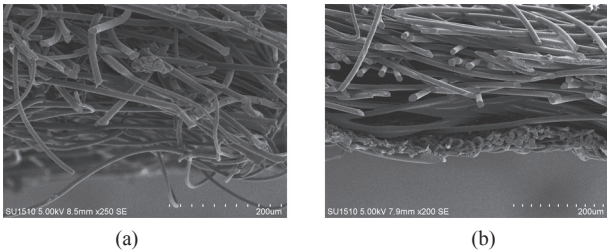


图 2 热压压力与复合滤材厚度的关系



a—热压前; b—热压后

图 3 复合滤材加压前后截面 SEM 照片

从表 1 可以清楚地看出, 热压压力增加后, 对不同粒径粒子的过滤效率都有所提高, 特别对于大粒径粒子, 效果更为明显, 经 0.6 MPa 的压力复合后, 对粒径为 10 μm 粒子的过滤效率由原样 63.98% 提高到了 82.74%; 但对小粒径粒子的过滤效率提高不是很明显。而且随着热压压力的增加, 过滤阻

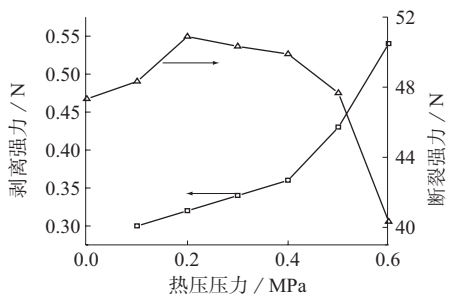


图4 热压压力对复合滤材力学性能的影响

力也随之增加,由原来的 5.33 Pa 提高到 14 Pa。过滤材料的基本结构对其过滤效果起着决定性作用^[9]。热压压力对复合滤材的厚度有着很大影响,如图 2 所示,随着压力的增加,滤材厚度减小,内部结构更加紧密。由复合滤材热压前后截面 SEM 照片也可以看出,热压前熔体静电纺纤维很蓬松地沉积在非织造基材表面,加压后熔体静电纺纤维在基材表面形成了一层致密的薄膜。复合滤材经过热压后,纤维之间的空隙变得很小,单位体积内纤维变多,纤维层叠交织更加密集,增加了滤材的孔隙率,减小了孔径,致使过滤效率提高,过滤阻力增大。

当热压压力增大时,复合滤材的剥离强力随之增大,断裂强力先增大后急剧减小。随着热压压力的增大,复合滤材厚度变小,熔体静电纺纤维与非织造基材之间的交织与勾连增多,两种材料复合更加紧密,故剥离强力有所增加。复合滤材断裂强力的增加是由于压力增大后熔体静电纺纤维与非织造基材复合更加紧密,少量增加断裂强力,而且热压压力增加使基材内部纤维交织更加紧密,增加了纤维间的摩擦,导致复合滤材断裂强力最终增大。但如果压力过大,会使基材内部结构破坏,甚至纤维脆化断裂,致使断裂强力降低。

2.2 热压温度的影响

在热压压力 0.1 MPa,收集速度为 50 cm/min 的工艺下,不同温度下制备的复合滤材的过滤性能如表 2 所示,力学性能如图 5 所示,复合滤材热压后表面形貌 SEM 照片如图 6 所示。

表 2 不同热压温度复合滤材的过滤性能

热压温度 / °C	对不同粒径粒子过滤效率 / %					过滤阻力 / Pa
	≥ 0.5 μm	≥ 1 μm	≥ 2 μm	≥ 5 μm	≥ 10 μm	
30	12.57	21.77	51.91	66.11	78.53	10.50
50	12.31	21.12	51.02	65.38	78.58	11.00
70	12.71	22.02	53.28	67.85	80.33	10.67
90	12.52	21.65	53.04	67.20	79.20	11.00
110	12.36	21.58	52.67	67.57	78.87	11.17

由表 2 可知,热压温度对复合滤材的过滤性能

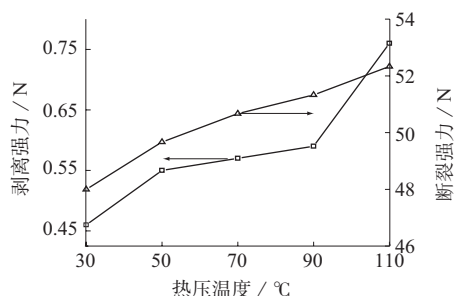


图5 热压温度对复合滤材力学性能的影响

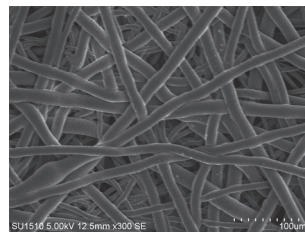


图6 热压后复合滤材表面形貌 SEM 照片

并没有显著影响,不同热压温度下滤材的过滤效率与过滤阻力相差无几。主要是因为 PET 的熔点在 255℃左右,在相同的压力下,热压温度低于其熔点时,不同热压温度对复合滤材空隙结构产生的影响不大,所以热压温度对过滤性能的影响并不明显。

由图 5 可看出,热压温度对复合滤材的力学性能有着显著影响。复合滤材的剥离强度和断裂强度均随着热压温度的增加而增大。热压温度升高时,会加剧材料大分子链运动能力,尤其是当温度高于 PET 的玻璃化转变温度 70℃时,在压力作用下纤维间的粘结增多,如图 6 所示,熔体静电纺纤维与基材的复合牢度增大,剥离强度变大;基材内纤维在热压温度与压力作用下也会出现部分粘结,致使复合滤材的断裂强度增大。

2.3 收集速度的影响

收集速度的大小会影响非织造基材上熔体静电纺纤维的复合量。收集速度越小,非织造基材向前运动得越慢,复合的熔体静电纺纤维量越大。在热压压力 0.2 MPa,热压温度为 50℃的工艺下,不同收集速度下制备的复合滤材的过滤性能如表 3 所示,收集速度与复合克重的关系如图 7 所示,力学性能如图 8 所示。

熔体静电纺能纺制出超细纤维,更细的纤维能搭建成更为紧密的三维立体结构。比非织造基材直径更细的熔体静电纺纤维在其表面形成更紧密交错排列的薄膜,有利于复合滤材过滤性能的提高,但也会引起过滤阻力的增加。表 3 显示,复合滤材的过滤效率与过滤阻力均随着收集速度的降低而增加。

表3 不同收集速度滤材的过滤性能

速度 / ($\text{cm} \cdot \text{min}^{-1}$)	对不同粒径粒子过滤效率 / %					过滤阻 力 / Pa
	$\geq 0.5 \mu\text{m}$	$\geq 1 \mu\text{m}$	$\geq 2 \mu\text{m}$	$\geq 5 \mu\text{m}$	$\geq 10 \mu\text{m}$	
10	19.08	39.34	79.97	90.08	96.10	28.00
20	14.15	25.87	58.48	76.34	88.78	16.00
30	13.92	25.00	56.86	70.99	80.88	10.00
40	13.83	24.07	55.50	69.62	79.54	9.33
50	13.64	23.44	52.46	65.57	75.82	7.00

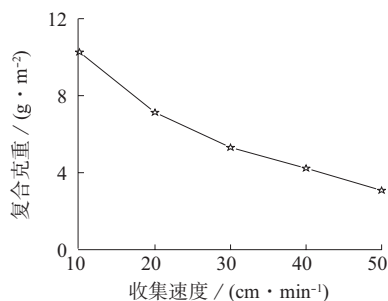


图7 收集速度与复合克重的关系

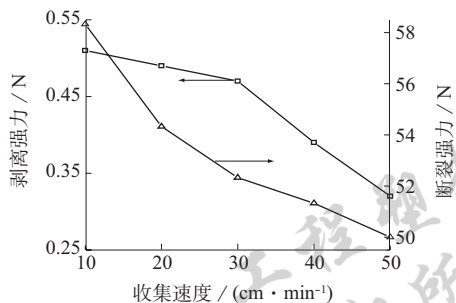


图8 收集速度对复合滤材力学性能的影响

随着收集速度的降低,沉积在非织造基材表面的熔体静电纺纤维增多,由 50 cm/min 时的 3.08 g/m^2 增加到 10 cm/min 时的 14.26 g/m^2 ,更多的熔体静电纺纤维形成更紧密、孔径更小的薄膜,改变复合滤材的孔径分布及孔隙率等结构性能,进而最终提高复合滤材的过滤效率与过滤阻力。

由图8可知,随着收集速度的减小,复合滤材的剥离强度和断裂强度都有所提高。收集速度的降低会增加熔体静电纺纤维的复合量,沉积的纤维越多,熔体静电纺纤维膜与非织造基材间的交织与粘结更多,所以剥离强度提高;更多的纤维经热压后与非织造基材形成更加紧密的结构,对断裂强度的提高更加有利。

3 结论

采用热压技术将熔体静电纺纤维与传统非织造织物在线复合,制备熔体静电纺热压复合滤材。实验中发现:熔体静电纺纤维层经热压后良好贴附在非织造基材表层;而且随着热压压力的增加,复合滤材的过滤性能得到一定提高,剥离强度随之增

大,而断裂强度先增大后急剧减小;热压温度对复合滤材的过滤性能影响不大,但对其力学性能有较大影响,复合滤材的剥离强度和断裂强度均随着热压温度的增加而增大;随着收集速度的减小,复合滤材的过滤效率、剥离强度和断裂强度都有所提高。

参考文献

- [1] 丁彬,斯阳,俞建勇.静电纺纳米纤维材料在环境领域中的应用研究进展[J].中国材料进展,2013,32(8):492-502.
Ding Bin, Si Yang, Yu Jianyong. Progress in the research of electrospun nanofibers for environmental applications[J]. Materials China, 2013, 32(8):492-502.
- [2] Yin Guibo, Zhao Qing, Zhao Yahong, et al. The electrospun polyamide 6 nanofiber membranes used as high efficiency filter materials: Filtration potential, thermal treatment, and their continuous production[J]. Applied Polymer, 2013, 128(2):1 061-1 069.
- [3] Bhardwaj N, Kundu S C. Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique[J]. Biotechnology Advances, 2010, 28(3):325-347.
- [4] 姚春梅,黄锋林,魏取福,等.静电纺聚乳酸纳米纤维复合滤材的过滤性能研究[J].化工新型材料,2012,40(4):122-124.
Yao Chunmei, Huang Fenglin, Wei Qufu, et al. Filtration properties of electrospun PLA nano-fiber composite membrane[J]. New Chemical Materials, 2012, 40(4):122-124.
- [5] Kitai K, Changhwan L, Jooyong K, et al. Performance modification of a melt-blown filter medium via an additional nano-web layer prepared by electrospinning[J]. Fibers and Polymers, 2009, 10(1):60-64.
- [6] 高晓艳,张露,潘志娟.静电纺聚酰胺6纤维复合材料的孔隙特征及其过滤性能[J].纺织学报,2010,31(1):5-10.
Gao Xiaoyan, Zhang Lu, Pan Zhijuan. Porous characteristics and filtration properties of electrospun PA6 fiber composite[J]. Journal of Textile Research, 2010, 31(1):5-10.
- [7] Nayak R, Kyratzis I L, Truong Y B, et al. Melt-electrospinning of polypropylene with conductive additives[J]. Journal of Materials Science, 2012, 47(17):6 387-6 396.
- [8] Sung J K, Lim J, Seung J L, et al. Fabrication and surface modification of melt-electrospun poly(D, L-lactic-co-glycolic acid) microfibers[J]. Fibers and Polymers, 2013, 14(9):1 491-1 496.
- [9] 康卫民,程博闻,庄旭品,等.静电纺纳米级纤维复合膜及其过滤性能[J].纺织学报,2006,27(10):6-8.
Kang Weimin, Cheng Bowen, Zhong Xupin, et al. Electrospun nano-fiber composite membrane and its filtration properties[J]. Journal of Textile Research, 2006, 27(10):6-8.