



# (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101979726 A

(43) 申请公布日 2011. 02. 23

(21) 申请号 201010534832. 3

(22) 申请日 2010. 11. 08

(71) 申请人 东华大学

地址 201620 上海市松江区松江新城人民北路 2999 号

(72) 发明人 朱利民 余灯广 黄丽娅 王斌

(74) 专利代理机构 上海泰能知识产权代理事务所 31233

代理人 黄志达 谢文凯

(51) Int. Cl.

D01D 5/00(2006. 01)

D01D 13/00(2006. 01)

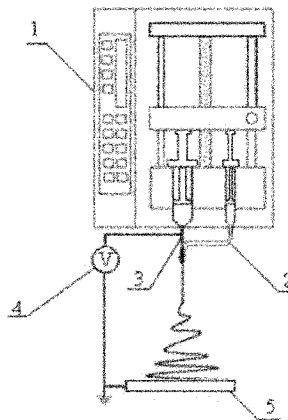
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 2 页

## (54) 发明名称

一种溶剂环流静电纺丝装置

## (57) 摘要

本发明涉及一种溶剂环流静电纺丝装置,包括双通道轴流注射泵、导管、金属纺丝头、高压发生器和纤维收集板。双通道轴流注射泵中的一个轴流注射器内放有聚合物纺丝液,另一个轴流注射器内放有环流溶剂,其中,放有环流溶剂的轴流注射器与导管相连,放有聚合物纺丝液的轴流注射器与金属纺丝头相连,金属纺丝头穿过导管侧壁,并与导管形成同轴纺丝头结构。同轴纺丝头结构下方设有纤维收集板,高压发生器一端通过高压接头与金属纺丝头相连,另一端与纤维收集板相连并接地。



1. 一种溶剂环流静电纺丝装置,包括双通道轴流注射泵(1)、导管(2)、金属纺丝头(3)、高压发生器(4)和纤维收集板(5),其特征在于,所述的双通道轴流注射泵(1)中的一个轴流注射器内放有聚合物纺丝液,另一个轴流注射器内放有环流溶剂;所述的放有环流溶剂的轴流注射器与所述的导管(2)相连;所述的放有聚合物纺丝液的轴流注射器与所述的金属纺丝头(3)相连;所述的金属纺丝头(3)穿过所述的导管(2)侧壁,并与导管(2)形成同轴纺丝头结构;所述的同轴纺丝头结构下方设有所述的纤维收集板(5);所述的高压发生器(4)一端通过高压接头与所述的金属纺丝头(3)相连,另一端与所述的纤维收集板(5)相连并接地。

2. 根据权利要求1所述的溶剂环流静电纺丝装置,其特征在于,所述的导管(2)为硅胶管。

3. 根据权利要求1所述的溶剂环流静电纺丝装置,其特征在于,所述的金属纺丝头(3)通过鳄鱼钳与所述的高压接头相连。

4. 根据权利要求1所述的溶剂环流静电纺丝装置,其特征在于,所述的纤维收集板(5)为铝箔平板。

5. 根据权利要求1所述的溶剂环流静电纺丝装置,其特征在于,所述的聚合物纺丝液是聚乙烯吡咯烷酮粉末在常温下分散在无水乙醇中用摇床振摇而成;所述的环流溶剂为N,N-二甲基乙酰胺。

## 一种溶剂环流静电纺丝装置

### 技术领域

[0001] 本发明涉及聚合物超细纤维的制备领域,特别是涉及一种溶剂环流静电纺丝装置。

### 背景技术

[0002] 高压静电纺丝技术是一种自上而下(top-down)的纳米制造技术,通过外加电场力克服喷头尖端液滴的液体表面张力和粘弹力而形成射流,在静电斥力、库仑力和表面张力共同作用下,被雾化后的液体射流被高频弯曲、拉延、分裂,在几十毫秒内被牵伸千万倍,经溶剂挥发或熔体冷却在接收端得到纳米级纤维。该技术工艺过程简单、操控方便、选择材料范围广泛、可控性强、并且可以通过喷头设计制备具有微观结构特征的纳米纤维,被认为是最有可能实现连续纳米纤维工业化生产的一种方法,应用该技术制备功能纳米纤维具有良好的前景。

[0003] 但是到目前为止,几乎所有的文献报道的纺丝工艺都是在大气环境下进行纳米纤维制备。如在制备 25% 聚乙烯吡咯烷酮(PVP)的单纺时,通常采用削平的针头(1号不锈钢注射针头,内径 1.0mm)作为喷射细流的毛细管,高压发生器(ZGF2000型,上海苏特电器有限公司),用以控制纺丝液流量的微量注射泵(美国Cole-Parmer®公司),和用以接收纤维铝箔平板。纺丝液是将 25.0g PVP K60 粉末在常温下分散于 100 毫升无水乙醇中,然后在摇床中振摇成淡黄色均匀透明液体,在大气中进行高压静电纺丝,制备纳米纤维膜。在以下工艺条件参数下进行纺织:微量注射泵的流速为 1.0mL/h,铝箔平板离纺丝头距离为 15cm,高压发生器的电压为 12kV,环境温度为  $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$ ,环境湿度为  $62 \pm 4\%$ ,制备时由于聚合物纺丝液的溶剂在大气中的快速挥发,常常会造成纺丝头堵塞,中断纺丝过程、影响聚合物纳米纤维的质量。对于该问题的解决,目前还未发现相关报道。

### 发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题是提供一种溶剂环流静电纺丝装置,解决电纺过程中纺丝头堵塞问题,制备聚合物超细纤维,并提高电纺工艺产率。

[0005] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:提供一种溶剂环流静电纺丝装置,包括双通道轴流注射泵、导管、金属纺丝头、高压发生器和纤维收集板,所述的双通道轴流注射泵中的一个轴流注射器内放有聚合物纺丝液,另一个轴流注射器内放有环流溶剂;所述的放有环流溶剂的轴流注射器与导管相连;所述的放有聚合物纺丝液的轴流注射器与金属纺丝头相连;所述的金属纺丝头穿过所述的导管侧壁,并与导管形成同轴纺丝头结构;所述的同轴纺丝头结构下方设有所述的纤维收集板;所述的高压发生器一端通过高压接头与所述的金属纺丝头相连,另一端与所述的纤维收集板相连并接地。

[0006] 所述的导管为硅胶管。

[0007] 所述的金属纺丝头通过鳄鱼钳与所说的高压接头相连。

[0008] 所述的纤维收集板为铝箔平板。

[0009] 所述的聚合物纺丝液是聚乙烯吡咯烷酮粉末在常温下分散在无水乙醇中用摇床振摇而成；所述的环流溶剂为 N, N- 二甲基乙酰胺。

[0010] 有益效果

[0011] 由于采用了上述的技术方案,本发明与现有技术相比,具有以下优点和积极效果:(1) 采用本发明制备聚合物纤维,工艺简单,适合于工业化生产。(2) 因为环流溶剂能够润滑纺丝头,阻止聚合物的析出与粘连,还能够有效阻止聚合物纺丝液溶剂的过早挥发而引起的射流表面固化效应,因此本发明解决纺丝头易堵塞和电纺产率低等问题,能够对高浓度聚合物纺丝液进行纺丝。(3) 本发明所制得超细纤维结构均匀表面光滑。

#### 附图说明

[0012] 图 1 是本发明的结构示意图；

[0013] 图 2 是本发明的同轴纺丝头结构示意图；

[0014] 图 3 是采用本发明制备的纤维的扫描电镜图；

[0015] 图 4 是采用本发明制备的纤维的直径分布图。

#### 具体实施方式

[0016] 下面结合具体实施例,进一步阐述本发明。应理解,这些实施例仅用于说明本发明而不适用于限制本发明的范围。此外应理解,在阅读了本发明讲授的内容之后,本领域技术人员可以对本发明作各种改动或修改,这些等价形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的范围。

[0017] 如图 1 所示,一种溶剂环流静电纺丝装置,包括双通道轴流注射泵 1、导管 2、金属纺丝头 3、高压发生器 4 和纤维收集板 5。所述的双通道轴流注射泵 1 中的一个轴流注射器内放有聚合物纺丝液,另一个轴流注射器内放有环流溶剂,可通过两个选择不同体积的轴流注射器来控制环流溶剂与聚合物纺丝液的流量比。其中,放有环流溶剂的轴流注射器与导管 2 相连,所述的放有聚合物纺丝液的轴流注射器与金属纺丝头 3 相连。如图 2 所示,所述的金属纺丝头 3 穿过所述的导管 2 侧壁,并与导管 2 形成同轴纺丝头结构。所述的同轴纺丝头结构下方设有所述的纤维收集板 5。所述的高压发生器 4 一端通过高压接头与所述的金属纺丝头 3 相连,另一端与所述的纤维收集板 5 相连并接地。在该装置中,导管 2 采用高弹性的硅胶管;纤维收集板为铝箔平板;高压接头通过鳄鱼钳直接与金属纺丝头 3 相连接。需要说明的是,在本发明中可以采用两个单通道轴流注射泵代替双通道轴流注射泵,在使用时只需对装有环流溶剂和聚合物纺丝液的两个单通道轴流注射泵的流量分别进行调控即可。

[0018] 下面简单介绍采用本发明从 30% PVP 中制备纤维的过程。首先,将 30.0g PVP K60 粉末在常温下分散于 100 毫升无水乙醇中,之后在摇床中振摇成 30% 淡黄色均匀透明纺丝液。接着,将该 30% 淡黄色均匀透明纺丝液装入双通道轴流注射泵中的一个轴流注射器内作为聚合物纺丝液,再将 N, N- 二甲基乙酰胺装入双通道轴流注射泵中的另一个轴流注射器内作为环流溶剂。然后,将铝箔平板放置在喷丝口(即由金属纺丝头与导管形成的同轴纺丝头结构)下方 15cm 处,连接高压发生器,并将其电压设为 12kV。最后,打开电源制备超细 PVP 纤维,此时的环境温度为  $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$ ,环境湿度为  $62 \pm 4\%$ 。在制备过程中,双通道轴

流注射泵推进速率为 1cm/h,并可采用两个不同体积的注射器来调控聚合物纺丝液和环流溶剂的相对流量。如装有聚合物纺丝液的注射器体积为 10ml,装有环流溶剂的注射器体积为 1、2、5 和 10ml,也就是说,环流溶剂和聚合物纺丝液的流量比分别为 0.1 : 1、0.2 : 1、0.5 : 1 和 1 : 1。

[0019] 在上述条件下,应用溶剂环流高压静电纺丝工艺制备得到的纤维进行表面喷金后采用扫描电镜观察,结果如图 4 所示,图 4 中 A 表示环流溶剂和聚合物纺丝液的流量比为 0.1 : 1、B 表示环流溶剂和聚合物纺丝液的流量比为 0.2 : 1、C 表示环流溶剂和聚合物纺丝液的流量比为 0.5 : 1、D 表示环流溶剂和聚合物纺丝液的流量比为 1 : 1。采用 Image J 软件对纤维直径分布进行统计分析,结果如图 5 所示,同样 A 表示环流溶剂和聚合物纺丝液的流量比为 0.1 : 1、B 表示环流溶剂和聚合物纺丝液的流量比为 0.2 : 1、C 表示环流溶剂和聚合物纺丝液的流量比为 0.5 : 1、D 表示环流溶剂和聚合物纺丝液的流量比为 1 : 1。从图中可知,在合适的溶剂流量范围内(环流溶剂和聚合物纺丝液的流量比为 0.1 : 1、0.2 : 1、0.5 : 1),不仅所制备的纤维表面光滑、结构均匀,而且随着环流溶剂流速的增大,纤维直径逐渐缩小。

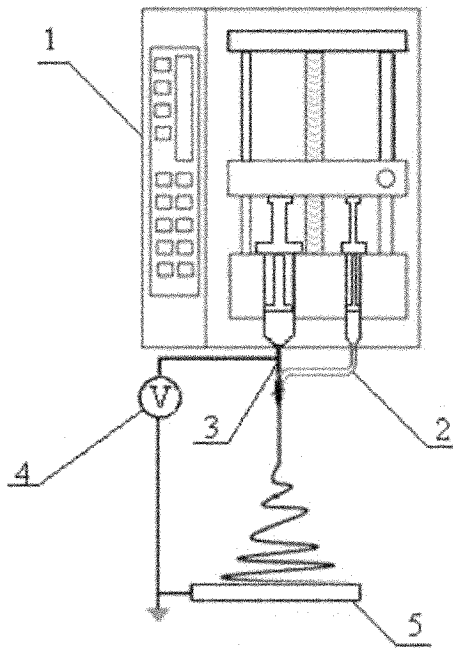


图 2

图 1

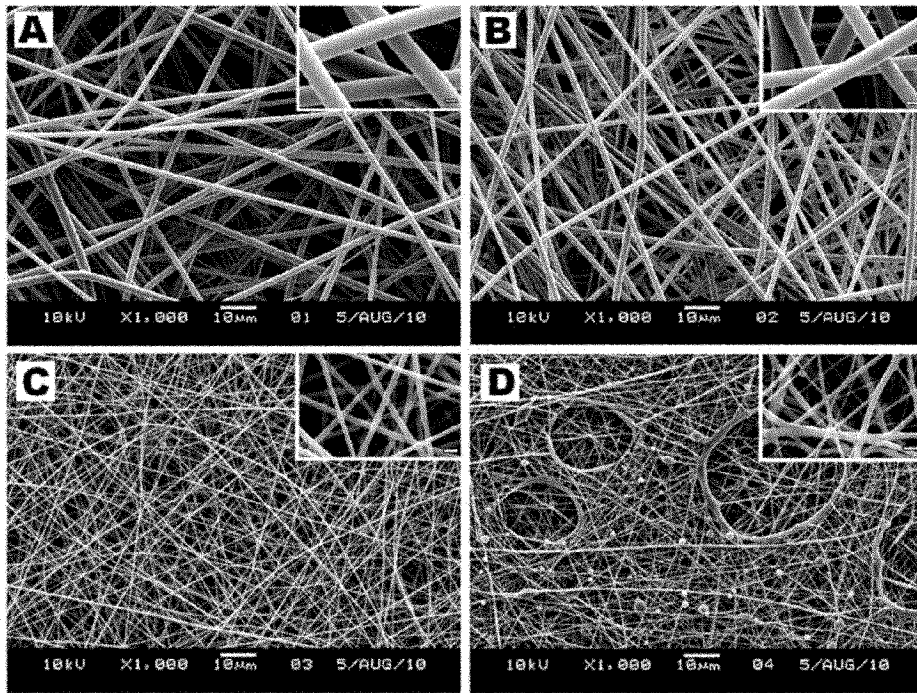


图 3

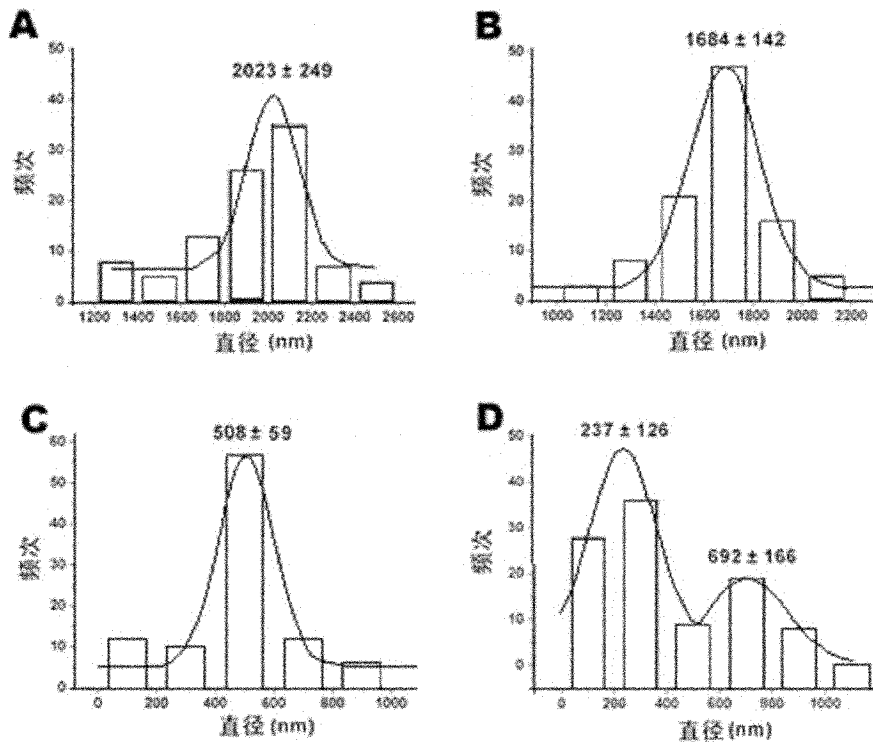


图 4