

دوفصلنامه علمی - ترویجی کارافن

شماره چهل و چهارم، پاییز و زمستان 1397 (صص 117-97)  
شاپای چاپی: 2382-9796 شاپای الکترونیکی: 2538-4430  
<http://karafan.tvu.ac.ir>



## پیوندزدن ابریشم با متاکریل آمید و مقایسه آن با روش قلع (II) کلرید جهت وزن دهی الیاف ابریشمی

### آرش تحویلی\*

مربی، دانشکده فنی و حرفه‌ای شهید چمران، دانشگاه فنی و حرفه‌ای، گیلان، ایران

### عباس حیدری پاشاکی

مربی، دانشکده فنی و حرفه‌ای شهید چمران، دانشگاه فنی و حرفه‌ای، گیلان، ایران

### آزاد نوری

مربی، دانشکده فنی و حرفه‌ای سقز، دانشگاه فنی و حرفه‌ای، کردستان، ایران

تاریخ پذیرش نهایی: 1397/04/04

تاریخ دریافت مقاله: 1396/12/18

### چکیده

صمغ‌گیری ابریشم یکی از مهم‌ترین و کاربردی‌ترین مراحل تکمیلی ابریشم است که به کاهش وزن کالا می‌انجامد. به منظور افزایش کاربری ابریشم از روش وزن‌دهی استفاده می‌شود. ترکیبات آلی و معدنی مختلف مانند کمپلکس‌های قلع، فسفات و سیلیکات از جمله روش‌های کلاسیک شناخته‌شده در این زمینه به شمار می‌آیند. امروزه استفاده از ترکیبات وینیلی جایگزین مناسبی برای روش‌های کلاسیک شده است. در این فرایند، از پلیمرهایی مانند متاکریل آمید، متیل متاکریلات و  $\pi$ - بوتیل متاکریلات استفاده می‌شود. هدف از این پژوهش، مقایسه کیفیت وزن‌دهی الیاف ابریشم به دو روش قلع (II) کلرید و پلیمریزاسیون پیوندی ترکیبات وینیلی است. بدین منظور تمامی عوامل تأثیرگذار بر فرایند مانند زمان، دما،

\* نویسنده مسئول مکاتبات: a.tahvili@yahoo.com

غلظت و pH، یک‌به‌یک مطالعه و بررسی شده‌اند و تست‌های مربوط به بیشینه نیروی وارد بر نخ، بیشینه ازدیاد طول، تناسبی و ثبات نوری انجام شده است. نتایج به‌دست آمده حاکی از بهبود کیفیت کالای وزن‌دهی شده به روش مدرن است.

#### واژگان کلیدی:

ابریشم، صمغ‌گیری، قلع (II) کلرید، متاکریل آمید، وزن‌دهی.

## 1. مقدمه

ابریشم یکی از گران‌ترین الیاف با کاربرد پوششی است. ابریشم از نظر شیمیایی نوعی فیلامنت یک‌سره با ساختار پروتئینی است.<sup>(8)</sup> این فیلامنت متشکل از دو فیلامنت مجزا به نام فیبروئین است که توسط صمغ - نوعی پروتئین نامحلول - به نام سربسین به هم متصل می‌شوند.<sup>(2)</sup> سربسین زرد رنگ، زبر و خشن بوده و در کاهش درخشندگی و لطافت لیف ابریشمی تأثیر بسزایی دارد. این ماده در محدوده مشخصی از ترکیبات اسیدی و قلیایی قابل شست‌وشو است. حضور سربسین در استحکام الیاف بسیار اهمیت دارد. هرگاه ماده سربسین از ابریشم برطرف شود، دو فیلامنت با سطح مقطع مثلثی به دست خواهد آمد. مشاهده میکروسکوپی ابریشم حاکی از سطحی ناهموار و دارای چین‌خوردگی است که پس از صمغ‌گیری برطرف شده و سطح همواری ایجاد خواهد شد.<sup>(1)</sup> الیاف ابریشم محکم و الاستیک بوده و قدرت کششی آن حدود 3/5-5 g/Den است.

ازدیاد طول این الیاف تحت کشش در شرایط نرمال 20-25 درصد است و در رطوبت نسبی 100 درصد، میزان ازدیاد طول به 33 درصد افزایش می‌یابد. رطوبت بازیافتی این الیاف حدود 11 درصد گزارش شده است.<sup>(17)</sup>

وزن صمغ موجود در ساختار الیاف ابریشمی تقریباً 20-30 درصد از وزن کل لیف را تشکیل می‌دهد؛<sup>(3)</sup> بنابراین حذف و پاکسازی صمغ، موجب کاهش وزن محسوس در لیف خواهد شد. درعین حال، یکی از مشخصه‌های ویژه ابریشم، توانایی بالای آن در جذب انواع یون است؛ بدین معنا که با رسوب‌دادن برخی ساختارهای یونی در ساختار الیاف ابریشمی، می‌توان کاهش وزن حاصل از صمغ‌گیری را تا حدی جبران کرد. گفتنی است وزن‌دادن الیاف ابریشمی، بر کیفیت و ویژگی‌های ابریشم بسیار تأثیرگذار است.<sup>(15)</sup>

تست تناسبیتی و ازدیاد طول نخ از جمله مواردی است که در رابطه با کیفیت الیاف بررسی می‌شود.<sup>(14)</sup> این آزمایش در رابطه با هر دو نوع وزن‌داده‌شده و وزن‌داده‌نشده بررسی شده است. نتایج نشانگر آن است که ازدیاد طول نخ و استحکام الیاف با گذر زمان و افزایش سن الیاف کاهش می‌یابد. از سویی، وزن‌دادن به الیاف به‌خودی‌خود به‌طور محسوسی، در کاهش استحکام و ازدیاد طول تأثیرگذار است.<sup>(4)</sup>

بررسی ویسکوزیته محلول، از دیگر روش‌های بررسی میزان تخریب منسوجات به شمار می‌آید.<sup>(6)</sup> در این روش با انحلال لیف در محلول لیتیم برماید در زمان و دمای معین، میزان انحلال و تخریب لیف مورد نظر مطالعه و بررسی می‌شود.<sup>(9)</sup>

تجزیه آمینو اسیدهای موجود در فیبروئین روش دیگری برای شناسایی هرچه دقیق‌تر الیاف ابریشم است. در این فرایند، لیف ابریشم در محلول پاراتولوئن سولفونیک اسید در دما و محدوده زمانی معینی متحمل هیدرولیز شده و پس از آن آمینو اسیدها توسط روش کروماتوگرافی با فشار بالا (HPLC) توسط یک بافر 5 و با استفاده از سیستم تعویض یونی آنالیز خواهند شد.<sup>(12)</sup>

در دو روش ویسکوزیته محلول و تجزیه آمینو اسیدها، امکان بررسی ابریشم وزن داده شده وجود ندارد، زیرا مواد افزوده شده موجبات خطا را فراهم می‌کنند.

روش اسپکتروسکوپی توسط امواج مادون قرمز با مطالعه باندهای جذبی پیوندهای موجود در ساختار الیاف ابریشم، این امکان را فراهم می‌کنند که هر دو نوع لیف وزن داده شده و داده نشده به درستی آنالیز شوند.<sup>(18)</sup>

یکی از مواد پُر کاربرد در وزن دادن ابریشم، روش قلع (II) کلرید است که در صنایع مختلف دارای کاربردهای متنوعی است؛ برای مثال در صنایع شیمیایی به عنوان پایدارکننده پلی وینیل کلراید، در صنایع پلاستیک سازی به عنوان کاتالیزگر پلیمراسیون استیرن، در صنعت شیشه سازی به عنوان تقویت کننده و در صنعت الکترونیک به عنوان پوشش بدنه سرامیک کاربرد دارد.<sup>(19)</sup>

با در نظر گرفتن معایب حاصل از به کارگیری قلع (II) کلرید به عنوان عامل وزن دهنده مانند هزینه بر بودن فرایند از نظر زمانی و مالی، کاهش کیفیت و استحکام الیاف و کاهش قدرت ارتجاعی آن‌ها، روش‌های جدیدی جایگزین شده‌اند. استفاده از پلیمریزاسیون پیوندی ترکیبات وینیلی بر روی ابریشم یکی از این روش‌های جایگزین است. در این روش، تمامی معایب در روش‌های کلاسیک برطرف شده و فرایند وزن دادن در یک مرحله صورت می‌گیرد؛ از سویی ثبات شست‌وشویی، خاصیت افتادگی و ثبات نوری الیاف افزایش می‌یابند. پلیمرهای به کاررفته در این روش شامل متاکریل آمید (MAA)<sup>(20)</sup>، متیل متا آکریلات (MMA)<sup>(13)</sup>، 2 هیدروکسی متا آکریلات<sup>(16)</sup>، متاکریلونیتریل<sup>(11)</sup> و n- بوتیل متا آکریلات<sup>(11)</sup> هستند. در جدول 1 ویژگی‌های مربوط به پلیمر به کاررفته در این پژوهش گزارش شده است.

#### جدول 1. مشخصات متاکریل آمید

نام پلیمر	نام آیوپاک	نقطه ذوب (°C)	نقطه جوش (°C)	فرمول شیمیایی
متاکریل آمید	2 متیل-2 پروپن آمید	109-111	215	C <sub>4</sub> H <sub>7</sub> NO

به طور کلی فرایند پلیمریزاسیون با ایجاد رادیکال آزاد توسط آغازگر پراکسید هیدروژن صورت می‌گیرد. این واکنش در حضور نیترژن و اکسیژن و توسط آغازگر آمونیوم پرسولفات انجام می‌شود.

## 2. مواد و روش‌ها

### 2-1. مواد

به منظور اعمال فرایند وزن دهی بر الیاف ابریشم، به متاکریل آمید، آمونیوم پرسولفات، قلع (II) کلرید، سدیم هیدروژن فسفات، صابون هوستاپون تی و سدیم سیلیکات نیاز داریم.

### 2-2. روش‌های وزن دهی ابریشم

در این پژوهش ابریشم به دو روش وزن دهی می‌شود که به ترتیب زیر است:

در ابتدا به منظور به دست آوردن وزن اولیه الیاف ابریشم ملزم به پاکسازی الیاف هستیم. بدین سان ابتدا الیاف ابریشم شست‌وشو داده شده و سپس خشک می‌شوند. در نهایت با قراردادن الیاف درون دسیکاتور در مدت معین، می‌توانیم وزن اولیه ( $w_1$ ) الیاف ابریشم را به دست آوریم.

در روش وزن دادن ابریشم توسط متاکریل آمید، الیاف ابریشم یک گرمی در حمام متاکریل آمید 10 درصد قرار خواهد گرفت. در مرحله بعد به منظور آغاز واکنش پیوندی، آمونیوم پرسولفات 1 درصد با غلظت 5 درصد نسبت به متاکریل آمید به حمام افزوده می‌شود. گفتنی است اضافه کردن این آغازگر در دو مرحله صورت می‌گیرد. در واقع نیمی از آمونیوم پرسولفات در مرحله نخست، و نیم دیگر در سه قسمت مساوی و در فواصل بیست دقیقه‌ای در مدت زمان یک ساعت به محلول افزوده می‌شوند. پس از اضافه کردن نیمی از آمونیوم پرسولفات، دمای حمام را به  $70^{\circ}\text{C}$  رسانده و پس از گذشت 2 ساعت، نمونه الیاف ابریشم را از حمام خارج می‌کنیم و با آب گرم  $70^{\circ}\text{C}$  به منظور خروج الیگومرها و منومرهای واکنش داده نشده، شست‌وشو می‌دهیم. سپس توسط هوستاپون تی با غلظت  $1/5\text{g/L}$  به مدت 15 دقیقه و در دمای  $80^{\circ}\text{C}$  فرایند صابونی کردن انجام می‌شود. در آخر کالا توسط آب در دمای  $40-50^{\circ}\text{C}$  شست‌وشو داده شده و سپس خشک و وزن می‌شود. وزن به دست آمده در این مرحله، وزن ثانویه ( $w_2$ ) خواهد بود. با توجه به فرمول 1 می‌توان درصد افزایش وزن کالا را محاسبه کرد.

در روش وزن دادن ابریشم توسط قلع (II) کلرید پس از دستیابی به وزن اولیه، کالا در حمام قلع (II) کلرید با دمای در محدوده  $10-15^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان 90 دقیقه قرار خواهد گرفت. سپس کالا در حمامی شامل سدیم هیدروژن فسفات با دمای  $60^{\circ}\text{C}$  و به مدت زمان 60 دقیقه قرار می‌گیرد. سپس کالا شست‌وشو داده شده و وارد مرحله بعد می‌شود. در این مرحله کالا به مدت 60 دقیقه در حمامی با دمای  $50^{\circ}\text{C}$  شامل سدیم سیلیکات قرار خواهد گرفت. در این بخش مشابه روش گذشته، پس از شست‌وشو و خشک کردن کالا، وزن ثانویه به دست می‌آید. با توجه به فرمول 1 میزان وزن افزوده شده قابل محاسبه خواهد بود:

$$G = \frac{W_2 - W_1}{W_1} * 100 \quad (1)$$

گفتنی است تمامی مراحل بیان شده در روش نخست، با غلظت‌های مختلفی از متاکریل آمید در محدوده 20-90 درصد با فواصل 10 درصدی از متاکریل آمید، و در روش دوم با غلظت‌های مختلفی از قلع (II) کلرید بررسی و تکرار می‌شود تا بهترین و مناسب‌ترین نتیجه به دست آید.

به منظور بررسی و مطالعه کالای وزن داده شده، نمونه‌های وزن داده شده ابریشم توسط هر دو روش، به وسیله دستگاه استحکام سنج شرلی تحت سیستم CRE در آزمایشگاه نساجی دانشگاه گیلان مورد آزمایش قرار گرفت. آزمون مقاومت نخ طبق استاندارد ملی ایران به شماره 29 (ISO 2062) و آزمون ثبات نوری به منظور بررسی میزان سفیدی کالا طبق استاندارد ملی ایران به شماره 4084 (ISO 105-B02) صورت گرفته‌اند.

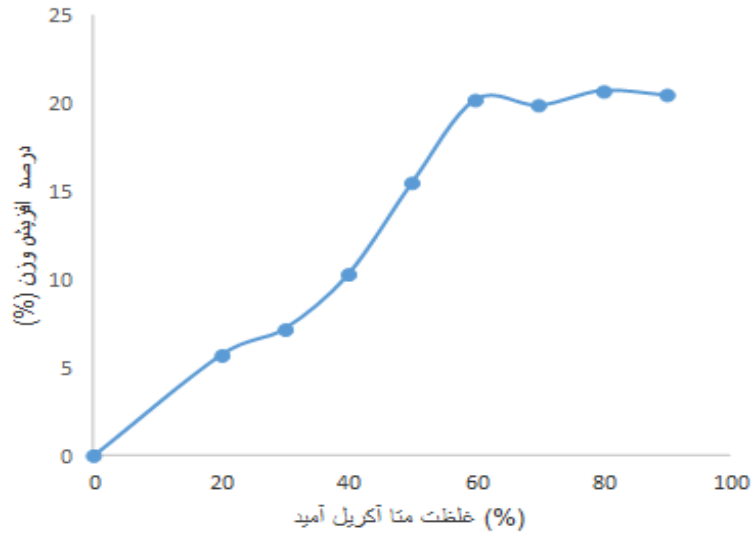
### 2-3. بررسی پارامترهای مؤثر بر وزن دهی ابریشم توسط متاکریل آمید

#### 2-3-1. غلظت متاکریل آمید (MAA)

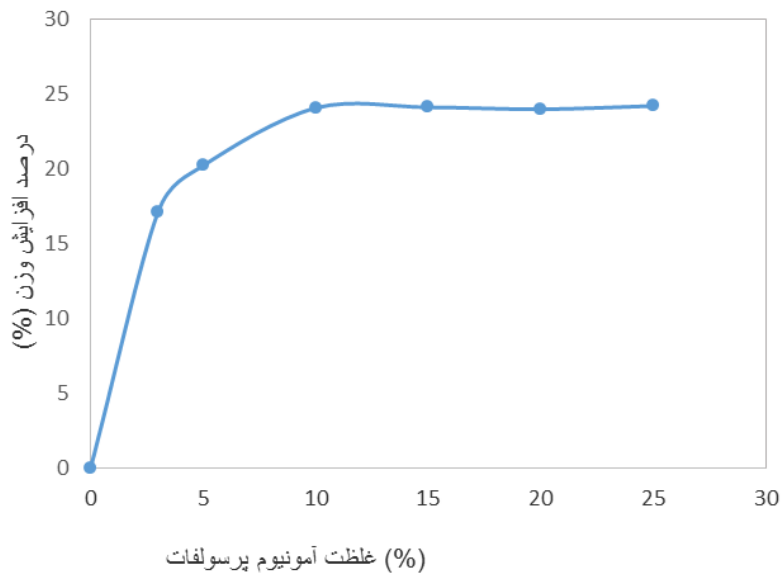
در این بخش با ثابت در نظر گرفتن سایر پارامترها (دما: 70°C، زمان: 120 دقیقه، L:R = 20:1، pH اولیه: 6/5، pH ثانویه: 6/5 و غلظت پرسولفات آمونیم: 5 درصد) میزان تأثیرپذیری فرایند از غلظت منومرهای متاکریل آمید بررسی شد. همان‌طور که در نمودار 1 نشان داده شده است، با در نظر گرفتن بازه 20-90 درصدی از منومرهای MAA با فواصل 10 درصدی میزان اثربخشی فاکتور غلظت بر افزایش وزن اعمال شده بر الیاف ابریشم مطالعه شد. نتایج نشان داد غلظت بهینه مربوط به منومر MAA تقریباً برابر 60 درصد است. همچنین علت بهبود نیافتن وزن دهی در درصدهای بالاتر، تمایل منومرها به پیوندهای منومر - منومر در نظر گرفته شده است.

#### 2-3-2. غلظت آمونیوم پرسولفات (APS)

در این بخش مشابه پارامتر پیشین، سایر پارامترها ثابت در نظر گرفته شده‌اند (دما: 70°C، زمان: 120 دقیقه، L:R = 20:1، pH اولیه: 6/5، pH ثانویه: 6/5 و غلظت MAA: 60 درصد) و تنها متغیر این بخش غلظت APS (3، 5، 10، 15، 20 و 25 درصد) است. همان‌طور که در نمودار 2 نشان داده شده است، در محدوده غلظت 3-10 درصد، روند وزن دهی به صورت افزایشی است اما پس از غلظت 10 درصد، فرایند ثابت خواهد بود.



نمودار 1. بررسی اثر غلظت متاکریل آمید بر وزن دادن ابریشم

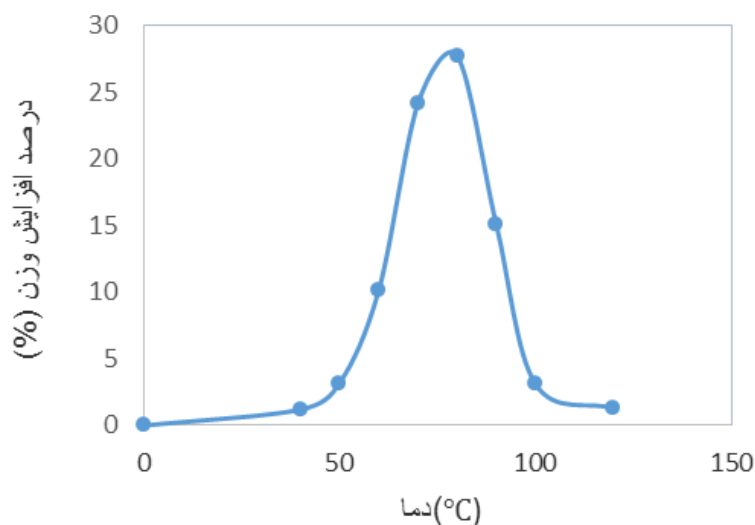


نمودار 2. بررسی اثر غلظت آمونیوم پرسولفات بر وزن دادن ابریشم

### 2-3-3. دما

در بررسی اثر دما بر وزن دهی الیاف ابریشم سایر فاکتورها ثابت (زمان: 120 دقیقه، L:R=1:20، pH اولیه: 6/5، pH ثانویه: 6/5، غلظت APS: 10 درصد و غلظت MAA: 60 درصد) و دما در محدوده‌هایی معین

(40، 50، 60، 70، 80، 90، 100، 110 و 120°C) بررسی شدند. با توجه به نمودار 3 محدوده دمایی 70-80°C محدوده بهینه برای اعمال وزن بر الیاف ابریشم است. همان‌طور که در نمودار 3 نشان داده شده است، در محدوده دمایی پایین‌تر، پیوند مورد نیاز بین منومر و الیاف ابریشم ایجاد نمی‌شود و در دماهای بالاتر از محدوده بهینه، منومرها تمایل به واکنش با یکدیگر دارند؛ بنابراین روند افزایشی اعمال وزن بر الیاف ابریشم کاهش می‌یابد.

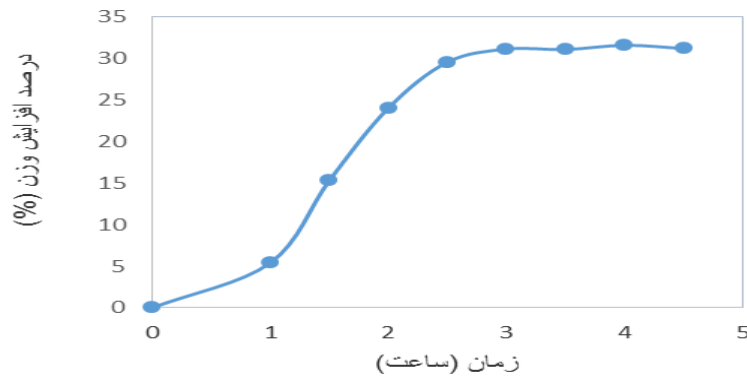


نمودار 3. اثر دما بر وزن دهی الیاف ابریشم

#### 2-3-4. زمان

در این بخش نیز با ثابت در نظر گرفتن سایر پارامترها (دما: 70°C، L:R = 20:1، pH اولیه: 6/5، pH ثانویه: 6/5، غلظت APS: 10 درصد و غلظت MAA: 60 درصد) و تغییر محدوده زمانی (1، 1/5، 2، 2/5، 3، 3/5، 4 و 4/5 ساعت) میزان اثرگذاری پارامتر زمان بر وزن دهی ابریشم بررسی شد. با توجه به نتایج حاصل از نمودار 4، زمان بهینه 3 ساعت در نظر گرفته شده است.

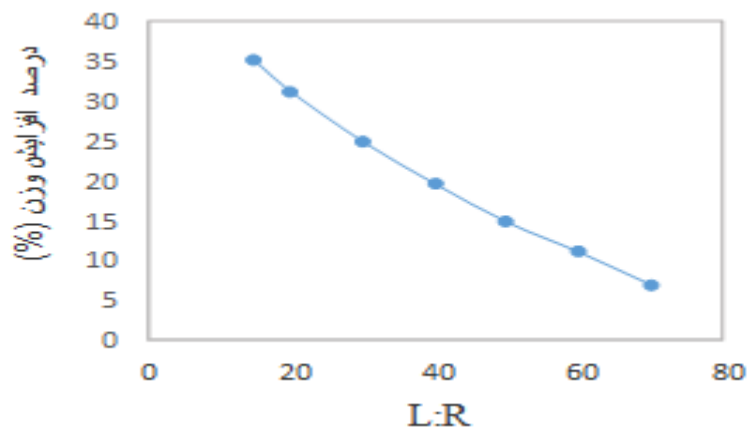




نمودار 4. نمودار بررسی اثر زمان بر وزن دهی ابریشم

L:R 2-3-5

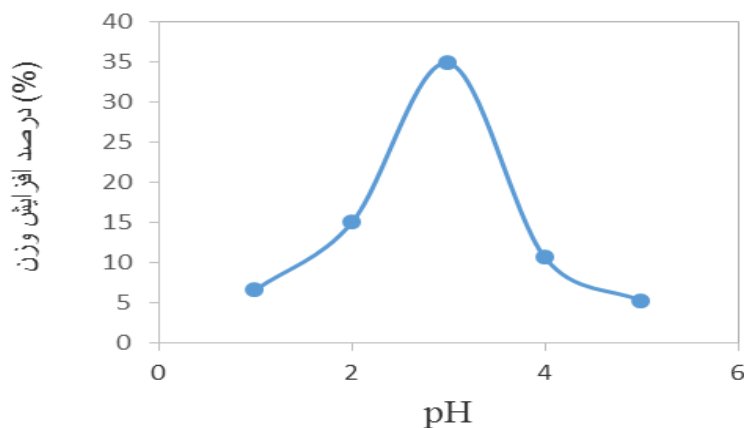
برای بررسی اثر L:R سایر پارامترهای ثابت (دما: 70-80°C، زمان: 3 ساعت، pH اولیه: 6/5، pH ثانویه: 6/5، غلظت APS: 10 درصد و غلظت MAA: 60 درصد) و L:R با نسبت‌های مختلف (15:1، 20:1، 30:1، 40:1، 50:1، 60:1، و 70:1) مطالعه و بررسی شدند. نتایج طبق نمودار 5 حاکی از رابطه معکوس میان وزن دهی بر ابریشم و L:R حمام است.



نمودار 5. بررسی L:R حمام بر وزن دهی ابریشم

PH 2-3-6

نمودار 6 نتایج حاصل از بررسی پارامتر pH در محدوده‌های متفاوت (4-3/5، 5-5/5، 6-6/5، 7-8/5 و 10-10/5) بر میزان وزن دهی الیاف ابریشم را نشان می‌دهد. وزن دهی در محدوده اسیدی و بازی قابل قبول نبوده و منومرها در محدوده 6-6/5 بهترین عملکرد را ارائه می‌دهند.

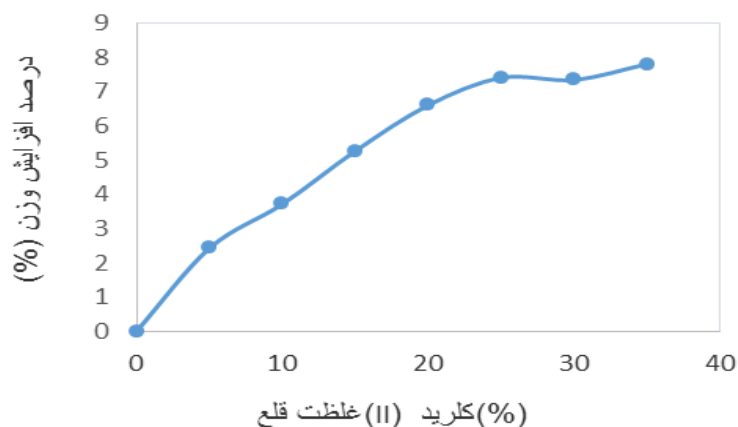


نمودار 6. اثر pH بر میزان افزایش وزن الیاف ابریشم

2-4. بررسی پارامترهای مؤثر بر وزن دهی ابریشم توسط قلع (II) کلرید

2-4-1. غلظت قلع (II) کلرید

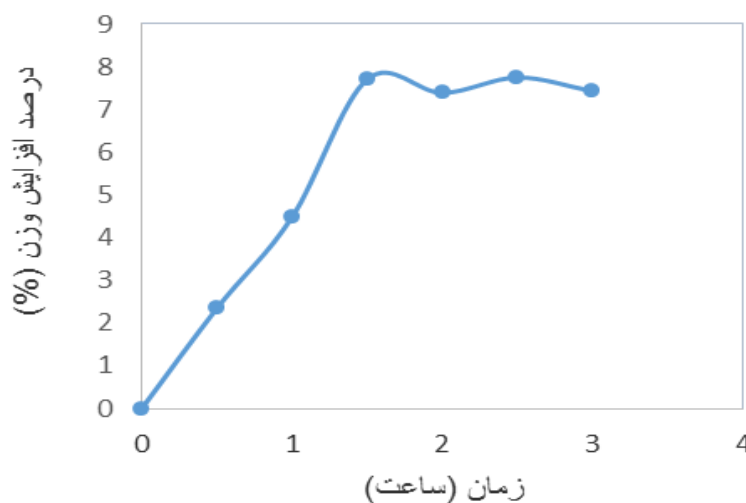
با ثابت در نظر گرفتن پارامترهای زمان (1/5 ساعت)، pH (2/5) و دما (10-15°C) میزان اثربخشی قلع (II) کلرید با غلظت‌های متفاوت در وزن دهی الیاف ابریشم در بازه 5-35 درصد (با فواصل 5 درصد) مطالعه و بررسی شد. نمودار 7 نمایانگر اثر قلع (II) کلرید بر وزن دهی ابریشم است. با توجه به این نمودار، غلظت بهینه برابر 25 درصد گزارش شده است. پس از این غلظت، تأثیر محسوس در افزایش وزن دیده نشده است زیرا در غلظت 25 درصد تقریباً الیاف ابریشم از قلع اشباع شده است.



نمودار 7. بررسی اثر غلظت قلع (II) کلرید بر وزن دادن ابریشم

2-4-2. زمان

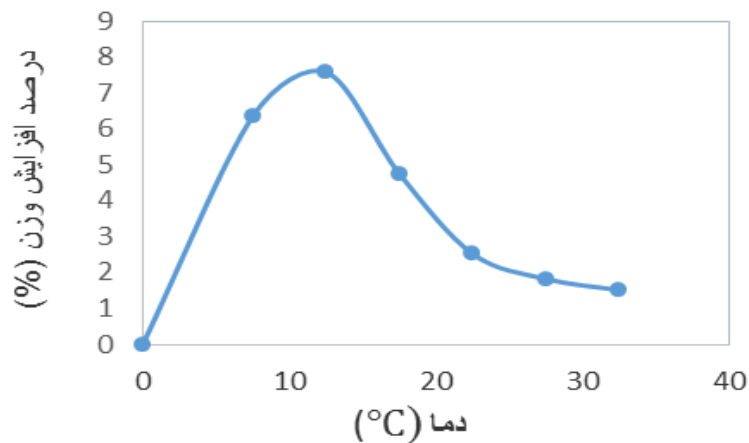
در این بخش بازه‌های زمانی مختلف (0/5، 1، 1/5، 2، 2/5 و 3 ساعت) در غلظت معینی از قلع (II) کلرید (25%)، دما (10-15°C) و pH (2/5) بررسی و مطالعه شد. با توجه به نتایج گزارش شده الیاف ابریشم در مدت زمان 1/5 ساعت درصد افزایش وزن قابل ملاحظه‌ای داشته و تقریباً مکان‌های در دسترس، در مدت زمان 1/5 ساعت اشباع شده‌اند. نمودار 8 نمودار تأثیر زمان بر وزن‌دهی ابریشم است.



نمودار 8. بررسی اثر زمان بر وزن‌دهی ابریشم توسط قلع (II) کلرید

2-4-3. دما

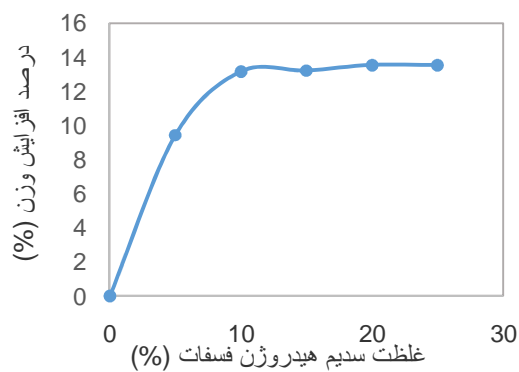
در بررسی اثر دما بر وزن‌دهی الیاف ابریشم سایر فاکتورها ثابت (زمان: 1/5 ساعت، pH: 2/5، غلظت قلع (II) کلرید: 25 درصد) و دما در محدوده‌هایی معین (10-15، 15-20، 20-25، 25-30، 30-35) بررسی شد. با توجه به نمودار 9 محدوده دمایی 10-15°C محدوده بهینه جهت اعمال وزن بر الیاف ابریشم است. همان‌طور که در نمودار 9 نشان داده شده است، در محدوده دمایی بالاتر از محدوده بهینه روند وزن‌دهی بر الیاف ابریشم کاهش می‌یابد. علت این امر ناپایداری محلول قلع (II) کلرید در دماهای بالاتر در نظر گرفته شده است.



نمودار 9. اثر دما بر وزن دهی الیاف ابریشم توسط قلع (II) کلرید

#### 2-4-4. غلظت سدیم هیدروژن فسفات

به منظور تثبیت قلع (II) کلرید از سدیم هیدروژن فسفات استفاده می‌شود. در این بخش مشابه پارامتر پیشین، سایر پارامترها ثابت در نظر گرفته شده‌اند (دما:  $60^{\circ}\text{C}$ ، زمان: 1 ساعت، pH اولیه: 10، pH ثانویه: 8/5) و تنها متغیر این بخش غلظت سدیم هیدروژن فسفات (5، 10، 15، 20 و 25 درصد) است. همان‌طور که در نمودار 10 نشان داده شده است، در محدوده غلظت 10-5 درصد روند وزن دهی به صورت افزایشی است اما پس از غلظت 10 درصد فرایند ثابت خواهد بود.

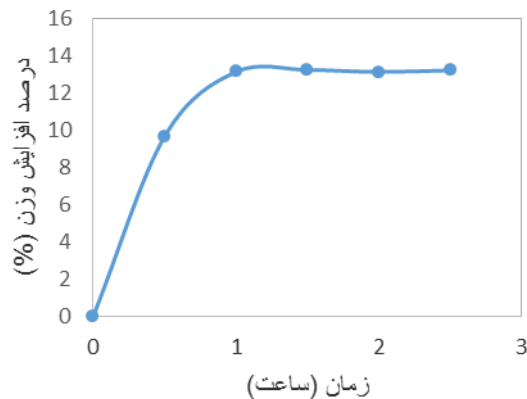


نمودار 10. بررسی اثر غلظت هیدروژن فسفات سدیم بر وزن دهی الیاف ابریشم

#### 2-4-5. زمان اثر سدیم هیدروژن فسفات

در این بخش نیز با ثابت در نظر گرفتن سایر پارامترها (دما:  $60^{\circ}\text{C}$ ، pH اولیه: 10، pH ثانویه: 8/5 و

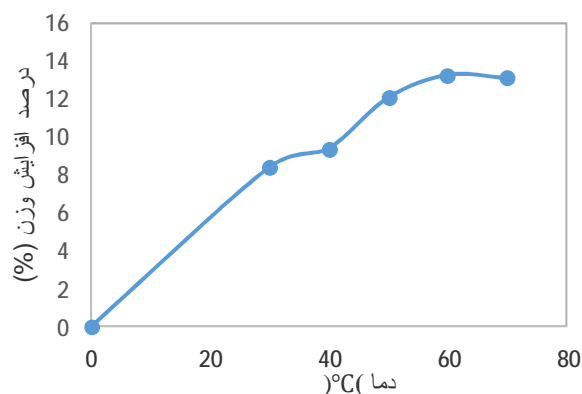
غلظت سدیم هیدروژن فسفات: 10 درصد) و تغییر محدوده زمانی (0/5 ساعت، 1، 1/5، 2 و 2/5 ساعت) میزان اثرگذاری سدیم هیدروژن فسفات در بازه‌های زمانی متفاوت بر وزن‌دهی ابریشم بررسی می‌شود. با توجه به نتایج حاصل از نمودار 11، زمان بهینه 1 ساعت در نظر گرفته شده است.



نمودار 11. بررسی اثر زمان حضور هیدروژن فسفات سدیم بر کیفیت وزن‌دهی الیاف ابریشم

#### 2-4-6. دمای سدیم هیدروژن فسفات

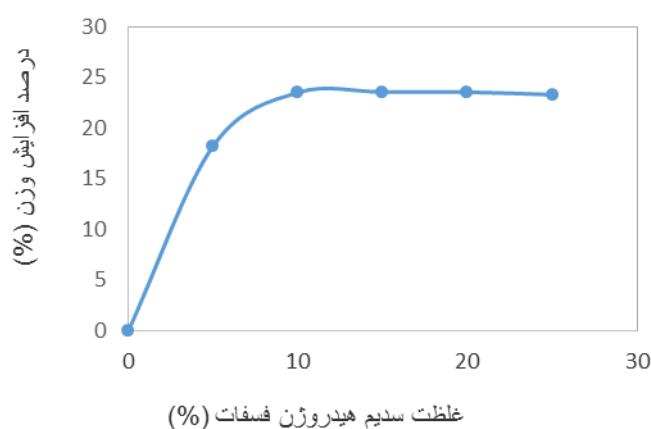
به منظور بررسی اثر دمای هیدروژن فسفات سدیم بر کیفیت وزن‌دهی الیاف ابریشم توسط قلع (II) کلرید سایر فاکتورها ثابت (زمان: 1 ساعت، pH اولیه: 10، pH ثانویه: 8/5 و غلظت سدیم هیدروژن فسفات: 10 درصد) و دما در محدوده‌هایی معین (30، 40، 50، 60 و 70°C) بررسی شدند. با توجه به نمودار 12 محدوده دمایی 60°C، محدوده بهینه برای تثبیت قلع (II) کلرید بر الیاف ابریشم توسط هیدروژن فسفات سدیم است.



نمودار 12. بررسی دمای محلول هیدروژن فسفات سدیم بر کیفیت وزن‌دهی الیاف ابریشم

## 2-4-7. غلظت سدیم سیلیکات

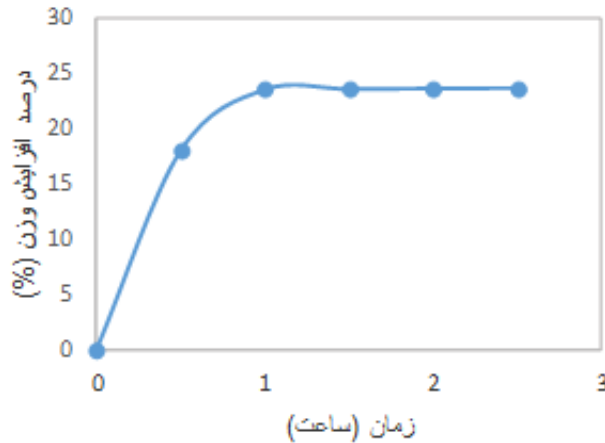
به منظور تثبیت کامل قلع (II) کلرید از سدیم سیلیکات استفاده می‌شود. در این بخش مشابه پارامتر پیشین، سایر پارامترها ثابت در نظر گرفته شده‌اند (دما:  $50^{\circ}\text{C}$ ، زمان: 1 ساعت، pH اولیه: 10/5، pH ثانویه: 10/5) و تنها متغیر این بخش غلظت سدیم سیلیکات (5، 10، 15، 20 و 25 درصد) است. همان‌طور که در نمودار 13 نشان داده شده است، در محدوده غلظت 5-10 درصد روند وزن‌دهی به صورت افزایشی است اما پس از غلظت 10 درصد فرایند ثابت خواهد بود.



## نمودار 13. بررسی اثر غلظت سدیم سیلیکات بر وزن‌دهی الیاف ابریشم

## 2-4-8. زمان اثر سدیم سیلیکات

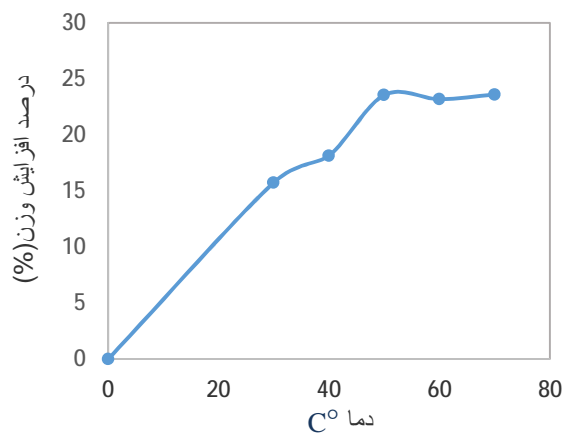
در این بخش نیز با ثابت در نظر گرفتن سایر پارامترها (دما:  $50^{\circ}\text{C}$ ، pH اولیه: 10/5، pH ثانویه: 10/5 و غلظت فسفات سدیم سیلیکات: 10 درصد) و تغییر محدوده زمانی (0/5 ساعت، 1، 1/5، 2، 2/5 و 3 ساعت) میزان اثرگذاری سدیم سیلیکات در بازه‌های زمانی متفاوت بر وزن‌دهی ابریشم بررسی می‌شود. با توجه به نتایج حاصل از نمودار 14، زمان بهینه 1 ساعت در نظر گرفته شده است.



نمودار 14. بررسی اثر زمان حضور سدیم سیلیکات بر کیفیت وزن دهی الیاف ابریشم

2-4-9. دمای سدیم سیلیکات

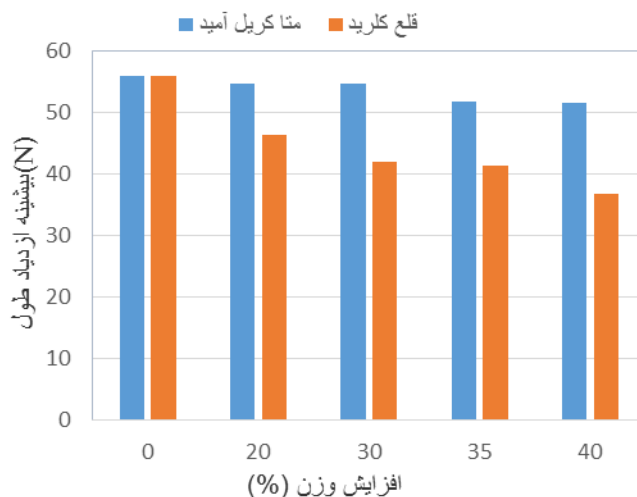
به منظور بررسی اثر دمای سدیم سیلیکات بر کیفیت وزن دهی الیاف ابریشم توسط قلع (II) کلرید، سایر فاکتورها ثابت (زمان: 1 ساعت، pH اولیه: 10/5، pH ثانویه: 10/5 و غلظت سدیم سیلیکات: 10 درصد) و دما در محدوده‌هایی معین (30، 40، 50، 60 و 70°C) بررسی شد. با توجه به نمودار 15 محدوده دمایی 50°C محدوده بهینه جهت تثبیت قلع (II) کلرید بر الیاف ابریشم توسط سدیم سیلیکات است.



نمودار 15. بررسی دمای محلول سدیم سیلیکات بر کیفیت وزن دهی الیاف ابریشم

## 2-5. تعیین نیرو و درصد ازدیاد طول

در این بخش 30 نمونه وزن داده شده به طول 500 میلی متر توسط هریک از تکنیک های وزن داده شده تهیه و بین دو فک با سرعت ثابت 500 میلی متر در دقیقه قرار داده شدند تا تحت کشش قرار گیرند. در نهایت مقدار بیشینه نیروی وارد بر نخ و میزان درصد ازدیاد طول نمونه های وزن دهی شده به دست خواهد آمد. جدول 2 نشان دهنده دسته بندی نمونه های وزن داده شده به همراه اطلاعات حاصل از اعمال کشش است. نتایج حاکی از کاهش تناسیتی، ازدیاد طول و میزان بیشینه نیروی وارد بر کالای وزن داده شده است. نمودارهای 16، 17 و 18 بیشینه نیروی وارد بر نخ، بیشینه ازدیاد طول و تناسیتی حاصل از هر دو روش را نشان می دهند.



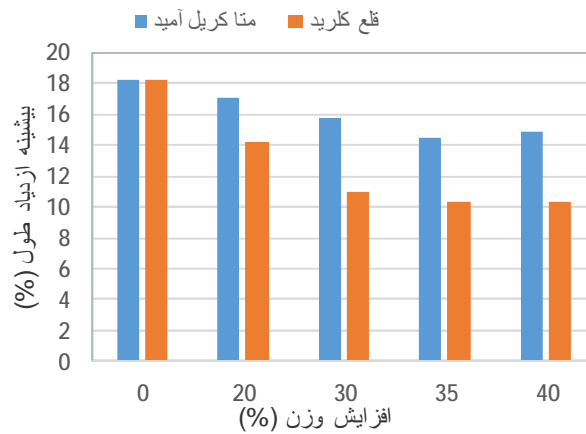
نمودار 16. مقایسه بیشینه نیروی وارد بر نخ نمونه های وزن داده شده با استفاده از MAA و قلع (II) کلرید



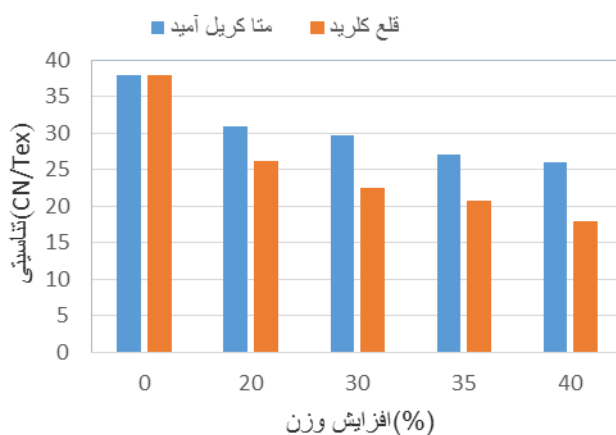
جدول 2. نتایج میانگین نیرو، ازدیاد طول و تناسبی نمونه‌های وزن داده‌شده ابریشم

افزایش وزن (%)	بیشینه نیروی وارد بر نخ وزن داده شده (N) توسط MAA	بیشینه نیروی وارد بر بر نخ وزن داده شده (N) توسط کلرید قلع	بیشینه ازدیاد طول نخ وزن داده شده (%) توسط MAA	بیشینه ازدیاد طول نخ وزن داده شده (%) توسط کلرید قلع	تناسبتی نخ وزن داده شده (CN/TeX)	تناسبتی نخ وزن داده شده (CN/TeX)
۵	۵۵/۹۰ (±۱/۶۰)	۵۵/۹۰ (±۱/۶۰)	۱۸/۲۱ (±۱/۴۸)	۱۸/۲۱ (±۱/۴۸)	۳۸/۵۳ (±۱/۵۹)	۳۸/۵۳ (±۱/۵۹)
۲۵	۵۴/۵۸ (±۳/۶۰)	۴۶/۳۵ (±۳/۷۳)	۱۷/۵۷ (±۳/۵۱)	۱۴/۲۷ (±۱/۹۳)	۳۰/۹۴ (±۲/۴۵)	۲۶/۲۷ (±۲/۵۴)
۳۵	۵۴/۶۷ (±۲/۵۲)	۴۶/۹۷ (±۲/۷۴)	۱۵/۷۲ (±۱/۶۵)	۱۵/۹۷ (±۵/۸۵)	۲۹/۷۶ (±۱/۳۷)	۲۲/۴۸ (±۱/۸۶)
۳۵	۵۱/۷۶ (±۴/۴۸)	۴۱/۳۴ (±۲/۵۳)	۱۴/۵۱ (±۲/۹۶)	۱۵/۳۲ (±۲/۵۳)	۲۷/۵۸ (±۳/۵۵)	۲۵/۸۳ (±۲/۷۸)
۴۵	۵۱/۶۰ (±۴/۴۹)	۳۶/۷۶ (±۷/۲۸)	۱۴/۸۳ (±۲/۱۷)	۱۵/۳۹ (±۲/۵۲)	۲۶/۵۵ (±۳/۵۵)	۱۷/۸۶ (±۴/۹۶)

نتایج حاصل از مقایسه دو روش اعمال شده به منظور افزایش وزن نشان داد، تکنیک وزن دهی توسط متاکریل آمید نسبت به تکنیک وزن دهی توسط قلع (II) کلرید میزان کاهش کمتری در هر یک از سه مؤلفه مورد بررسی داشته است.



نمودار 17. مقایسه بیشینه درصد ازدیاد طول نمونه‌های وزن داده‌شده با استفاده از MAA و قلع (II) کلرید



#### نمودار 18. مقایسه تناسیتی نمونه‌های وزن داده‌شده با استفاده از MAA و قلع (II) کلرید

برای مثال میزان کاهش بیشینه نیروی وارد بر نخ در روش وزن‌دهی توسط متاکریل آمید حدود 4 نیوتون گزارش شده است، در صورتی که در روش وزن‌دهی توسط قلع (II) کلرید این مقدار برابر 14 نیوتون است. نکته قابل توجه در این بخش مربوط به تغییر نکردن بیشینه نیروی وارد بر نخ ابریشمی وزن داده‌شده توسط متاکریل آمید بعد از 25 درصد افزایش وزن، و کاهش شدید این مقدار در الیاف ابریشم وزن داده‌شده توسط قلع (II) کلرید است. این مهم بدین معناست که ویژگی‌های مکانیک ذاتی ابریشم برخلاف روش وزن‌دهی توسط قلع (II) کلرید توسط فرایند پیوندی متاکریل آمید تحت تأثیر قرار نمی‌گیرد. نتایج آزمایش‌ها، درصد کاهش بیشینه ازدیاد طول نخ به روش وزن‌دهی توسط متاکریل آمید و قلع (II) کلرید را به ترتیب برابر 3/5 و 8 درصد تخمین زده‌اند. این اختلاف شدید بین دو روش، نشان‌دهنده سازگاری بیشتر ابریشم با ساختار متاکریل آمید است. از سوی دیگر، استفاده از قلع (II) کلرید در وزن‌دهی الیاف ابریشم سبب ایجاد کمپلکس‌هایی همچون قلع، فسفات و سیلیکات می‌شود. هریک از ترکیبات نامبرده منجر به تضعیف ساختار نخ و تجزیه آن می‌شود.

#### 2-6. ثبات نوری

از دیگر موارد مطالعه‌شده در این فرایند، بررسی ثبات نوری نخ‌های وزن داده‌شده توسط متاکریل آمید و قلع (II) کلرید است. در این بخش، نخ وزن داده‌شده و وزن داده‌نشده به مدت 120 ساعت در مقابل لامپ گزنون قرار گرفته‌اند تا میزان تغییر در سفیدی نخ‌ها بررسی شود. آزمایش ثبات نوری طبق استاندارد ملی ایران شماره 4084 انجام شده است. نتایج به‌دست‌آمده در جدول 3 گزارش شده است. با توجه به نتایج حاصله، استفاده از قلع (II) کلرید سبب حساس شدن الیاف ابریشم به نور و در نتیجه کاهش ثبات نوری می‌شود.

جدول 3. نتایج آزمایش ثبات نوری روی نخ ابریشمی وزن داده شده به وسیله متاکریل آمید و قلع (II) کلرید

ماده وزن دهنده	افزایش وزن (درصد)	ثبات نوری
-	0	بالا تر از 6
متاکریل آمید	35	بالا تر از 6
قلع (II) کلرید	25	6
قلع (II) کلرید	35	5

### 3. نتیجه گیری

در این پژوهش به منظور وزن دهی به الیاف ابریشم از دو روش استفاده شده است: روش نخست، استفاده از ترکیب متاکریل آمید و روش دوم استفاده از قلع (II) کلرید. هدف از این پروژه، مقایسه این دو روش تعریف شده است. بدین منظور تمامی پارامترهای تأثیرگذار بر کیفیت وزن دهی مانند دما، pH، غلظت، L:R و زمان بررسی شدند. با توجه به مطالعات انجام شده، روش وزن دهی به وسیله متاکریل آمید روش مناسبی شناخته شد. هر یک از روش های به کاررفته معایب و مزایای خاص خود را دارند؛ برای مثال در روش وزن دهی به وسیله متاکریل آمید فرایند در حمام یک مرحله ای صورت می گیرد، در صورتی که در روش وزن دهی به وسیله قلع (II) کلرید از حمام چند مرحله ای استفاده می شود. از جمله دیگر معایب این روش می توان به استفاده از ترکیباتی همچون سیلیکات و فسفات اشاره کرد. از سویی مدت زمان این فرایند و پساب حاصل از آن در مقایسه با روش وزن دهی توسط متاکریل آمید بسیار بیشتر است. در روش وزن دهی به روش قلع (II) کلرید افزایش وزن دهی محدودیت خاصی نداشته و با تکرار مراحل افزایش وزن کالا به دست می آید، در صورتی که در روش وزن دهی به وسیله متاکریل آمید، محدودیت وزن دهی وجود دارد. پس از تمامی مطالعات صورت گرفته، بیشینه نیروی وارد بر نخ، بیشینه ازدیاد طول و تناسبی حاصل از هر دو روش بررسی شد. در نهایت نتایج نشان داد فرایند وزن دادن به وسیله متاکریل آمید نسبت به فرایند وزن دهی به روش قلع (II) کلرید، ویژگی های فیزیکی مطلوبی را ارائه می دهند.

## منابع

1. Allardyce, B. J., Rajkhowa, R., Dilley, R. J., Atlas, M. D., Kaur, J., & Wang, X. (2016), "The impact of degumming conditions on the properties of silk films for biomedical applications", *Textile Research Journal*, 86 (3), pp. 275-287.
2. Aramwit, P., Siritientong, T., & Srichana, T. (2012), "Potential applications of silk sericin, a natural protein from textile industry by-products", *Waste Management & Research*, 30 (3), pp. 217-224.
3. Freddi, G., Mossotti, R., & Innocenti, R. (2003), "Degumming of silk fabric with several proteases", *Journal of Biotechnology*, 106 (1), pp. 101-112.
4. Gulrajani, M. (1992), "Degumming of silk", *Coloration Technology*, 22 (1), pp. 79-89.
5. Ki, C. S., Gang, E. H., Um, I. C., & Park, Y. H. (2007), "Nanofibrous membrane of wool keratose/silk fibroin blend for heavy metal ion adsorption", *Journal of Membrane Science*, 302 (1), pp. 20-26.
6. Ko, J. S., Yoon, K., Ki, C. S., Kim, H. J., Bae, D. G., Lee, K. H., Um, I. C. (2013), "Effect of degumming condition on the solution properties and electrospinnability of regenerated silk solution", *International journal of biological macromolecules*, 55, pp. 161-168.
7. Liu, Y., Yu, T., Liu, H., Qian, J., & Deng, J. (1995), "Immobilization of glucose oxidase in the regenerated silk fibroin membrane: characterization of the membrane structure and its application to an amperometric glucose sensor employing ferrocene as electron shuttle", *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 64 (3), pp. 269-276.
8. Marsh, R. E., Corey, R. B., & Pauling, L. (1955), "An investigation of the structure of silk fibroin", *Biochimica et Biophysica acta*, 16, pp. 1-34.
9. Miller, J., & Reagan, B. (1989), "Degradation in weighted and unweighted historic silks", *Journal of the American Institute for Conservation*, 28 (2), pp. 97-115.
10. Naito, K., Takeno, A., Morifuji, R., Miyata, T., Miwa, M., & Takahashi, S. (2017), "Variation of periodic crazing based on polymer blends of an ultra-high and a low molecular weight poly (methyl methacrylate)", *Journal of applied polymer science*, 134 (1).
11. Nayak, P. L., Lenka, S., & Pati, N. C. (1979), "Grafting vinyl monomers onto silk fibers. II. Graft copolymerization of methyl methacrylate onto silk by hexavalent chromium ion", *Journal of applied polymer science*, 23 (5), pp. 1345-1354.
12. Padamwar, M., & Pawar, A. (2004), "Silk sericin and its applications: A review", *Journal of Scientific & Industrial Research*, 63 (323-329).

13. Pavoni, E., Tozzi, S., Tsukada, M., & Taddei, P. (2016), "Structural study on methacrylamide-grafted Tussah silk fibroin fibres", *International journal of biological macromolecules*, 88, pp. 196-205.
14. Pérez-Rigueiro, J., Elices, M., Llorca, J., & Viney, C. (2002), "Effect of degumming on the tensile properties of silkworm (*Bombyx mori*) silk fiber", *Journal of applied polymer science*, 84 (7), pp. 1431-1437.
15. Ramadan, A., Mosleh, S., & Gawish, S. (2004), "Weighting and improvement of silk properties", *Journal of applied polymer science*, 93(4), pp. 1743-1747.
16. Salehi, A. H., Bahrami, S. H., & Arami, M. (2005), "Graft copolymerization of 2-Hydroxyethyl Methacrylate (HEMA) on persian silk yarn", *Research Journal of Textile and Apparel*, 9 (3), pp. 1-11.
17. Shao, Z., & Vollrath, F. (2002), "Materials: Surprising strength of silkworm silk", *Nature*, 418 (6899), pp. 741-741.
18. Sionkowska, A., Lewandowska, K., Michalska, M., & Walczak, M. (2016), "Characterization of silk fibroin 3D composites modified by collagen", *Journal of Molecular Liquids*, 215, pp. 323-327.
19. Solazzo, C., Dyer, J. M., Deb-Choudhury, S., Clerens, S., & Wyeth, P. (2012), "Proteomic Profiling of the Photo-Oxidation of Silk Fibroin: Implications for Historic Tin-Weighted Silk", *Photochemistry and photobiology*, 88 (5), pp. 1217-1226.
20. Tsukada, M., Freddi, G., Ishiguro, Y., & Shiozaki, H. (1993), "Structural analysis of methacrylamide-grafted silk fibers", *Journal of applied polymer science*, 50 (9), pp. 1519-1527.

