

Polibutilén-szukcinát alapú nanoszálarcmaszk szűrőanyagok előállítása és vizsgálata

Preparation and investigation of polybutylene succinate-based nanofiber face mask filter materials

VIRÁG Ábris Dávid¹, doktorandusz,
Dr. MOLNÁR Kolos^{1,2}, adjunktus

¹ Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Polimertechnika Tanszék, 1111, Budapest, Műegyetem rakpart 3., T épület III. emelet, Tel.: +36-1-463-1528, viraga@pt.bme.hu, www.pt.bme.hu

² MTA-BME Kompozittechnológiai Kutatócsoport. 1111, Budapest, Műegyetem rakpart 3., T épület III. emelet, Tel.: +36-1-463-1594, molnar@pt.bme.hu, <http://www.pt.bme.hu/kutato/index.php?l=m>

Abstract

It is proven in literature, that polymeric nanofiber mats have excellent filtration properties. During the research, we produced nonwoven fabrics (webs) by electrospinning, then we determined two of the most characteristic properties of these web structure applying scanning electron microscopy: the average fibre diameter and the pore size. Furthermore, we determined the glass transition temperature, the degree of crystallinity and the crystal melting temperature of the samples by differential scanning calorimetry. From the performed measurements we concluded the filtration properties of each sample and its applicability as a filter material.

Keywords: nanofiber, PBS, face-mask, filter, electrospinning

Kivonat

Számos kutatás igazolja, hogy a polimer alapú, nanoszálarcmaszk kiváló szűrési tulajdonságokkal rendelkeznek. Jelen kutatás során elektro-szálképzéssel nanoszálarcmaszkot (szűrőanyagot) állítottunk elő, majd pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálat segítségével meghatároztuk a szűrőanyag szerkezetét szempontjából két legjellemzőbb tulajdonságot: az átlagos szálátmérőt és pórusméretet. Továbbá differenciális pásztázó kalorimetriával meghatároztuk a minták üveges átmeneti hőmérsékletét, kristályos részarányát és kristályolvadási hőmérsékletét. Az elvégzett vizsgálatokból következtítettünk az egyes minták szűrési tulajdonságaira és szűrőanyagként történő alkalmazhatóságára.

Kulcsszavak: Nanoszál, Polibutién-szukcinát, arcmaszk, Szűrő, Elektro-szálképzés

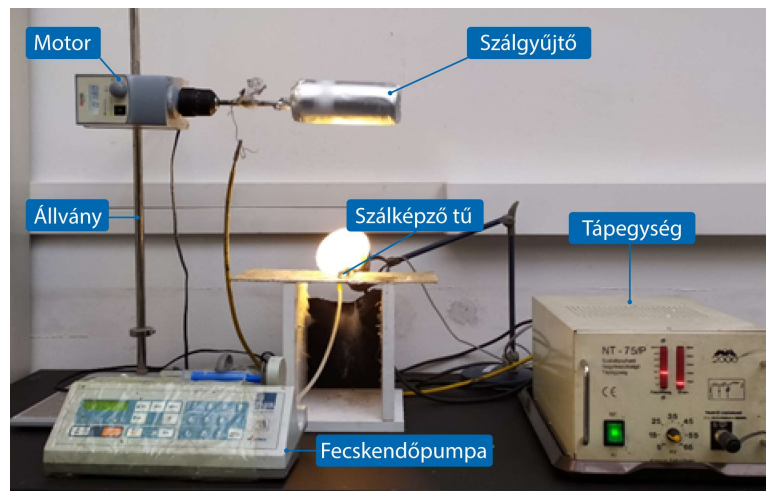
1. BEVEZETÉS

A Covid-19 koronavírus járvány és az ezzel szembeni védekezés kapcsán az orrot és szájat egyaránt eltakaró, többrétegű, megfelelő szűrési hatékonyságú polimer maszkok kulcsfontosságúvá váltak [1,2]. A járványügyi intézkedések következményeként számos országban elrendelték a kötelező maszkviselést, így az intézkedésekkel párhuzamosan nemcsak a maszkok gyártása nőtt jelentős mértékben, hanem a többségében egyszer használatos maszkokból keletkező műanyag hulladék mennyisége is. Konzervatív becslések szerint 2020-ban 1,56 milliárd(!) arcmaszk került az óceánokba a felelőtlen emberi magatartás eredményeként [3]. Éppen ezért a polietilén-tereftaláttól (PET) készült palackok mellett [4], egyre sürgetőbb kérdés a polimer maszkok környezetterhelésének csökkentése is. Utóbbira megoldást jelenthet a biológiai úton lebontható arcmaszkok előállítása, például polibutilén-szukcinát (PBS) alapanyagból. Az egészségügyi maszkok PBS alapanyagból történő előállítása egy olyan fenntartható és környezetbarát alternatívát jelenthet, amely a hulladékok mennyiségének csökkentése és a körforgásos gazdaság szempontjából egyaránt kulcsfontosságú lehet a közeljövőben.

2. FELHASZNÁLT ANYAGOK ÉS ALKALMAZOTT MÓDSZEREK

A vizsgálatok során különböző tömegszázalékú PBS-alapú oldatokból (alapanyag: Natureplast PBE-003, oldószer: Chloroform EMPLURA, 8.22265.2500) elektro-szálképzéssel állítottunk elő nemszőtt textíliákat. A homogén oldatok előállítására érdekében a 8,5 m%, 9,0 m% és 9,5 m% koncentrációjú PBS-oldatokat egy éjszakán át szobahőmérsékleten kevertük egy mágneses keverővel.

Az elektro-szálképzéshez alkalmazott berendezés az 1. ábrán, az egyes anyagok előállításához tartozó beállítási paraméterek pedig az 1. táblázatban láthatók. A kísérletekhez MA2000 NT 65/P (Magyarország) típusú nagyfeszültségű tápegységet használtunk. A tűátmérő minden esetben 0,51 mm, a gyűjtőhenger átmérője 65 mm, fordulatszáma 180 1/perc volt, az alkalmazott feszültség és a földelt fém szálgyűjtő és a tű közötti távolságértékek pedig az 1. táblázatban találhatók. A különböző oldatkonzentrációkat a szakirodalomban található empirikus eredmények, illetve az általunk végzett előkísérletek alapján határoztuk meg. Az oldatokat egy Aitecs SEP-10S plus (Litvánia) fecskendőpumpa segítségével tápláltuk be, állandó térfogatárammal és a kapillárison belül állandó (a különböző áramlási sebességekhez kapcsolódó) áramlási sebességgel.



1. ábra. Az alkalmazott elektro-szálképző berendezés

Az egyes anyagok előállításához tartozó beállítási paraméterek

1. táblázat

Minta kódja	Koncentráció [m%]	Feszültség [kV]	Gyűjtőtáv [mm]	Térfogatáram [ml/h]
A	9,0	25	250	5
B	8,5	18	250	5
C	9,5	18	250	5
D	8,5	30	300	2

A szálak morfológiáját pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM; Jeol 6380 LA, Japán) vizsgáltuk. A vizsgálatokhoz a minták felületét finom arany bevonattal láttuk el, ehhez a Jeol JFC-1200 (Jeol Ltd., Japán) aranybevonatoló berendezést használtuk. A SEM felvételek alapján, az ImageJ 1.51k szoftvert alkalmazva, meghatároztuk száz egyedi szál mérése alapján az átlagos szálátmérőt, illetve 200 véletlenszerű Feret-átmérő mérése alapján következtettünk az átlagos pórusméretre.

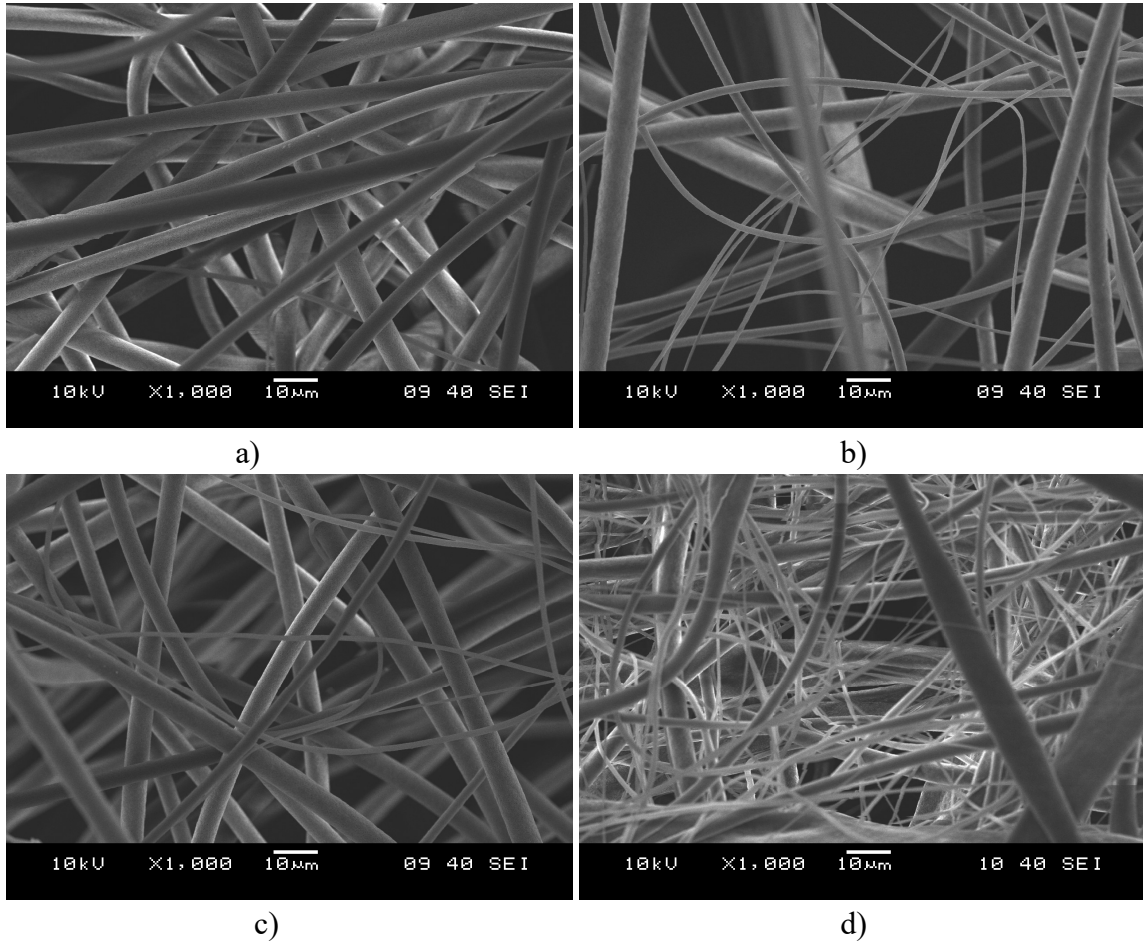
Az előállított mintákban végbemenő fizikai átalakulásokat a DSC Q2000 (TA Instruments, USA) differenciális pásztázó kaloriméterrel vizsgáltuk. A mérés során fűt-hűt-fűt ciklust alkalmaztunk, (-60)-180 °C-os hőmérséklet tartományban, 10 °C/perc-es fűtési, illetve hűtési sebesség mellett. A DSC görbék alapján meghatároztuk az egyes minták kristályos részarányát, üveges átmeneti (T_g) és kristályolvadási hőmérsékletét (T_m). Az előkészített minták tömege minden esetben kb. 5-10 mg volt. A kristályos részarány, az üveges átmeneti hőmérséklet és a kristályolvadási hőmérséklet meghatározásához a TA Universal Analysis programot használtuk. A kristályos részarányt (X_c) az (1) összefüggés alapján határoztuk meg:

$$X_c = (\Delta H_m / \Delta H_m^0) 100 [\%] \quad (1)$$

ahol, ΔH_m a felfűtésből számolt entalpia (J/g), $\Delta H_m^0 = 210$ J/g a 100% kristályos PBS entalpiája [5].

3. EREDMÉNYEK

Az elektro-szálképzés minden esetben sikeres volt, mert minden beállítással szálak szerkezetet kaptunk. Az előállított minták SEM képei a 2. ábrán, az egyes mintákra meghatározott átlagos szálátmérő és Feret-átmérő értékek a 2. táblázatban láthatók.



2. ábra. A vizsgált minták SEM képei (a: A minta, b: B minta, c: C minta, d: D minta)

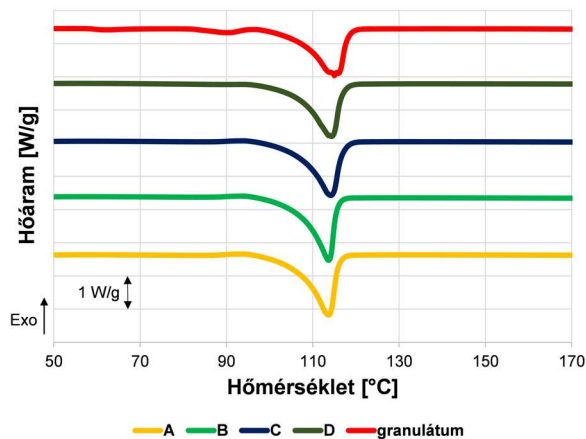
A vizsgált anyagok átlagos szálátmérője és pórusmérete

2. táblázat

Minta kódja	Szálátmérő [µm]	Pórusméret [µm]
A	4,7±1,2	36,6±74,8
B	4,0±2,1	115,9±139,6
C	4,0±1,7	16,3±30,5
D	1,2±1,1	3,1±5,2

A 2. ábra és a 2. táblázat alapján megállapítható, hogy az első három esetben a szálátmérő nagyjából azonos 4 µm volt, és döntő többségében a mikrométerű szálak domináltak, azonban a D esetben az átlagos szálátmérő már csak 1,2 µm-re adódott, és egy nagyon sűrű, tömött struktúra alakult ki, amelyben a szálátmérők nagyrésze a nanométeres (500-700 nm) tartományba esett. Látható, hogy az átlagos pórusméret ebben az esetben egy (a B esethez képest két) nagyságrenddel kisebb értékre adódott, a pórusok többsége a 110 és 300 nm közötti volt. Ezek alapján – tekintve, hogy a vírusok mérete általában a 20 és 200 nm közötti tartományba esik [2] – a D minta már alkalmas lehet szűrőanyagként, bár érdemes lenne a beállításokat tovább finomítani, annak érdekében, hogy az átlagos szálátmérő is a nanométeres tartományba essen és tovább csökkenjen a pórusméret.

A DSC vizsgálatok eredményeit a 3. táblázat foglalja össze, a technológiát jellemző első felfűtési ciklus pedig a 3. ábrán látható.



3. ábra. A vizsgált anyagok DSC görbéi az első felfűtési ciklusban

Az alapanyag és a vizsgált anyagok karakterisztikus hőmérsékletei és kristályos részarányai

3. táblázat

Minta kódja	T_g [°C]	T_m [°C]	X_c [%]
A	-25.9	113.7	38
B	-29.4	113.6	37
C	-27.1	114.2	37
D	-28.3	114.3	38
granulátum	-31.5	115.0	38

A 3. ábra és a 3. táblázat alapján látható, hogy az alapanyaghoz képest az üveges átmeneti hőmérséklet kis mértékben nőtt, a kristályolvadási hőmérséklet pedig kis mértékben csökkent minden esetben, ugyanakkor a kristályos részarány nem változott jelentős mértékben. Ezek alapján megállapítható, hogy a szálforma nem gátolta az anyag kristályosodását egyik vizsgált esetben sem.

4. KÖVETKEZTETÉSEK

Az elvégzett vizsgálatok alapján a D jelű vizsgálati minta alkalmas lehet arcmaszkok szűrőanyagának, ezáltal a közeljövőben lehetőség nyílna olyan arcmaszkok előállítására, amelyek hatékony eszközként szolgálnak a Covid-19 koronavírus járvánnyal szemben és emellett biológiai úton lebonthatók is.

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

A kutatás az Innovációs és Technológiai Minisztérium ÚNKP-20-3 és ÚNKP-20-5 kódszámú Új Nemzeti Kiválóság Programjának szakmai támogatásával, valamint az MTA Bolyai János Kutatási Ösztöndíj támogatásával készült. A jelen publikációban megjelenő kutatások az ITM NKFIA által nyújtott TKP2020 NKA támogatásból, az NKFIH által kibocsátott támogatói okirat alapján valósultak meg (projekt azonosító: TKP2020 BME-NAT). A szerző részvételét az OGÉT 2021 konferencián az Emberi Erőforrás Támogatáskezelő NTP-HHTDK-20 pályázata támogatta.

IRODALMI HIVATKOZÁSOK

- [1] Czigány T., Ronkay F.: *The coronavirus and plastics*. eXPRESS Polymer Letters, 2020, 14(6), 510–511.
- [2] Molnár K., Mészáros L.: *The role of electrospun nanofibers in the fight against the COVID-19*. eXPRESS Polymer Letters, 2020, 14(7), 605.
- [3] Bondaroff T. P., Cooke S.: *Masks on the Beach: The Impact of COVID-19 on Marine Plastic Pollution*. <https://oceansasia.org/wp-content/uploads/2020/12/Marine-Plastic-Pollution-FINAL-1.pdf> (Utolsó letöltés: 2021. 02.26).
- [4] Szabó V. A., Dogossy G.: *Investigation of Flame Retardant rPET Foam*. Periodica Polytechnica Mechanical Engineering, 2020, 64(1), 81–87.
- [5] Papageorgiou G. Z., Bikiaris D. N.: *Crystallization and melting behavior of three biodegradable poly(alkylene succinates). A comparative study*. Polymer, 2005, 46(26), 12081–12092.