

بررسی مورفولوژی و راندمان تولید نانوالیاف تهیه شده به روش فرایند الکتروریسی با چند نازل

رضا آذرافزا^{۱*}، امیر حسین رضایی^۲، میلاد مصلحی عراقی^۳

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۶/۰۸/۰۱، ش.ص: ۹۷-۱۱۲، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۷/۰۶/۰۷)

چکیده

الکتروریسی روشی ساده و مناسب برای تولید پیوسته نانوالیاف با ویژگی‌های برجسته می‌باشد. در این پژوهش الکتروریسی محلول پلی‌اکریلونیتریل با چند نازل با بررسی تأثیر پارامترهایی مانند غلظت محلول، ولتاژ و دبی بر روی قطر نانوالیاف تولیدی و همچنین نرخ تولید نانوالیاف در مقایسه با روش تک نازل مورد آزمایش قرار گرفته است. نتایج نشان می‌دهد با افزایش غلظت محلول از ۸٪ به ۱۰٪ وزنی، به علت افزایش ویسکوزیته و مشکل تر شدن کشیدن جت، قطر متوسط الیاف از ۱۳۵ به ۱۹۱ نانومتر و نرخ تولید در غلظت‌های مشابه در چند نازل در مقایسه با تک نازل افزایش می‌یابد. در حالت چند نازل در ولتاژهای پایین‌تر با افزایش ولتاژ به ازای هر ۵ کیلو ولت، نرخ تولید ۲ برابر و در ولتاژهای بالاتر ۱/۶ برابر افزایش می‌یابد. همچنین ولتاژ تا یک مقدار بهینه باعث افزایش متوسط قطر الیاف و بیش از این میزان باعث کاهش آن می‌شود. بررسی تأثیر دبی محلول نشان داد که نرخ تولید با افزایش دبی محلول از ۰/۵ به ۱ ml/h دو برابر و قطر متوسط الیاف از ۱۶۴ به ۱۹۱ نانومتر افزایش می‌یابد. در حالیکه با افزایش بیشتر دبی از ۱ به ۲ ml/h، به دلیل عدم توانایی نیروی الکترواستاتیک در تبدیل تمامی محلول به الیاف باعث کاهش قطر الیاف و نیز کاهش نرخ تولید می‌شود. به نظر می‌رسد در الکتروریسی چند نازله، می‌توان با افزایش ولتاژ و غلظت، نرخ تولید را تا میزان چندین برابر افزایش داد. همچنین دبی تأثیر مشخصی در افزایش نرخ تولید ندارد.

واژه‌های کلیدی: نانوالیاف، مالتی جت، الکتروریسی، نازل، پلی‌اکریلونیتریل، مورفولوژی، نرخ تولید.

^۱ - استادیار، گروه مکانیک، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوریهای ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

^۲ - کارشناس ارشد، مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر تهران

^۳ - کارشناس ارشد، مهندسی مکانیک، دانشگاه آزاد اسلامی - واحد سنندج

*-نویسنده مسئول مقاله: azarmut@mut.ac.ir

پیشگفتار

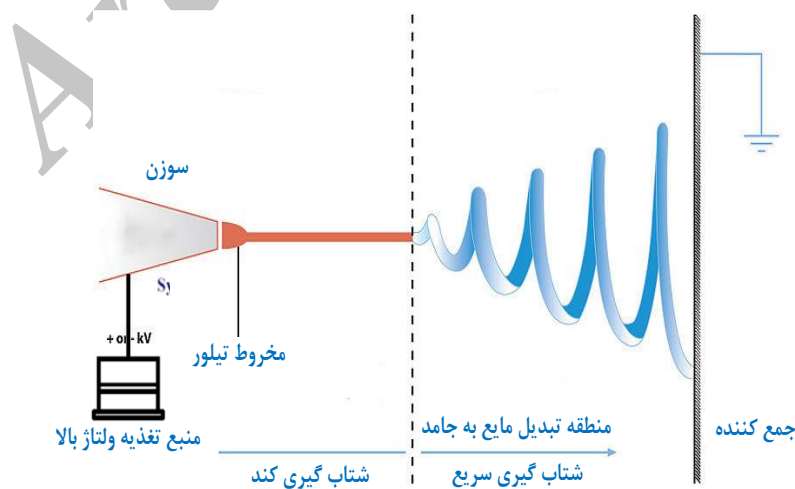
کشش سطحی غلبه کرده و باعث بیرون زدن یک جت باردار می‌گردد. نیروهای الکترواستاتیکی، جت را چندین هزار برابر کشیده و منجر به تشکیل یک جت خیلی باریک می‌شود. جت تا فاصله مشخصی به صورت مستقیم به جلو رفته و بعد از آن خمیده شده و یک مسیر حلقه‌وار و مارپیچی را طی می‌کند. جت پلیمر به طرف هدف که به-عنوان جمع‌کننده بوده و به زمین متصل است، حرکت کرده و روی آن شروع به انباشته شدن می‌کند. این تکنیک، الیافی تولید می‌کند که قطری در حدود ده الی صد برابر کوچک‌تر از الیافی است که از طریق فرآیندهای سنتی ریسندگی مذاب یا ریسندگی محلولی به دست آمده‌اند. شکل ۱ شمایی از انجام فرآیند الکتروریسی را نشان می‌دهد [۳].

رپارامترهای بسیاری در تبدیل محلول پلیمر به نانوالیاف در فرآیند الکتروریسی تأثیرگذار هستند. این پارامترها عبارتند از [۵]:

- ۱- مشخصات محلول مثل غلظت، ویسکوزیته، الاستیسیته، هدایت، و تنش سطحی؛
- ۲- متغیرهای دستگاه مثل فشار هیدرواستاتیک در محفظه نازل، پتانسیل الکتریکی در نوک نازل، و فاصله بین نوک نازل تا جمع‌کننده؛
- ۳- پارامترهای محیط مثل دمای محلول، رطوبت، و سرعت هوا در محفظه الکتروریسی.

نانو الیاف، گستره متنوعی از مواد رشته‌ای شکل به قطر ۱ تا ۱۰۰۰ نانومتر هستند. امروزه زمینه‌های کاربردی زیادی بر پایه نانوالیافها وجود دارد. برخی از این کاربردها شامل ذخیره‌سازی انرژی، مهندسی محیط زیست، بیوتکنولوژی، بیومهندسی شامل مهندسی بافت، رهایش دارو و پانسمان زخم، صنایع دفاع شامل لباس ضدگلوله و انواع سنسورها (بیو، نوری، شیمیایی و گازی)، نانوکامپوزیت‌ها، کاتالیست‌ها، فیلتراسیون، الکترونیک و فوتونیک می‌باشند. طی چند سال گذشته تعدادی از تکنیک‌های فرآیندی مانند کشش، سنتز شابلونی، جدایی فازی، چگالش از فاز بخار و الکتروریسی برای تهیه نانوالیاف به کار گرفته شده است [۱ و ۲].

فرآیند الکتروریسی روشی است که می‌تواند الیافی بسیار نازک در حد چند نانومتر تا چندین میکرون تولید کند و برای تولید انبوه نانو الیاف پلیمری به کار می‌رود [۲]. مکانیزم این روش بدین صورت است که پتانسیل الکتریکی بالا به محلول پلیمری (یا مذاب آن) که در انتهای اسپینرت (سوزن) معلق مانده است، اعمال شده و بار الکترواستاتیکی به محلول پلیمر داده می‌شود. در پتانسیل‌های الکتریکی کم نیروی دافعه الکترواستاتیکی با نیروی کشش سطحی توازن یافته؛ اما در پتانسیل‌های الکتریکی بالا نیروی الکترواستاتیکی در سطح مایع بر



شکل ۱- شمایی از انجام فرآیند الکتروریسی

روش الکتروسبینگ چند نازله برای تولید نانو الیاف را انجام دادند و همچنین پارامترهای مهم در این فرایند را بررسی نمودند به این نتیجه رسیدند که نازل‌های چند گانه موجب مشکلاتی مانند انحراف جت، کنترل فرایند پایین‌تر و کاهش کیفیت الیاف مس شود [۷]. یون و همکاران به منظور افزایش قدرت مکانیکی پلی استایرن با آن پلی آمید با استفاده از الکترو اسپینینگ چند نازله مخلوط کردند و اثرات مقدا نسبت بر مورفولوژی، مقاومت حرارتی، رفتار کششی، نفوذ پذیری هوا و بخار آب و آب دوستی سطح (جذب آب) را مورد بررسی قرار گرفت [۸]. سلیم بیگی و همکاران به الکترورسی محلول پلی وینیل الکل برای تولید نانوالیاف با ساختارهای متفاوت پرداختند و تاثیرات خواص محلول پلیمری شامل عدد بری و غلظت محلول پلیمری بر قابلیت الکترورسی محلول‌های پلی وینیل الکل را بررسی نمودند. و به این نتیجه رسیدند که با افزایش غلظت محلول پلی وینیل الکل میانگین قطر نانوالیاف افزایش می‌یابد [۹]. حبیبی و همکاران پوشش نانو ورق‌های گرافن بر زیر لایه نیکل به روش پلاسمای الکترولیتی کاتدی در محلول اتانول تهیه و کیفیت این ساختار با استفاده از طیف سنجی رامان مورد مطالعه قرار دادند و نشان دادند که با اعمال ولتاژ بالا بین دو الکتروود با نسبت سطح متفاوت در محلول، پلاسمای در اطراف کاتد ایجاد می‌شود و در یک مرحله و در مدت زمان بسیار کوتاه در فشار اتمسفر، نانو ورق گرافن از الکتروولیت حاوی اتانول به عنوان پیش ماده کربنی، تهیه شده و بر زیر لایه نیکل رسوب می‌کند [۱۰]. در تحقیقات گذشته اثر پارامترهای مختلف غلظت، دبی و ولتاژ بر الکترورسی و قطر الیاف بررسی نشده است. در این تحقیق سعی شده است با بررسی سه پارامتر کلیدی فرآیند الکترورسی شامل ولتاژ، دبی و غلظت، بازخورد این متغیرها مورد ارزیابی قرار گیرد. همچنین با انجام فرآیند الکترورسی تک نازل، مقایسه‌ای بین روش چند نازل و تک نازل از نظر نرخ تولید و تأثیر پارامترهای فرآیند روی قطر الیاف صورت گرفته است.

مواد و روش‌ها

آماده سازی محلول

در این تحقیق پلی اکریلونیتریل به‌عنوان پلیمر و دی‌متیل‌فرم‌آمید به‌عنوان حلال، مطابق خواص فیزیکی و

تولید نانو الیاف توسط فرآیند الکترورسی به وسیله پژوهشگران گوناگونی مورد تحقیق و بررسی قرار گرفته است. وارسانو و همکاران در پژوهشی به بررسی آزمایشگاهی فرآیند الکترورسی با چند نازل و یک الکتروود ثانویه پرداختند. نتایج نشان دادند که فرآیند الکترورسی با چند نازل می‌تواند برای افزایش بهروری و تولید نانوالیاف در مقیاس بزرگ مورد استفاده قرار گیرند [۱]. دینگ و همکارانش به بررسی ساخت شبکه‌های نانوالیاف زیست تخریب پذیر بافته نشده از طریق فرآیند الکترورسی با چند نازل پرداختند. در این تحقیق از ترکیب پلی‌وینیل‌الکل^۴ و سلولس‌استات^۵ برای تولید نانوالیاف استفاده گردید. نتایج نشان دادند که شبکه‌های نانوالیاف ترکیبی، پراکندگی خوبی دارند. به علاوه، خواص مکانیکی این شبکه‌ها به صورت گسترده تحت تأثیر نسبت وزنی PVA/CA قرار گرفتند. کاربردهای بالقوه شبکه‌های نانو الیاف ترکیبی شامل فیلترها و متریاال‌های پزشکی می‌باشند [۳].

در پژوهش کیم و همکاران به آنالیز پایداری فرآیند اصلاح شده الکترورسی با چند نازل با الکتروود استوانه‌ای پرداختند. الیاف با ابعاد نانو با استفاده از یک الکتروود خارجی استوانه‌ای متصل به نازل تک و چند نازل به منظور پایداری جت‌های الکترواسپین کننده ساخته شدند. نتایج نشان دادند که تکنیک الکترورسی تصحیح شده، روشی مناسب جهت افزایش نرخ تولید نانوالیاف می‌باشد [۴]. دیتزل و همکارانش تأثیر ولتاژ و بار الکتریکی روی مورفولوژی الیاف در روش الکترورسی محلول پلی‌اکسیداتیلن بررسی گردید. آن‌ها دریافتند که تغییر در مورفولوژی الیاف به‌دست آمده متأثر از دو پدیده، تغییر در شدت جریان الکترورسی و تغییر در شکل قطره اولیه می‌باشد [۵]. دمیر و همکارانش، در تحقیق دیگری با استفاده از الکترورسی پلی‌یورتان به بررسی تأثیر ولتاژ روی فرآیند و مورفولوژی و مشخصات الیاف تولید شده پرداختند. نتایج نشان دادند که قطر جت محلول با افزایش ولتاژ، افزایش می‌یابد و جریان الکتریکی بالاتر منجر به خروج سیال بیشتری از جت و در نتیجه بزرگ شدن قطر الیاف می‌گردد [۶]. سوفیا و همکاران مروری بر

4 -Poly Venyl Alcohol (PVA)
5 -Cellulose Acetate (CA)

استفاده از ترازوی دقیق، مقدار ۱۰ گرم از پودر این پلیمر اندازه‌گیری شده و با حجم ۹۴/۸ میلی‌لیتر دی‌متیل‌فرم‌آمید مخلوط گردید. حجم در نظر گرفته شده برای حلال با توجه به چگالی آن (۰/۹۴۹) گرم بر سانتی‌متر مکعب) معادل ۹۰ گرم می‌باشد. مطابق شکل ۲ برای به-دست آوردن یکنواختی بهتر در محلول از همزن مغناطیسی به مدت ۲/۵ ساعت در دمای ۸۵ درجه سانتی‌گراد استفاده شد.

شیمیایی جداول ۱ و ۲ استفاده گردید. این محلول با ثابت قرار دادن مواردی چون فاصله نازل‌ها از یکدیگر، قطر جت-ها، فاصله نسبت به جمع‌کننده و جمع‌کننده ثابت و همچنین پارامترهای متغییر آزمایش نظیر غلظت، ولتاژ و دبی جریان (مطابق جدول ۳) مورد آزمایش قرار گرفته است. برای استفاده از این پلیمر هیچ‌گونه فرآیند اضافی از قبیل خالص‌سازی و یا تغییر ساختار صورت نگرفت. برای به‌دست آوردن محلول ۱۰٪ پلی‌اکریلونیتریل، ابتدا با



شکل ۲- محلول سازی با استفاده از همزن مغناطیسی، ۳۰ دقیقه و ۹۰ دقیقه پس از هم زدن در دمای ۸۵ درجه سانتی‌گراد

جدول ۱- خواص فیزیکی و شیمیایی پلی‌اکریلونیتریل [۱۱]

خواص الکتریکی		خواص فیزیکی			خواص شیمیایی	
ثابت دی الکتریک (۲۵ °C)		چگالی (g/cm ³)	دمای ذوب °C	دمای شیشه‌ای شدن °C	جرم مولی (g/mol)	فرمول شیمیایی
۴/۲ (1MHz)	۵/۵ (1kHz)	۱/۸۴	۳۲۲	۹۵	۵۳	(C ₃ H ₃ N) _n

جدول ۲- خواص فیزیکی و شیمیایی دی‌متیل‌فرم‌آمید PMMA/CNT [۱۲]

خواص فیزیکی				خواص شیمیایی		
دمای جوش °C	دمای ذوب °C	چگالی (g/cm ³)	گرانروی در دمای محیط (mPa s)	فشار بخار Pa	جرم مولی (g/mol)	فرمول شیمیایی
۱۵۲	۶۰	۰/۹۴۸	۰/۹۲	۵۱۶	۷۳	C ₃ H ₇ NO

جدول ۳- پارامترهای آزمایش

قطر نازل mm	تعداد نازل		زمان آزمایش min		فاصله از جمع کننده cm	غلظت محلول wt%	ولتاژ KV	دبی محلول mL/h	شماره نمونه	پارامتر مورد بررسی
	چند نازل	تک نازل	بررسی نرخ تولید	بررسی مورفولوژی						
۱/۰	۹	۱	۱۲۰	۱۰	۲۰	۸	۱۵	۱/۰	۱-۳	غلظت
۱/۰	۹	۱	۱۲۰	۱۰	۲۰	۹	۱۵	۱/۰	۴-۶	
۱/۰	۹	۱	۱۲۰	۱۰	۲۰	۱۰	۱۵	۱/۰	۷-۹	
۱/۰	۹	۱	۱۲۰	۱۰	۲۰	۱۰	۱۰	۱/۰	۱۰-۱۲	ولتاژ
۱۰	۹	۱	۱۲۰	۱۰	۲۰	۱۰	۱۵	۱/۰	۱۳-۱۵	
۱۰	۹	۱	۱۲۰	۱۰	۲۰	۱۰	۲۰	۱/۰	۱۶-۱۸	
۱/۰	۹	۱	۱۲۰	۱۰	۲۰	۱۰	۱۵	۰/۵	۱۹-۲۱	دبی
۱/۰	۹	۱	۱۲۰	۱۰	۲۰	۱۰	۱۵	۱/۰	۲۲-۲۳	
۱/۰	۹	۱	۱۲۰	۱۰	۲۰	۱۰	۱۵	۲/۰	۲۴-۲۷	

فرآیند الکترورسی با چند نازل

فرآیند الکترورسی با چند نازل جهت افزایش بهره‌وری تولید نانو الیاف در مقیاس بزرگ مورد استفاده قرار می‌گیرد. در این فرآیند نیروهای الکتریکی عامل اصلی موثر بر روی خواص مسیر جت و کشیدگی محلول پلیمر می‌باشند. یکی از کاربردهای این فرآیند با توجه به کیفیت نانو الیاف‌های تولید شده نسبت به روش تک نازل، جهت ساخت شبکه‌های نانو الیاف شامل فیلترها و مواد مورد استفاده در پزشکی می‌باشد [۵]. مطابق شکل ۳ دستگاه الکترورسی مورد استفاده در این آزمایش شامل یک منبع تغذیه ولتاژ بالا (۳۵KV)، میکرو پمپ، سرنگ معمولی و سرنگ ارتالونی طراحی شده با چند نازل، سوزن شماره ۱۸ به قطر داخلی ۱mm که قسمت مخروطی آن صاف گردید و یک جمع کننده می‌باشد. در این پژوهش مطابق شکل ۴ از یک سرنگ مخصوص ارتالونی که برای

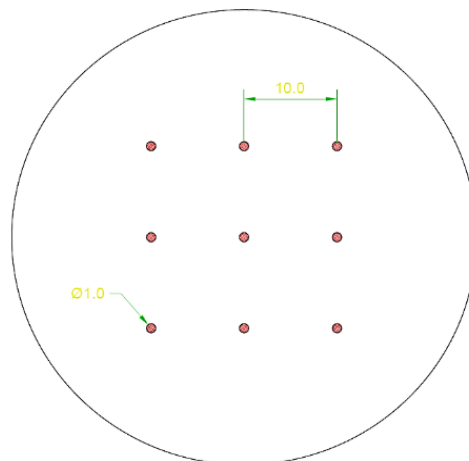
این تحقیق طراحی و ساخته شد، استفاده گردید. در فرآیند الکترورسی، سوزن به عنوان اسپینرت استفاده می‌شود. نقش دیگر سوزن در این فرآیند به عنوان الکتروود می‌باشد. به گونه‌ای که قطب مثبت منبع تغذیه با استفاده از گیره سوسماری به قسمت انتهایی سوزن متصل می‌شود تا بین سوزن و جمع کننده اختلاف پتانسیل ایجاد گردد. مطابق شکل ۵ بر روی درب مخزن ۹ سوراخ با قطر ۱/۰ میلی متر به صورت ماتریس ۳×۳ با فواصل ۱۰ میلی متر برای ایجاد جت‌ها ایجاد گردید. بدین ترتیب ۹ آزمایش برای بررسی مورفولوژی نانو الیاف تولید شده در سیستم چند نازل به مدت ۱۰ دقیقه و به منظور بررسی راندمان تولید در دو روش تک نازل و چند نازل، ۹ آزمایش از هر سیستم به مدت ۱۲۰ دقیقه انجام شد (۲۷ آزمایش در مجموع). لازم به ذکر است که تمامی آزمایش‌ها در دمای محیط (۲۵°C) و فشار ۱ اتمسفر انجام گرفت.



شکل ۳ - تصویر دستگاه الکترورسی



شکل ۴- اسپینرت استفاده شده در مالتی-جت الکترورسی



شکل ۵-سوراخ‌های ایجاد شده برای تشکیل جت‌های الیاف به قطر 1.0 mm با فاصله‌های 10.0 mm

اندازه گیری شده و در نهایت میانگین تعداد الیاف اندازه گیری شده در هر تصویر (۱۶۰ اندازه گیری) به عنوان میانگین قطر الیاف در هر تصویر در نظر گرفته شد.

نتایج و بحث

تأثیر غلظت بر روی مورفولوژی نانوالیاف تولید شده با چند نازل

یکی از مهمترین مشخصه‌های فرآیند الکترورسی قطر الیاف تولید شده می‌باشد. به علت اینکه نانوالیاف به واسطه تبخیر جت محلول پلیمر شکل می‌گیرند، قطر الیاف به سایز جت و همچنین میزان پلیمر موجود در جت محلول وابسته است. تحقیقات بر این باورند که هرچه ویسکوزیته محلول بالاتر باشد، قطر الیاف نیز بیش‌تر خواهد بود [۱۱، ۱۲]. در این تحقیق جهت بررسی تأثیر غلظت بر خروجی آزمایش، از محلول پلی‌اکریلونیتریل با غلظت‌های ۸، ۹ و ۱۰ درصد وزنی و اعمال ولتاژ 15 kV و تنظیم دبی ۱ میلی‌لیتر بر ساعت بر روی میکروپمپ استفاده گردید. با ثابت نگه داشتن سایر پارامترهای فرآیند و الکترورسی محلول پلی‌اکریلونیتریل در غلظت‌های نامبرده، مطابق شکل ۷ با افزایش غلظت محلول از ۸٪ به ۱۰٪ وزنی، قطر متوسط الیاف از ۱۳۵ به ۱۹۱ نانومتر افزایش پیدا می‌کند. علت افزایش قطر الیاف، همان‌گونه که نشان داده شده، افزایش ویسکوزیته و مشکل‌تر شدن کشیدن جت در غلظت‌های بالاتر می‌باشد.

اعمال پتانسیل الکتریکی به محلول پلیمری که در انتهای اسپینرنت معلق مانده، باعث تشکیل الیاف در نوک نازل می‌شود. غلبه نیروهای الکترواستاتیکی بر کشش سطحی، باعث کشیده شدن جت و تشکیل یک جت بسیار باریک می‌شود. با حرکت حلقه وار و مارپیچی جت تا هدف و زمانی که حلال تبخیر شد، الیاف پلیمری جامد شده، در صفحه هدف جمع می‌شوند. (شکل ۶)

آماده سازی الیاف و مشاهده میکروسکوپی

پس از تهیه نانوالیاف، می‌بایست بخش کوچکی از الیاف تهیه شده را به عنوان نمونه برش داده و بعد از آماده سازی به مشاهده ریزساختار زیر میکروسکوپ پرداخت. برای تهیه نمونه ابتدا برشی مربعی به ابعاد ۱۰×۱۰ میلی‌متر از قسمتی از الیاف جمع شده روی ورق آلومینیومی جمع‌کننده جدا شد. این کار برای تمامی آزمایش‌ها تکرار شد تا در نهایت مجموع نمونه‌ها آماده گردید. پس از اتمام انجام عملیات لایه نشانی طلا، نمونه‌ها داخل دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) قرار داده شد تا تصویری از الیاف گرفته شود. پس از ذخیره سازی تصاویر حاصل از میکروسکوپ، از نرم افزار CATIA استفاده شده است. برای مشخص شدن مورفولوژی الیاف در این حالت نیز از نقاط مختلف نمونه تولید شده، مقاطعی جدا شده و زیر میکروسکوپ مشاهده شد. شایان ذکر است که اندازه گیری میانگین قطر الیاف بدین صورت انجام گرفت که هر تصویر به صورت مش‌های ۴×۴ تقسیم بندی شده و در هر مش قطر ده الیاف به صورت اتفافی



(ب)



(الف)

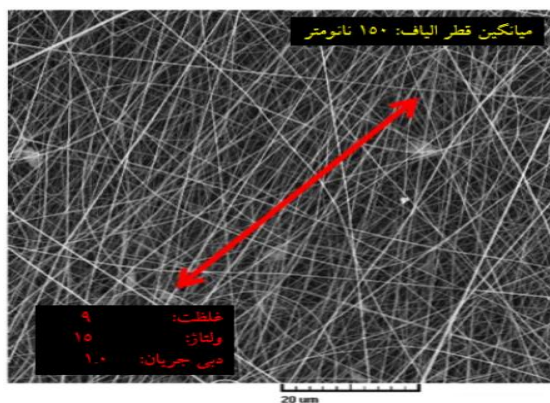
شکل ۶ - الف) تشکیل الیاف در نوک نازل، ب) الیاف جمع شده بر روی صفحه آلومینیومی

کاهش می‌یابد درحالی‌که برخی دیگر نظری مخالف این دارند. برخی دیگر از محققان نیز ولتاژ را عاملی بدون تأثیر یا با تأثیر نامشخص روی قطر الیاف دانسته‌اند [۱۴، ۱۳، ۱۵]. در بررسی اختلاف پتانسیل اعمال شده به محلول، علاوه بر ولتاژ، می‌بایست به فاصله بین نوک سوزن تا جمع‌کننده نیز توجه نمود. تنظیم فاصله الکتروریسی از دیدگاه دیگری نیز حائز اهمیت است که آن تبخیر حلال موجود در محلول و جلوگیری از بهم چسبیدگی الیاف می‌باشد. در صورتی که فاصله بین نوک سوزن تا جمع‌کننده کوتاه‌تر از حد مشخصی باشد، جت مسیر کوتاه‌تری طی نموده و در نتیجه زمان کافی برای تبخیر حلال وجود ندارد. لذا الیاف‌های تشکیل شده روی جمع‌کننده بهم می‌چسبند [۴، ۱]. در این تحقیق فرآیند الکتروریسی تحت ولتاژهای مختلف ۱۰، ۱۵ و ۲۰ کیلو ولت انجام گردید.

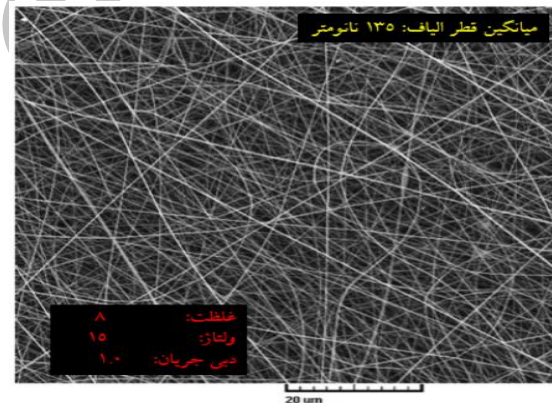
همچنین در غلظت‌های بالاتر میزان حلال موجود در جت محلول کم‌تر بوده و حلال سریع‌تر تبخیر می‌شود. لذا با تبخیر حلال کشیدن جت مشکل‌تر شده و الیاف با قطر بزرگتری روی جمع‌کننده تشکیل می‌شوند. بنابراین جهت دستیابی به الیاف با قطر کوچک‌تر، می‌بایست از محلول‌هایی با غلظت پایین‌تر استفاده نمود. از طرفی می‌بایست دقت نمود که محلول با ویسکوزیته پایین تمایل به ایجاد گره در الیاف داشته و در صورت کاهش غلظت از حد معینی، مورفولوژی گره‌دار مشاهده می‌شود [۱۱].

تأثیر ولتاژ بر روی مورفولوژی نانوالیاف تولید شده با چند نازل

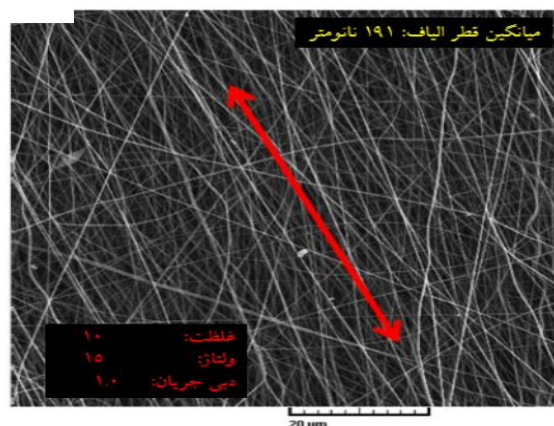
در تحقیقات گذشته نتایج متفاوتی در خصوص تأثیر ولتاژ روی قطر الیاف گزارش شده است. به‌گونه‌ای که برخی از محققان معتقدند که با افزایش ولتاژ، قطر الیاف



(ب)



(الف)



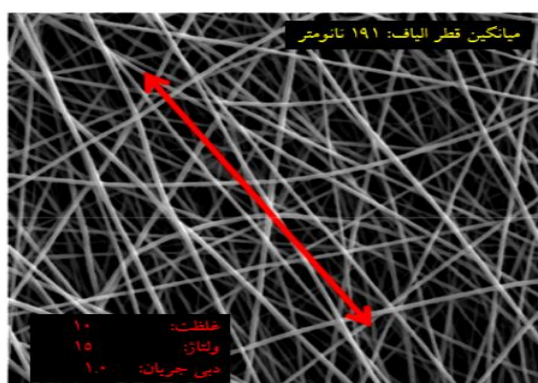
(پ)

شکل ۷- اندازه قطر الیاف در ولتاژ ۱۵ کیلوولت، دبی جریان ۱ میلی‌لیتر بر ساعت، الف) غلظت ۸٪ وزنی، ب) غلظت ۹٪ وزنی، و پ) غلظت ۱۰٪ وزنی

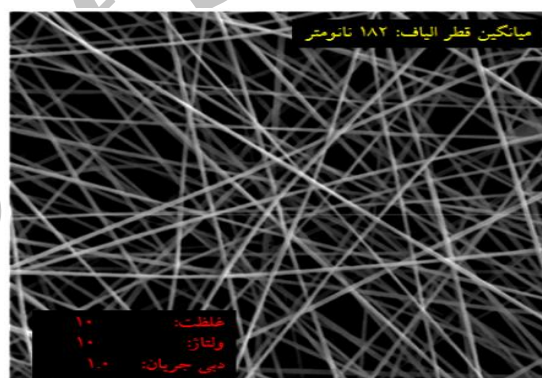
تأثیر دبی جریان بر روی مورفولوژی نانوالیاف تولید شده با چند نازل

دبی جریان یکی دیگر از پارامترهای حائز اهمیت و تأثیر گذار در فرآیند الکتروریسی می باشد. در خصوص دبی جریان نیز تحقیقات گسترده‌ای توسط محققان صورت گرفته است. ژراووا و همکارانش با الکتروریسی الیاف پلی یورتان دریافتند که با کاهش دبی جریان، مشخصه ساختاری الیاف بهبود یافته و قطر الیاف افزایش و تنوع قطر کاهش می‌یابد [۱۴]. جهت بررسی تأثیر دبی جریان بر قطر الیاف تولیدی، از الکتروریسی محلول پلی‌اکریلونیتریل با غلظت ۱۰ درصد وزنی و اعمال دبی جریان ۰/۵، ۱ و ۲ میلی‌لیتر بر ساعت استفاده شده است.

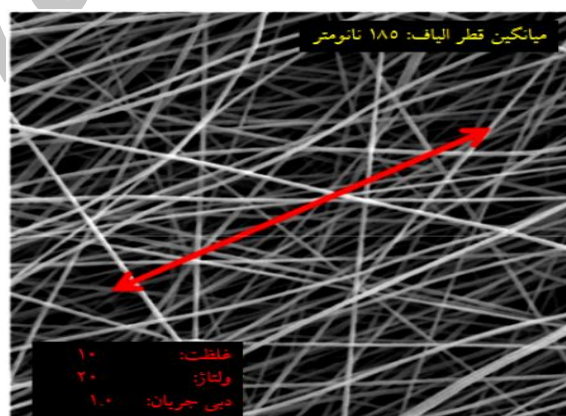
نتایج این آزمایش‌ها، همان‌گونه که در شکل ۸ نشان داده شده است، حاکی از آن بود که ابتدا قطر متوسط الیاف از ۱۸۵ نانومتر در ولتاژ ۱۰ کیلوولت به ۱۹۱ نانومتر در ولتاژ ۱۵ کیلوولت افزایش یافته، سپس با افزایش ولتاژ از ۱۵ به ۲۰ کیلوولت، قطر متوسط الیاف به ۱۸۲ نانومتر کاهش یافته است. افزایش قطر الیاف در آزمایش اول را همان‌گونه که نشان داده شد، می‌توان به بیرون کشیدن محلول بیشتر از نوک سوزن که تأثیر آن از افزایش نیروی الکترواستاتیک بیشتر است، نسبت داد. لیکن این افزایش در ولتاژهای بالاتر، آزمایش دوم، منجر به افزایش بیش از اندازه نیروی الکترواستاتیک و غلبه بر عامل اول یعنی بیرون کشیدن محلول بیشتر از سوزن گردیده است. در نتیجه اعمال ولتاژهای بالاتر از حد مشخصی منجر به کاهش قطر الیاف خواهد گردید.



(ب)



(الف)



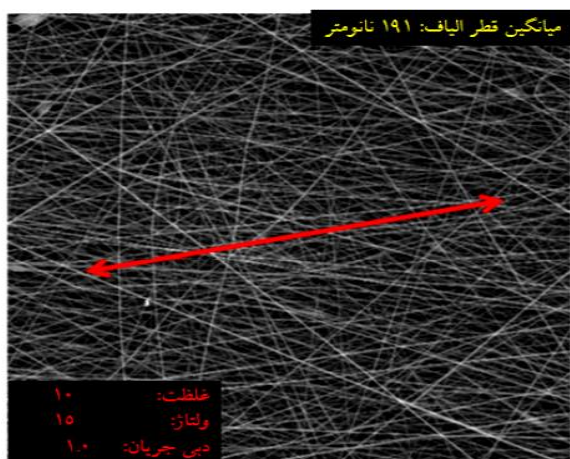
(پ)

شکل ۸ - اندازه قطر الیاف در غلظت ۱۰٪ وزنی، دبی جریان ۱ میلی‌لیتر بر ساعت، و (الف) ولتاژ ۱۰ کیلوولت، (ب) ولتاژ ۱۵ کیلوولت، و (پ) ولتاژ ۲۰ کیلوولت

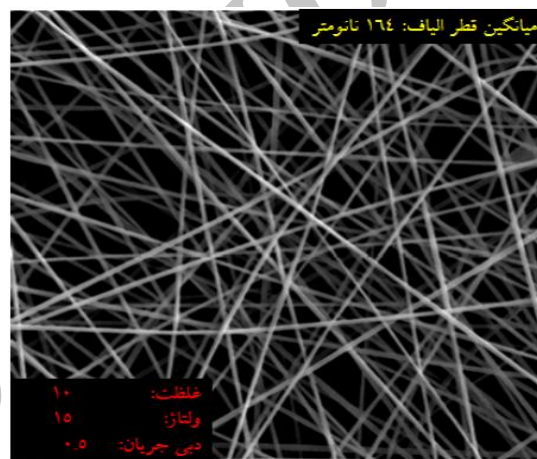
بیرون پرتاب می‌شوند. در نتیجه کاهش قطر الیاف در دبی‌های بالا را می‌توان به عدم توانایی ولتاژ در تبدیل جریان به الیاف و تبدیل بخشی از جریان به قطراتی از محلول نسبت داد. درحالیکه در دبی‌های پایین‌تر شاهد چنین رویدادی نبوده و تمامی جریان از سوزن به شکل الیاف تبدیل می‌شوند.

بنابراین می‌توان پیش بینی کرد که با افزایش بیش‌تر دبی جریان نه تنها قطر الیاف افزایش نیافته بلکه ممکن است ناپایداری‌های زیادی در ایجاد الیاف و حتی منقطع شدن رشته‌های الیاف به دلیل هجوم جریان محلول و قطع عملیات الکتروریسی گردد.

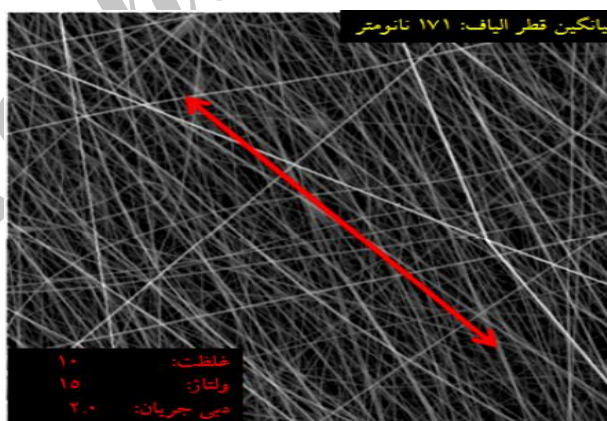
همان‌گونه که در شکل ۹ نشان داده شده است، در غلظت ۱۰٪ وزنی، با افزایش دبی جریان از ۰/۵ به ۱ میلی‌لیتر بر ساعت، قطر متوسط الیاف از ۱۶۴ به ۱۹۱ نانومتر افزایش یافته است. همچنین با افزایش بیش‌تر دبی جریان از ۱ به ۲ میلی‌لیتر بر ساعت، قطر متوسط الیاف از ۱۹۱ به ۱۷۱ نانومتر کاهش یافته است. در واقع با افزایش دبی جریان در ولتاژ ثابت، محلول بیشتری از نوک سوزن بیرون آمده ولی تغییری در میزان نیروی الکترواستاتیک ایجاد نشده است. در نتیجه الیاف با قطر بزرگتری ایجاد خواهند شد. حال با افزایش بیش‌تر دبی جریان، نیروی الکترواستاتیک توانایی تبدیل تمامی جریان به شکل الیاف را نداشته و بخشی از جریان به صورت قطراتی از محلول از سوزن به



(ب)



(الف)



(پ)

شکل ۹- اندازه قطر الیاف در غلظت ۱۰٪ وزنی، ولتاژ ۱۵ کیلوولت و (الف) دبی جریان ۰,۵ میلی‌لیتر بر ساعت، و (ب) دبی جریان ۱ میلی‌لیتر بر ساعت و (پ) دبی جریان ۲ میلی‌لیتر بر ساعت

تأثیر غلظت بر روی نرخ انباشتگی نانوالیاف تولید شده

همان‌گونه که قبلاً اشاره شد، افزایش غلظت محلول به دلیل افزایش ویسکوزیته و مشکل‌تر شدن کشیدن جت در غلظت‌های بالاتر، باعث افزایش قطر متوسط الیاف می‌گردد [۳، ۱۴]. شکل ۱۰، مقایسه نتایج اندازه‌گیری تأثیر پارامتر افزایش غلظت، بر نرخ تولید نانوالیاف برای دو روش تک نازل و چند نازل را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود، نرخ تولید در غلظت‌های مشابه در چند نازل در مقایسه با تک نازل بیش‌تر است. به‌گونه‌ای که این مقدار در غلظت‌های پایین (مثلاً ۰.۸٪) حدود ۶ برابر و در غلظت‌های بالاتر (مثلاً ۰.۹٪ به بالا) حدود ۷ برابر می‌باشد. همچنین با مقایسه نرخ تولید در غلظت‌های مختلف می‌توان دریافت که نرخ تولید چه در حالت تک نازل و چه در حالت چند نازل، با افزایش غلظت افزایش می‌یابد. به‌طوری‌که در حالت تک نازل با افزایش غلظت به میزان هر یک درصد، نرخ تولید تقریباً ۲ برابر می‌شود. این در حالی است که در حالت چند نازل با افزایش یک درصد وزنی غلظت، نرخ تولید بیش از ۲ برابر افزایش می‌یابد.

بررسی نرخ تولید انبوه در فرآیند الکترورسی با چند نازل

روش‌های مرسوم الکترورسی تک نازل نرخ تولید پایینی دارند که به طور معمول در بازه 0.01-0.1 g/h می‌باشد و این موضوع استفاده نانوالیاف در کاربردهای تجاری را محدود می‌نماید [۲۱]. در این تحقیق به منظور اندازه‌گیری میزان انباشتگی الیاف بر روی جمع‌کننده و در نهایت مقایسه تأثیر هر پارامتر و نیز نسبت به روش تک نازل، هر آزمایش به مدت ۲ ساعت انجام پذیرفت. فویل‌های آلومینیومی مورد استفاده در هر آزمایش دارای قطر ۴۰۰ میلی‌متر و ضخامت ۰/۲ میلی‌متر می‌باشند و وزن هر کدام معادل ۶۷/۸۲ گرم می‌باشد. پس از هر آزمایش وزن فویل‌ها همراه با الیاف الکترواسپین شده بر روی آن‌ها، با استفاده از ترازوی دیجیتال اندازه‌گیری شده و میزان انباشتگی نانوالیاف با تغییر هر پارامتر مطابق با فرمول (۱) مورد بررسی قرار گرفته است [۶].

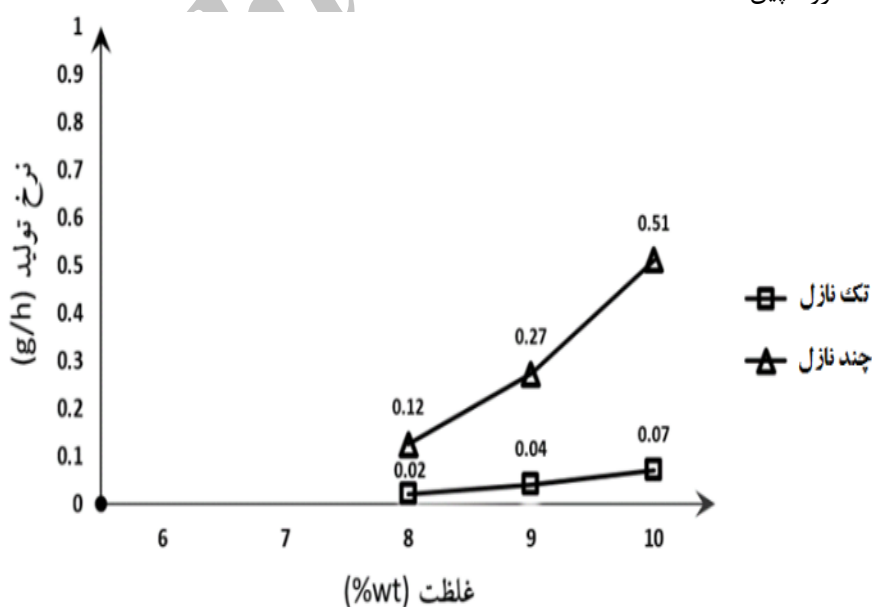
$$W_{fe} - W_{ff} = W_{ef} \quad (1)$$

که در آن :

W_{fe} : وزن فویل همراه با نانوالیاف الکترواسپین شده

W_{ff} : وزن فویل خام

W_{ef} : وزن الیاف الکترواسپین شده



شکل ۱۰- بررسی تأثیر غلظت بر روی نرخ تولید نانوالیاف در دو روش تک نازل و چند نازل

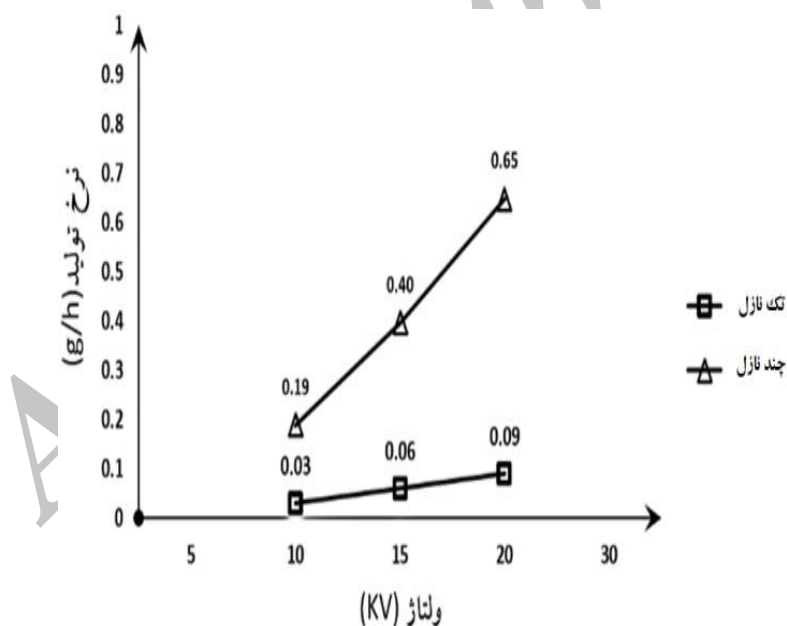
پایین تر با افزایش ولتاژ به ازای هر ۵ کیلو ولت، نرخ تولید ۲ برابر شده ولی در ولتاژهای بالاتر ۱/۶ برابر شده است.

تأثیر دبی بر روی نرخ انباشتگی نانوالیاف تولید شده

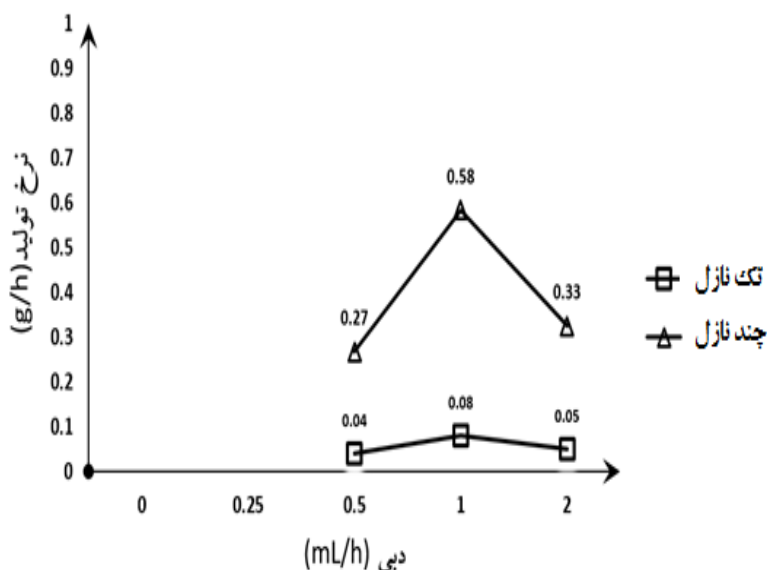
افزایش دبی تا یک مقدار بهینه باعث بالا رفتن نرخ تولید می‌شود و بیش از این مقدار به دلیل عدم توانایی نیروی الکترواستاتیک در تبدیل محلول به الیاف باعث کاهش نرخ تولید می‌شود [۱۵]. شکل ۱۲، مقایسه نتایج اندازه‌گیری تأثیر افزایش دبی بر نرخ تولید نانوالیاف برای دو روش تک نازل و چند نازل را نشان می‌دهد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود با افزایش دبی در دبی‌های پایین، نرخ تولید در دو حالت تک نازل و چند نازل افزایشی در حدود ۲ برابر پیدا می‌کند. در حالی که با افزایش بیش‌تر دبی، به دلیل عدم توانایی میدان ایجاد شده در کشیدن جت‌ها و در نتیجه آزاد شدن بخش زیادی از جت‌ها به صورت قطرات الکترواسپین نشده، نرخ تولید کاهش پیدا می‌کند.

تأثیر ولتاژ بر روی نرخ انباشتگی نانوالیاف تولید شده

در خصوص تأثیر افزایش ولتاژ بر روی نرخ تولید نانوالیاف، نتایج نشان می‌دهد، افزایش ولتاژ به علت افزایش نیروی الکترواستاتیک و بیرون کشیدن محلول بیش‌تر از نازل باعث افزایش نرخ تولید می‌شود. شکل ۱۱ مقایسه نتایج اندازه‌گیری تأثیر افزایش ولتاژ بر نرخ تولید نانوالیاف برای دو روش تک نازل و چند نازل را نشان می‌دهد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، نرخ تولید در ولتاژهای برابر، در چند نازل، بیش‌تر از تک نازل است و این میزان در ولتاژهای پایین‌تر بیش از ۶ برابر و در ولتاژهای بالاتر بیش‌تر از ۷ برابر می‌باشد. مقایسه نرخ تولید در ولتاژهای مختلف نشان می‌دهد که نرخ تولید با افزایش ولتاژ در حالت تک نازل و چند نازل افزایش می‌یابد. به‌طوری‌که در حالت تک نازل با افزایش ولتاژ به میزان هر ۵ کیلو ولت، نرخ تولید در ولتاژهای پایین‌تر ۲ برابر و در ولتاژهای بالاتر ۱/۵ برابر می‌شود. و در حالت چند نازل نیز این روند صادق است. یعنی در ولتاژهای



شکل ۱۱- بررسی تأثیر ولتاژ بر روی نرخ تولید نانوالیاف در دو روش تک نازل و چند نازل



شکل ۱۲ - بررسی تأثیر دبی بر روی نرخ تولید نانوالیاف در دو روش تک نازل و چند نازل

می‌باشد؛ ولی افزایش نرخ تولید این میزان را نشان نمی‌دهد. علت این امر این است که، میدان ایجاد شده توسط منبع تغذیه ولتاژ بالا توانایی لازم برای بیرون کشیدن تمام جت‌ها و تبدیل تمامی آن‌ها به الیاف را ندارد. همچنین نازل‌ها نسبت به هم، نیروی برهم‌کنش دارند که این باعث می‌شود برخی از نازل‌ها از مسیر خود منحرف شده و در ناحیه‌ای غیر از جمع‌کننده انباشته شوند.

مقایسه کلی نتایج دو روش الکترورسی با تک نازل و الکترورسی با چند نازل با تغییر پارامترهای غلظت، ولتاژ و دبی در جدول ۴ نشان داده شده است. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، نرخ تولید نانو الیاف به روش الکترورسی در حالت چند نازل در مقایسه با روش تک نازل، افزایشی در حدود ۶ تا ۷ برابر را نشان می‌دهد. این در حالی است که تعداد نازل‌ها در چند نازل، ۹ برابر حالت تک نازل

جدول ۴ - مقایسه تأثیر پارامترهای غلظت، ولتاژ و دبی بر روی نرخ تولید نانوالیاف در روش تک نازل و چند نازل

نرخ تولید (g/h)	تعداد نازل	زمان آزمایش min	قطر نازل mm	غلظت محلول wt%	ولتاژ kV	دبی محلول mL/h	شماره نمونه	هدف
								آزمایش
۰/۰۲	۰/۱۴	۹	۱۲۰	۱/۰	۸	۱۵	۱	۲-۳
۰/۰۴	۰/۳۱	۹	۱۲۰	۱/۰	۹	۱۵	۱	۵-۶
۰/۰۷	۰/۵۸	۹	۱۲۰	۱/۰	۱۰	۱۵	۱	۸-۹
۰/۰۳	۰/۲۲	۹	۱۲۰	۱/۰	۱۰	۱۰	۱	۱۱-۱۲
۰/۰۶	۰/۶۴	۹	۱۲۰	۱/۰	۱۰	۱۵	۱	۱۴-۱۵
۰/۰۹	۰/۷۴	۹	۱۲۰	۱/۰	۱۰	۲۰	۱	۱۷-۱۸
۰/۰۴	۰/۳۱	۹	۱۲۰	۱/۰	۱۰	۱۵	۰/۵	۲۰-۲۱
۰/۰۸	۰/۶۶	۹	۱۲۰	۱/۰	۱۰	۱۵	۱	۲۳-۲۴
۰/۰۵	۰/۳۸	۹	۱۲۰	۱/۰	۱۰	۱۵	۲	۲۶-۲۷

نتیجه گیری

۴- در الکتروریسی چند نازله، می توان با افزایش ولتاژ و غلظت، نرخ تولید را تا میزان چندین برابر افزایش داد. همچنین دبی تأثیر مشخصی در افزایش نرخ تولید ندارد.

۱- با افزایش غلظت، قطر الیاف و نیز نرخ تولید افزایش می یابد.

۲- با افزایش ولتاژ، قطر الیاف ابتدا افزایش و سپس کاهش می یابد. همچنین تأثیر ولتاژ بر روی نرخ تولید نانوالیاف به صورت صعودی می باشد.

۳- با افزایش دبی جریان نیز، قطر الیاف ابتدا افزایش و سپس کاهش پیدا کرد. تأثیر دبی جریان بر نرخ تولید دارای یک مقدار بهینه می باشد.

References:

1- varsano, B., Deitzel J.M. et al, "Multiple jets in electrospinning, experiment and modeling and Processing Variables on the Morphology of Electrospun Nanofibers and Textiles", J of Polymer ,vol. 42, no. 1, pp. 261-272, 2009.

۲- کریم زاده، ف.، قاسمعلی، ا.، سالمی زاده، و س.، " نانومواد (خواص، تولید و کاربرد)", جهاد دانشگاهی واحد صنعتی اصفهان، مرکز انتشارات، ۱۳۸۸.

3- Ding, B., Kimura, E., Sato, T., Fujita S., and Shiratori S., "Fabrication of blend biodegradable nanofibrous nonwoven mats via Multi-Jet electrospinning," polymer Materials, 45, pp. 1895 1902, 2004.

4- kim, G. H., Cho, Y. S., Kim, W. D., " Stability analysis for multi-jets electrospinning process modified with a cylindrical electrode "; European Polymer Journal, Vol. 42, pp. 2031-2038, 2006.

5- Deitzel, J. M., Kleinmeyer, J. D., Hirvonen, N. C. and Beck, T. "Controlled deposition of electrospun poly(ethylene oxide) fibers," Polymer, Vol. 42, pp. 8163-8170, 2001.

6- Demir, M. M, Yilgor, I., Yilgor, E and Erman, B. "Electrospinning of polyurethane fibers," Polymer, Vol 43, pp. 3303-3309,2002.

7- Hanna Sofia, H. S, Edzrol, N. M., Mahadi, W. N. L. and Amalina, M. "Multiple-jet electrospinning methods for nanofiber processing: A review", Materials and Manufacturing Processes, Vol. 33, pp. 479-498, 2018.

8- Yoon, W. J., Park, Y., Kim, J., Park, C. H., "Multi-jet electrospinning of polystyrene/polyamide 6 blend: thermal and mechanical properties", Fashion and Textiles, Vol. 4, pp. 1-12, 2017.

۹- سلیم بیگی، گ.، نصوری، ک.، شوشتری، ا.، " اثر غلظت محلول پلیمری بر روی ساختار نانو الیاف (پلی وینیل الکل)", مجله مواد نوین، جلد ۳، شماره ۳، ص ۲۱-۲۳، بهار ۱۳۹۲.

۱۰- حبیبی، آ.، موسوی خوئی، س. م.، محبوبی، ف.، خاکزاد، ا.، " فیلم نانوورقهای گرافنی به روش رسوب پلاسما الکترولیتی"، مجله مواد نوین، جلد ۷، شماره ۲، ص ۷۵-۸۳، زمستان ۱۳۹۵.

11-Gupta, A. K.; Paliwal, D. K.; Bajaj, P. " Melting behavior of acrylonitrile

polymers"; Journal of Applied Polymer Science, No.70,2703–2709, 1998.

12- Clayden, J. "Organic Chemistry"; Oxford University Press, ISBN 0-19-850346-6, 276–296, 2001.

13- Jiang, G., Zhang, S., and Qin, X. "High through put of quality nanofibers via one steppedpyramid- shaped spinneret"; Materials Letters, Vol. 106, pp. 56-58, 2013.

14- Zdraveva, E. Pejnovic, N. and Mijovic, B. "Electrospinning of polyurethane nonwoven fibrous mats," TEDI-International Interdisciplinary Journal of

Young Scientists from the Faculty of Textile Technology, vol.1, pp. 55-60, 2011.

15- Yang, Q. D. Li, Y. Hong, Z. Li, C. Wang, S. Qiu and Y. Wei, "Preparation and characterization of a PAN nanofiber containing AG nanoparticles via electrospinning," Synthetic Metals, vol. 137, pp. 973-974, 2003.

Archive of SID