

## سنتز نانوالیاف کامپوزیتی $\text{SnO}_2/\text{ZnO}$ به روش الکتروریسی و بررسی عوامل موثر محلولی و فرآیندی بر مورفولوژی نانوالیاف حاصل

حامد اکبری خرمی<sup>\*</sup>، منصور کیان پورراد و محمدرضا واعظی

پژوهشکده مواد نو، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۸۸/۱۲/۱۵، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۸۹/۰۲/۰۴، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۸۹/۰۳/۰۹

### چکیده

در این مقاله سنتز نانوالیاف کامپوزیتی  $\text{SnO}_2/\text{ZnO}$  به روش ترکیبی الکتروریسی و فرآیند سل-ژل گزارش شده است. همچنین تاثیر ولتاژ کاری و غلظت پلی‌وینیل الکل بر مورفولوژی، اندازه و توزیع قطر نانوالیاف تهیه شده بررسی شده است. محلول‌های آماده شده از مواد پلی‌وینیل الکل، استات‌روی و کلرید قلع با غلظت‌های متفاوت پلی‌وینیل الکل در آب، تحت فرآیند الکتروریسی قرار گرفتند تا الیاف کلرید قلع/استات‌روی/پلی‌وینیل الکل حاصل شود و پس از کلسینه شدن به مدت ۶ ساعت در دمای  $650^\circ\text{C}$  نانوالیاف کامپوزیتی  $\text{SnO}_2/\text{ZnO}$  تهیه شود. از آزمون‌های STA، XRD، SEM و EDX جهت مشخصه‌یابی و بررسی عوامل موثر بر مورفولوژی نانوالیاف استفاده گردید. نانوالیاف حاصل دارای قطر متوسط ۷۵ نانومتر است. نتایج نشان داد که نانوالیاف کامپوزیتی  $\text{SnO}_2/\text{ZnO}$  بدست آمده از خلوص فازی و شیمیایی بالایی برخوردار است.

واژه‌های کلیدی: الکتروریسی، نانوالیاف کامپوزیتی،  $\text{SnO}_2/\text{ZnO}$ ، پلی‌وینیل الکل.

### ۱- مقدمه

نانوالیاف با دارا بودن قطر نانو متری و طول ماکرو، پلی بین دو مقیاس ماکرو و نانو برقرار می‌کنند و به واسطه خواص متنوع و جالب، کاربردهای زیادی برای آنها در نظر گرفته شده است.

یکی از روش‌های به نسبت جدید برای تولید نانوالیاف، استفاده از میدان الکترواستاتیکی قوی است. این روش به نام ریسندگی الکترواستاتیکی الیاف یا الکتروریسی شناخته می‌شود [۳]. فرآیند تشکیل نانوالیاف توسط این روش بسیار سریع بوده و الیاف به‌طور پیوسته تا طول چند متر

امروزه پژوهش‌های بسیار زیادی جهت توسعه نانومواد تک‌بعدی از جمله نانومیله‌ها، نانوسیم‌ها، نانوالیاف و نانولوله‌های مواد اکسیدی متفاوت انجام می‌شود که علت آن خواص نوری، الکتریکی، حرارتی، مکانیکی و پتانسیل کاربرد این مواد در ابزارهای مختلف از جمله در ساخت سلول‌های خورشیدی، کاتالیزورها و حسگرها است [۱، ۲]. از میان شکل‌های مختلف نانوساختارهای تک‌بعدی،

<sup>\*</sup>عهده‌دار مکاتبات: حامد اکبری خرمی

باند وسیع به ترتیب با اندازه  $3/4$  و  $3/6$  الکترون ولت از مهم‌ترین مواد الکترونیک و فوتونیک محسوب می‌شوند [۷،۸]. اختلاف در پهنای باند انرژی آنها راه بسیار موثری در کاهش دادن سرعت باز ترکیب جفت الکترون حفره است. در نتیجه چنین مشخصاتی فعالیت فتوکاتالیستی در کاربردهای سلول‌های خورشیدی را افزایش می‌دهد [۹،۱۰]. در این پژوهش از مواد اولیه کلرید قلع، استات روی و پلی‌وینیل الکل جهت تهیه نانوالیاف کامپوزیتی  $\text{SnO}_2/\text{ZnO}$  به عنوان محصول نهایی استفاده شده است.

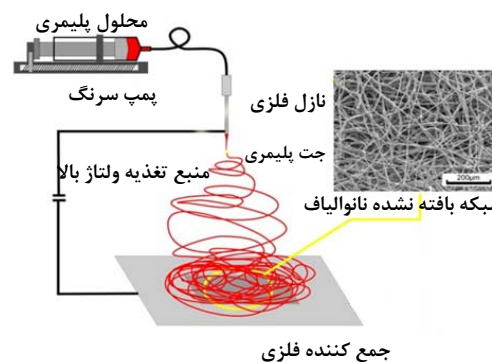
## ۲- فعالیت‌های تجربی

در این پژوهش از پلی‌وینیل الکل  $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_x$  با جرم ملکولی متوسط  $72000$  گرم بر مول، استات روی دوآبه  $(\text{Zn}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot (\text{H}_2\text{O})_2)$ ، کلرید قلع II دوآبه  $(\text{SnCl}_2 \cdot (\text{H}_2\text{O})_2)$  همگی از شرکت Merck آلمان به عنوان مواد اولیه جهت سنتز نانوالیاف کامپوزیتی  $\text{SnO}_2/\text{ZnO}$  استفاده شده است.

برای ساخت نانوالیاف از سیستم الکترورسی با منبع تغذیه ولتاژ بالا  $60-0$  کیلو ولت ساخت شرکت Glassman High Voltage آمریکا، پمپ سرنگ (Top5300, Japan) برای خروج کنترل شده محلول، سرنگ به حجم  $50$  میلی‌لیتر با نازل فلزی از جنس فولاد زنگ‌نزن با قطر خارجی  $0/8$  میلی‌متر و قطر داخلی  $0/495$  میلی‌متر، الکترودهای فلزی که برای ایجاد اختلاف پتانسیل به نازل و جمع‌کننده وصل می‌شوند و ورقه‌های  $10 \times 10$  سانتی‌متر مربع آلومینیوم به عنوان جمع‌کننده استفاده شده است. در این فرآیند پتانسیل الکتریکی بالا از طریق الکترودهای متصل به نازل، به محلول درون سرنگ اعمال می‌شود. با برقراری اختلاف پتانسیل بین نازل و جمع‌کننده، نانوالیاف به صورت شبکه بافته نشده بر روی جمع‌کننده قرار می‌گیرند.

برای آماده‌سازی محلول از آب مقطر به‌عنوان حلال مشترک برای پلی‌وینیل الکل، استات روی و کلرید قلع استفاده شده است. به‌منظور دستیابی به الیاف با مورفولوژی دلخواه، محلول‌های به وزن  $20$  گرم با درصد‌های وزنی مختلف  $0/8$ ،  $1/0$ ،  $1/2$  و  $1/5$  از پلی‌وینیل الکل تهیه شده است. برای تهیه محلول‌های پلیمری

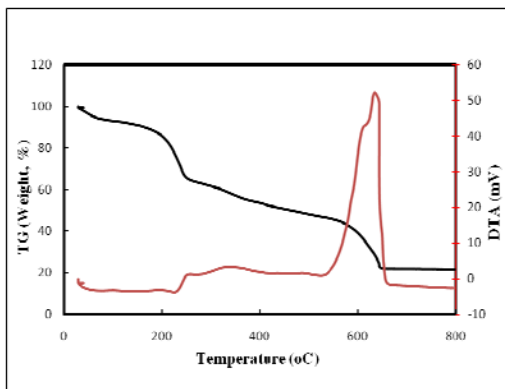
تولید می‌شوند. این پیوستگی به علت ویسکوزیته بالای محلول، ناشی از درهم‌فرورفتگی زنجیره‌های پلیمری است که از فروپاشی جت الکترورسی جلوگیری می‌کند [۴]. عوامل متعددی بر روی این فرآیند تاثیر می‌گذارد، به طوری که با تغییر این عوامل می‌توان الیاف با مورفولوژی‌های مختلف، از الیاف تسمه‌ای شکل گرفته تا الیاف متخلخل را تولید نمود. به‌طور کلی عوامل موثر بر این فرآیند را می‌توان به سه دسته عوامل محلولی، فرآیندی و محیطی تقسیم‌بندی کرد که عوامل محلولی شامل وزن مولکولی پلیمر، ویسکوزیته محلول، حلالیت پلیمر، کشش سطحی محلول، رسانایی محلول، اثر ثابت دی‌الکتریک حلال و تبخیر محلول. عوامل فرآیندی شامل ولتاژ، نرخ تغذیه محلول، اثر جمع‌کننده و فاصله بین نازل تا جمع‌کننده و در نهایت عوامل محیطی شامل دما، رطوبت، نوع اتمسفر و فشار است [۵]. اجزای سیستم الکترورسی شامل منبع تغذیه جریان مستقیم با ولتاژ بالا، سرنگ و سر سوزن فلزی با قطر داخلی مشخص، پمپ سرنگ برای تغذیه محلول پلیمری با نرخ مشخص، صفحه جمع‌کننده رسانا ترجیحاً از جنس آلومینیوم و الکترودها و اتصالاتها است، شماتیک این سیستم در شکل ۱ نشان داده شده است.



شکل ۱: شماتیک سیستم الکترورسی.

از میان تعداد زیادی از اکسیدهای فلزی، نانوساختارهای تک بعدی اکسید روی و دی‌اکسید قلع به علت نسبت سطح به حجم زیاد و خواص فیزیکی و شیمیایی ویژه‌ای که دارند به‌عنوان بهترین گزینه برای ساخت حسگرهای گازی بسیار حساس و سلول‌های خورشیدی شناخته شده‌اند [۶]. اکسید روی و دی‌اکسید قلع به علت پهنای

داده شده است، آنالیز TG مشخص نمود عملیات کلسینه شدن در گستره دمایی کمتر از  $650^{\circ}\text{C}$  کاهش جرم به همراه دارد و پس از دمای  $650^{\circ}\text{C}$  کاهش جرمی مشاهده نمی‌شود، که بیانگر اتمام مواد آلی در نمونه و حصول به الیاف اکسیدی خالص است. در گستره دمایی کمتر از  $180^{\circ}\text{C}$  آب موجود در الیاف حاصل از مواد اولیه تبخیر می‌شود. بین دمای  $180^{\circ}\text{C}$  تا  $650^{\circ}\text{C}$  زنجیره‌های اصلی و فرعی موجود در پلی‌وینیل الکل، گروه  $\text{CH}_3\text{COO}$  متعلق به استات روی و کلر موجود در کلرید قلع بخار می‌شوند [۶]. منحنی DTA الیاف اولیه نشان می‌دهد که مشخصات نیمه‌هادی تنها پس از آنیل شدن در دمای بالای  $640^{\circ}\text{C}$  بدست می‌آید، چرا که در کمتر از این دما ملکول‌های آلی و حلال باقیمانده می‌توانند به‌عنوان مانع در برابر انباشت و انتقال حامل‌های بار در باند هدایت عمل کنند [۶]. همچنین استحاله فازی از حالت آمورف به حالت کریستالی نیز در دمای  $640^{\circ}\text{C}$  اتفاق می‌افتد. برای تایید نتایج آزمون حرارتی همزمان و همچنین بررسی فازی نانوالیاف کلسینه شده، نانوالیاف اولیه پس از کلسینه شدن در دمای  $650^{\circ}\text{C}$  به مدت ۶ ساعت تحت آزمون XRD قرار گرفت.



شکل ۲: آنالیزهای حرارتی TG-DTA.

شکل ۳ طیف XRD نانوالیاف کامپوزیتی  $\text{SnO}_2/\text{ZnO}$  را نشان می‌دهد و مشخص می‌سازد ساختار کریستالی نانوالیاف نهایی دارای تبلور مطلوب است. پیک‌های اندیس گذاری شده بیانگر صفحه‌های کریستالی (۱۰۰)، (۰۰۲)، (۱۰۱)، (۱۰۲)، (۱۱۰) و (۱۰۳) متعلق به اکسید روی (Reference code: 01-075-0576) و صفحه‌های کریستالی (۱۱۱)، (۲۰۰)، (۲۱۱)، (۲۲۰) و (۰۰۲) متعلق

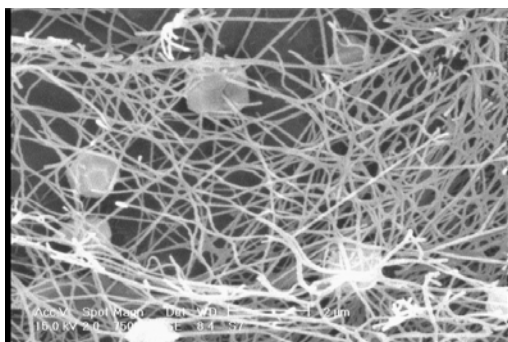
مقدار موردنظر از گرانول‌های پلی‌وینیل الکل به آب مقطر اضافه شده است و به مدت ۱ ساعت با سرعت  $400\text{ rpm}$  و در دمای  $90^{\circ}\text{C}$  هم زده شده است. پس از آن گرم‌کن را خاموش کرده و هم‌زدن با سرعت کمتر  $200\text{ rpm}$  به مدت ۳ ساعت ادامه پیدا می‌کند. سپس مقدار ۱ گرم استات روی و ۱ گرم کلرید قلع به طور همزمان به محلول اضافه شده است و با همان سرعت قبلی ( $200\text{ rpm}$ ) هم‌زدن به مدت ۴ ساعت ادامه داده می‌شود. در این شرایط بین مواد اولیه واکنش سل-ژل به‌وجود می‌آید و محلول ویسکوز شیری‌رنگ و یکنواخت حاصل می‌شود. سپس محلول‌های نهایی جهت انجام الکترورسی در سرنگ ریخته شدند و با نرخ تغذیه  $0.2$  میلی‌لیتر بر ساعت، فاصله نازل تا صفحه جمع کننده ۶ سانتی‌متر و با ولتاژهای ۱۲، ۱۶ و  $20$  کیلوولت رسیده شدند. نمونه‌های رسیده شده با شرایط محلولی و فرآیندی متفاوت در دمای  $650^{\circ}\text{C}$  به مدت ۶ ساعت جهت کلسینه شدن در کوره تیوبی قرار داده شدند تا نانوالیاف کلریدقلع/استات‌روی/پلی‌وینیل الکل به نانوالیاف کامپوزیتی  $\text{SnO}_2/\text{ZnO}$  تبدیل شود.

با استفاده از آزمون حرارتی هم‌زمان (STA) توسط دستگاه PLSTA 1640 در محدوده دمایی  $25^{\circ}\text{C}$  تا  $1200^{\circ}\text{C}$  و نرخ گرمایش  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  دمای مناسب کلسینه شدن الیاف برای حذف آب، مواد آلی و تبدیل الیاف اولیه کلریدقلع/استات‌روی/پلی‌وینیل الکل به نانوالیاف کامپوزیتی  $\text{SnO}_2/\text{ZnO}$  به‌دست آمده است. همچنین از آزمون پراش اشعه ایکس (XRD) توسط دستگاه Philips PW3710 به‌منظور آنالیز فاز تشکیل شده، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) توسط دستگاه Philips XL30 جهت مطالعه مورفولوژی و اندازه‌گیری متوسط قطر الیاف و آنالیز پراش انرژی اشعه ایکس توسط دستگاه نصب شده بر دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نام برده با نرم‌افزار ZAF جهت بررسی احتمال حضور ناخالصی عنصری الیاف استفاده گردیده است.

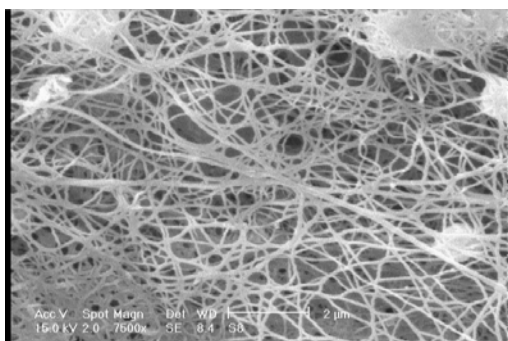
### ۳- نتایج و بحث

رفتار حرارتی نانوالیاف توسط آنالیز STA بررسی شد، منحنی‌های مربوط به نتایج آنالیزهای حرارتی TG-DTA در شکل ۲ آورده شده است. همان‌طور که در شکل ۲ نشان

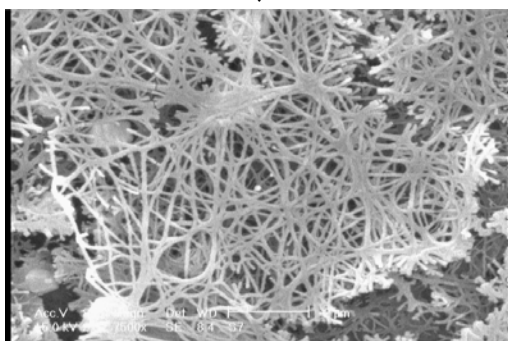
را نشان می‌دهد. با توجه به تصاویر، دو پدیده مشاهده می‌شود: اول اینکه الیاف مربوط به هر سه نمونه پس از کلسینه شدن شکسته شده‌اند و پدیده دیگر اینکه در تصاویر مربوط به هر سه نمونه کریستال‌های متبلور در بین الیاف مشاهده می‌شوند که به علت ویسکوزیته پایین‌تر از حد لازم برای ایجاد شبکه‌ای پیوسته از نانوالیاف در محلول دارای ۸ درصد وزنی پلیمر است. این خود ناشی از کافی نبودن زنجیره‌های پلیمری و عدم درگیر شدن کامل مواد اولیه کلرید قلع و استات روی با زنجیره‌های پلیمری است.



(الف)



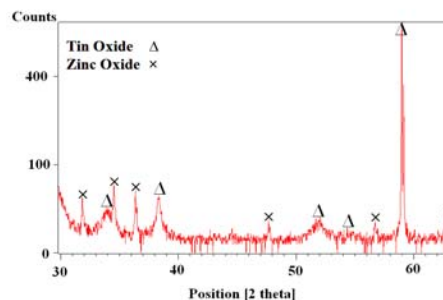
(ب)



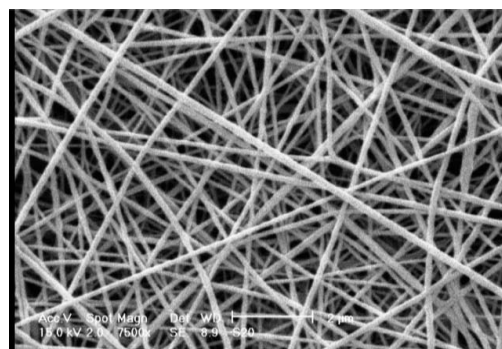
(ج)

شکل ۵: تصاویر SEM نمونه‌های با ۸ درصد وزنی پلیمر، ریسیده شده در ولتاژهای الف) ۱۲ کیلوولت، ب) ۱۶ کیلوولت و ج) ۲۰ کیلوولت، پس از کلسینه شدن.

به دی‌اکسید قلع (Reference code: 00-001-0657) است. که در تطابق خوبی با فاز کریستالی ورتزیت اکسید روی و روتایل دی‌اکسید قلع است. به علاوه هیچ پیک دیگری مربوط به ناخالصی تشخیص داده نشده است. این امر نشان دهنده خلوص بسیار بالای نانوالیاف کامپوزیتی  $\text{SnO}_2/\text{ZnO}$  تهیه شده می‌باشد.

شکل ۳: طیف XRD نانوالیاف کامپوزیتی  $\text{SnO}_2/\text{ZnO}$ 

با بررسی مورفولوژی الیاف اولیه کلریدقلع/استات روی/پلی وینیل الکل توسط SEM که در شکل ۴ مشاهده می‌شود مشخص شد که نانوالیاف حاصل دارای مورفولوژی مطلوبی است.

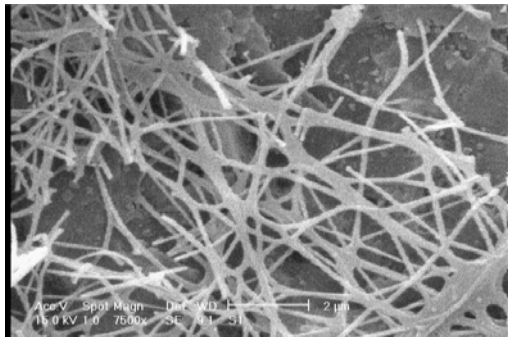


شکل ۴: تصویر SEM نانوالیاف کلریدقلع/استات روی/پلی وینیل الکل.

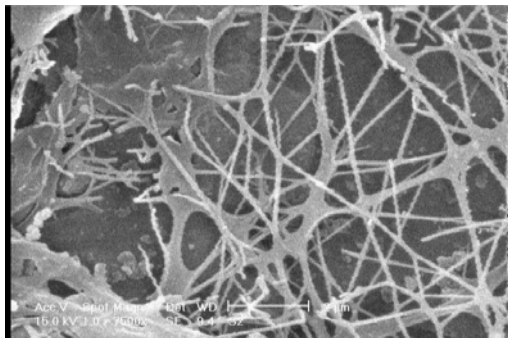
برای بررسی تاثیر ولتاژ و غلظت پلیمر بر مورفولوژی نانوالیاف کامپوزیتی حاصل، نانوالیاف متفاوتی در ولتاژهای ۸، ۱۰، ۱۲، ۱۶ و ۲۰ کیلوولت از محلول‌هایی با غلظت‌های ۸، ۱۰، ۱۲ و ۱۵ درصد وزنی پلیمر ریسیده شدند و توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد بررسی قرار گرفتند. شکل ۵ قسمت‌های الف، ب و ج، نانوالیاف ریسیده شده در ولتاژهای ۸، ۱۲، ۱۶ و ۲۰ کیلوولت از محلول ۸ درصد وزنی



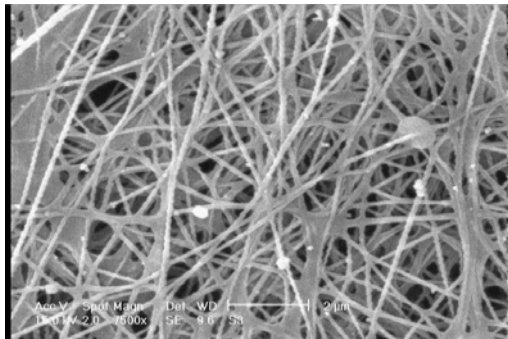
شده بر سر نازل که به شکل مخروط است) پایداری خود را از دست بدهد و در نتیجه ساختار مهره‌دار ایجاد شود.



(الف)



(ب)

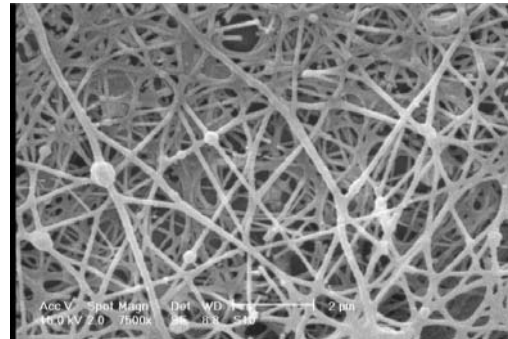


(ج)

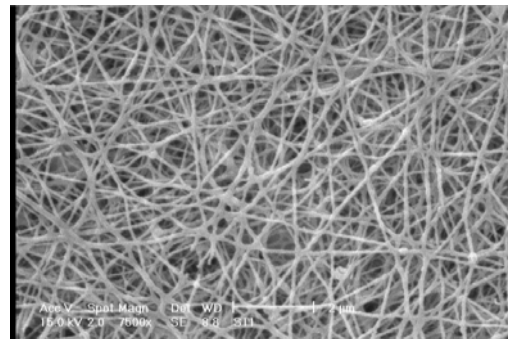
شکل ۷: تصاویر SEM نمونه‌های با ۱۲ درصد وزنی پلیمر، ریسیده شده در ولتاژهای الف (۱۲ کیلوولت، ب) ۱۶ کیلوولت و ج) ۲۰ کیلوولت، پس از کلسینه شدن.

قابل ذکر است استحکام میدان حاصل تقسیم ولتاژ اعمالی به فاصله بین نازل تا صفحه جمع‌کننده است. در شکل ۶ قسمت ب و ج، ساختار پیوسته‌ای از نانوالیاف اکسیدی بدون عیوب ساختاری مشاهده می‌شود که بیانگر این است که الیاف تهیه شده در ولتاژ ۱۶ و ۲۰ کیلوولت دارای بهترین ریخت و یکنواختی است.

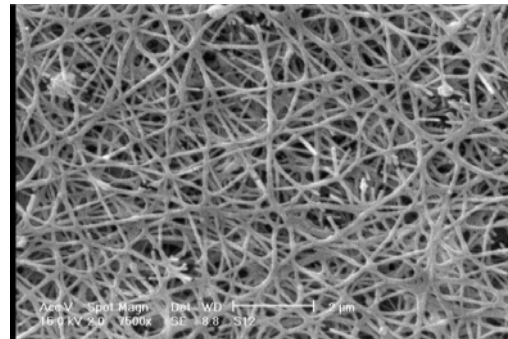
شکل ۶ قسمت‌های الف، ب و ج نانوالیاف ریسیده شده در ولتاژهای ۱۲، ۱۶ و ۲۰ کیلوولت از محلول ۱۰ درصد وزنی را نشان می‌دهد.



(الف)



(ب)



(ج)

شکل ۶: تصاویر SEM نمونه‌های با ۱۰ درصد وزنی پلیمر، ریسیده شده در ولتاژهای الف (۱۲ کیلوولت، ب) ۱۶ کیلوولت و ج) ۲۰ کیلوولت، پس از کلسینه شدن.

با توجه به تصاویر شکل ۶ قسمت الف، مشاهده می‌شود که الیاف دارای مهره هستند، علت آن کافی نبودن استحکام میدان برای غلبه بر کشش سطحی محلول و عدم تناسب استحکام میدان و ویسکوزیته محلول است. این عدم تناسب موجب می‌شود که مخروط تیلور (قطره تشکیل

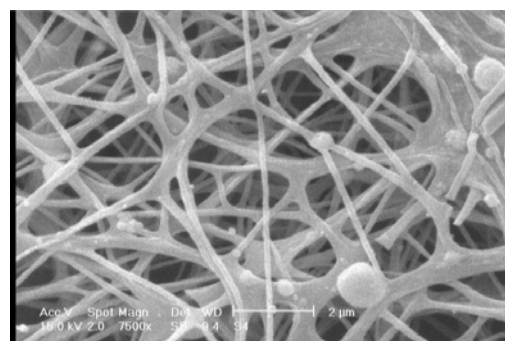
قطر الیاف پس از کلسینه شدن توسط نرم افزار Image J و از روی تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌ها با بزرگنمایی ۳۰۰۰۰ برابر تخمین زده شده است. همچنین توزیع اندازه قطر توسط نرم افزار Origin pro 8 و با استفاده از اندازه‌های بدست آمده از نرم افزار Image J برای نمونه‌های کلسینه شده رسم شده است. شکل ۹، ۱۰، ۱۱ و ۱۲ به ترتیب توزیع اندازه قطر نانوالیاف رسیده شده از محلول‌هایی با ۸، ۱۰، ۱۲ و ۱۵ درصد وزنی را نشان می‌دهد. همان‌طور که از روی تصاویر مشاهده می‌شود، بهترین توزیع اندازه قطر نانوالیاف متعلق به نانوالیاف رسیده شده در ۱۲ و ۲۰ kV از محلول ۸ درصد وزنی، ۱۶ کیلوولت از محلول ۱۰ درصد وزنی و ۱۲ kV از محلول ۱۲ درصد وزنی است، البته با توجه به اطلاعات مربوط به این سه نمونه که در جدول ۱ آمده است قابل تشخیص است که نمودار مربوط به نانوالیاف رسیده شده در ۱۶ kV از محلول ۱۰ درصد وزنی بهترین توزیع را دارد. لازم به ذکر است منظور از FWHM پهنای انطباق گوسی است که هر چقدر کوچکتر باشد توزیع مطلوب‌تر است، همچنین منظور از C درصد وزنی و V ولتاژ کاری است.

جدول ۱: نمونه‌های با توزیع قطر مطلوب.

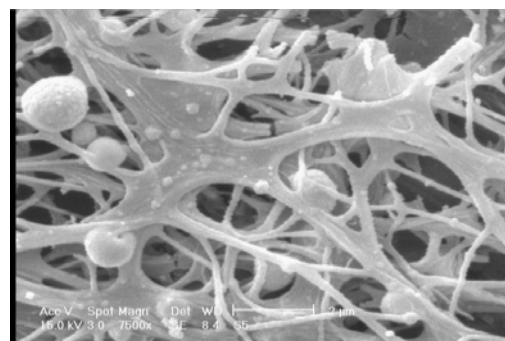
No	C	V	Min	Max	Mean	FWHM
۱	۸	۱۲	۴۰	۱۱۰	۷۲/۲۵	۳۴/۹۴
۳	۸	۲۰	۶۰	۱۶۰	۱۱۰/۰۵	۵۷/۰۵
۵	۱۰	۱۶	۴۰	۱۱۰	۷۵/۴۶	۲۸/۲۱
۷	۱۲	۱۲	۶۰	۱۴۰	۹۸/۷۵	۳۱/۷۱

در شکل ۱۳ الف تا د، نمودارهای تغییرات متوسط قطر برحسب تغییر ولتاژ کاری برای غلظت‌های مختلف آورده شده است. به‌طور کلی روند ثابتی در تغییر اندازه متوسط قطر الیاف نسبت به تغییر ولتاژ مشاهده نمی‌شود، به طوری که در نمودارهای مربوط به محلول‌های ۸ و ۱۰ درصد وزنی با افزایش ولتاژ، متوسط قطر ابتدا کاهش و سپس افزایش پیدا کرده است، در نمودار مربوط به محلول ۱۲ درصد وزنی با افزایش ولتاژ متوسط قطر همواره افزایش یافته است و در نمودار محلول ۱۵ درصد وزنی با افزایش ولتاژ متوسط قطر ابتدا افزایش و سپس کاهش یافته است.

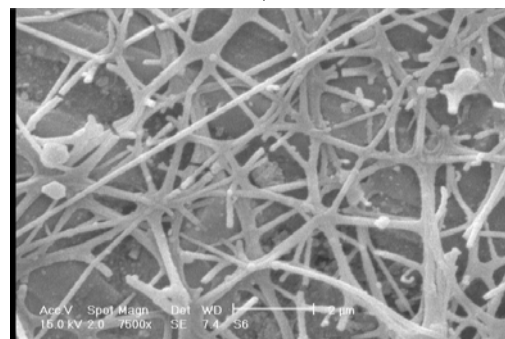
شکل ۷ و شکل ۸ قسمت‌های الف، ب و ج، نانوالیاف رسیده شده در ولتاژهای ۱۲، ۱۶ و ۲۰ کیلوولت از محلول ۱۲ و ۱۵ درصد وزنی را نشان می‌دهد. با توجه به تصاویر مشاهده می‌شود، ساختارهای مربوطه مهره‌دار و با الیاف غیریکنواخت و گسیخته است که مجدداً به عدم تناسب استحکام میدان و ویسکوزیته محلول برمی‌گردد. ویسکوزیته بالا در نتیجه غلظت بالای پلیمر در محلول ایجاد شده است، که موجب بهم خوردن توازن نرخ ورودی و نرخ خروجی محلول از سر نازل می‌شود.



(الف)

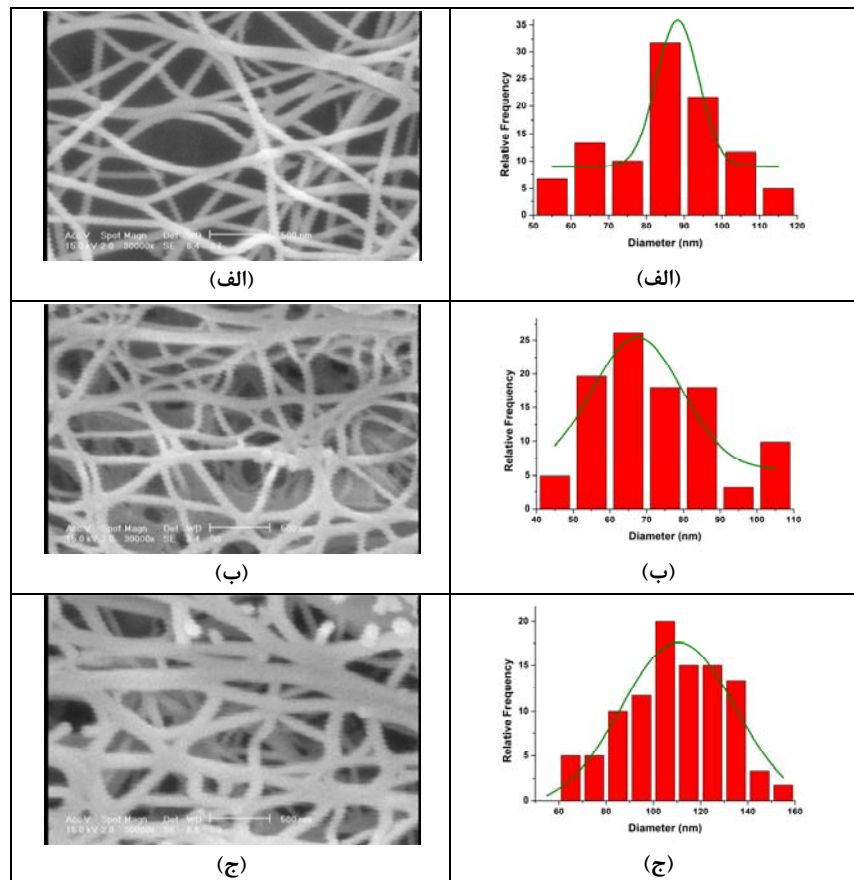


(ب)

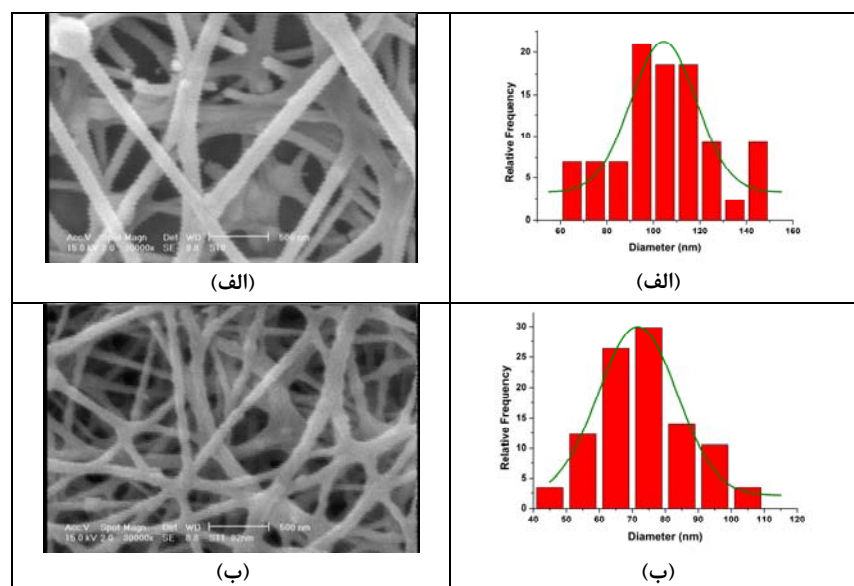


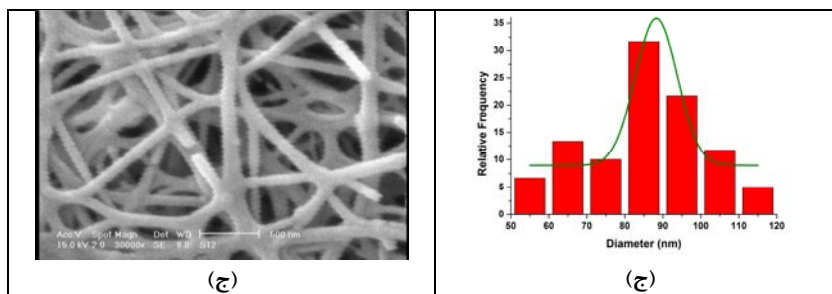
(ج)

شکل ۸: تصاویر SEM نمونه‌های با ۱۵ درصد وزنی پلیمر، رسیده شده در ولتاژهای الف (۱۲ کیلوولت، ب) ۱۶ کیلوولت و ج) ۲۰ کیلوولت، پس از کلسینه شدن.

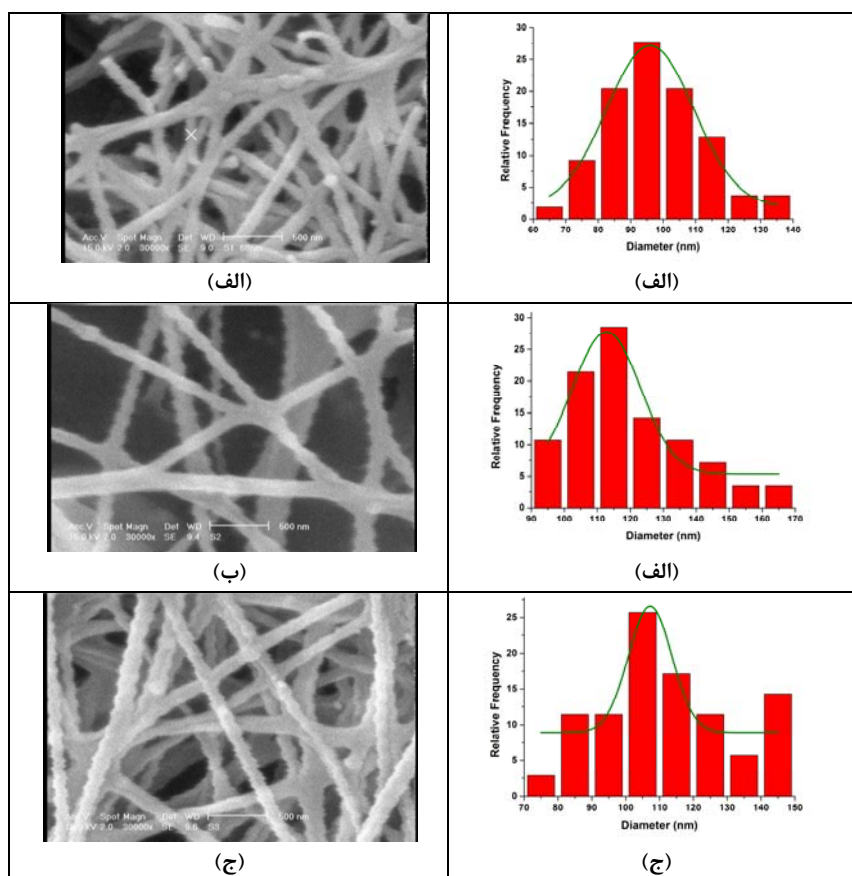


شکل ۹: تصاویر SEM و نمودار توزیع اندازه قطر نمونه‌های با ۸ درصد وزنی پلیمر، رسیده شده در ولتاژهای الف (۱۲ کیلوولت، ب) ۱۶ کیلوولت و ج) ۲۰ کیلوولت، پس از کلسینه شدن.





شکل ۱۰: تصاویر SEM و نمودار توزیع قطر نمونه‌های با ۱۰ درصد وزنی پلیمر، ریسیده شده در ولتاژهای الف) ۱۲ کیلوولت، ب) ۱۶ کیلوولت و ج) ۲۰ کیلوولت، پس از کلسینه شدن.

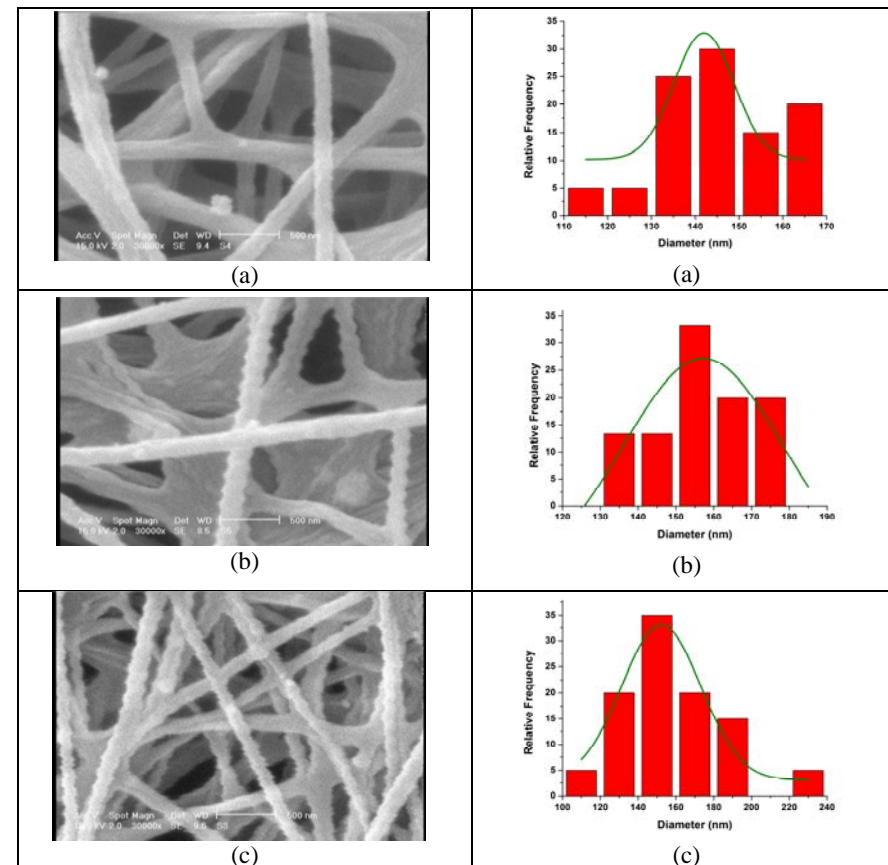


شکل ۱۱: تصاویر SEM و نمودار توزیع قطر نمونه‌های با ۱۲ درصد وزنی پلیمر، ریسیده شده در ولتاژهای الف) ۱۲ کیلوولت، ب) ۱۶ کیلوولت و ج) ۲۰ کیلوولت، پس از کلسینه شدن.

وزنی دارای کمترین مقدار هستند، اگر چه این روند در نمودار مربوط به ولتاژ ۱۲ kV مشاهده نمی‌شود که به علت کم بودن استحکام میدان با ولتاژ ۱۲ kV در برابر ویسکوزیته بالای محلول با غلظت ۱۰ درصد وزنی است.

شکل ۱۴ الف تا ج، نمودارهای مربوط به تغییرات متوسط قطر بر حسب تغییر غلظت محلول را در ولتاژهای ثابت نشان می‌دهد. قابل مشاهده است که نمودارهای به دست آمده در ولتاژهای ۱۶ و ۲۰ کیلوولت در غلظت ۱۰ درصد





شکل ۱۲: تصاویر SEM و نمودار توزیع اندازه قطر نمونه‌های با ۱۵ درصد وزنی پلیمر، ریسیده شده در ولتاژهای (a) ۱۲ کیلوولت، (b) ۱۶ کیلوولت و (c) ۲۰ کیلوولت، پس از کلسینه شدن.

است. شکل ۱۵ نتیجه آنالیز EDX برای نمونه کلسینه شده با غلظت ۱۲ درصد وزنی و در ۲۰ کیلوولت ریسیده شده است را نشان می‌دهد.

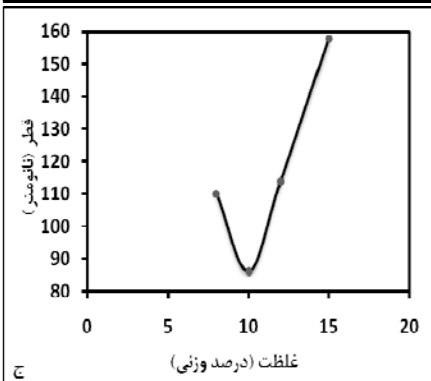
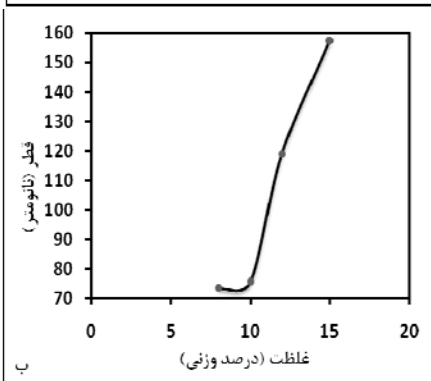
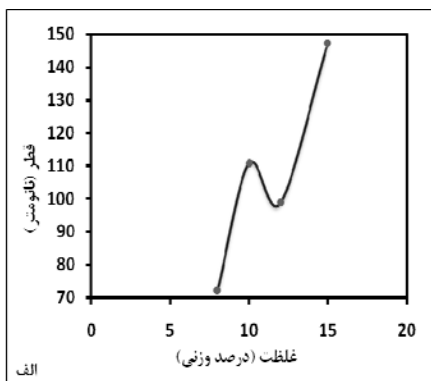
همان‌طور که در تصویر مشاهده می‌شود، تنها پیک‌های مربوط به روی، قلع، طلا و آلومینیوم قابل رویت هستند که به ترتیب مربوط به روی و قلع موجود در نانوالیاف کامپوزیتی SnO<sub>2</sub>/ZnO تهیه شده، پوشش طلای ایجاد شده (به‌منظور تهیه تصاویر SEM) بر روی نمونه‌ها و زیر لایه آلومینیومی هستند. لذا با توجه به پیک‌های موجود بار دیگر خلوص نانوالیاف کامپوزیتی SnO<sub>2</sub>/ZnO تایید می‌شود.

در نهایت غلظت پلیمر برای به‌دست آوردن نانوالیاف کامپوزیتی SnO<sub>2</sub>/ZnO با ریخت مطلوب، میانگین قطر کمتر و توزیع مناسب‌تر، ۱۰ درصد وزنی تعیین گردید و بهترین ولتاژ کاری نیز ۱۶ کیلوولت به دست آمد.

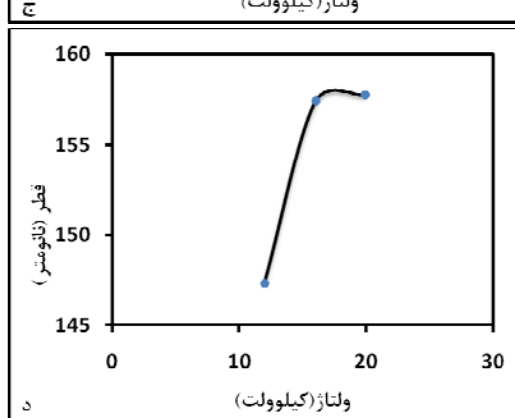
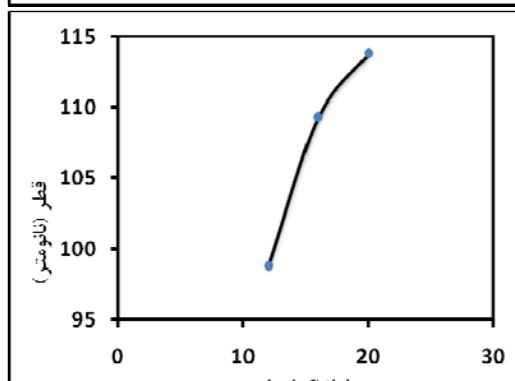
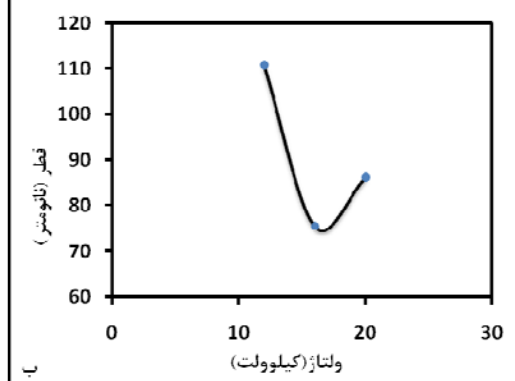
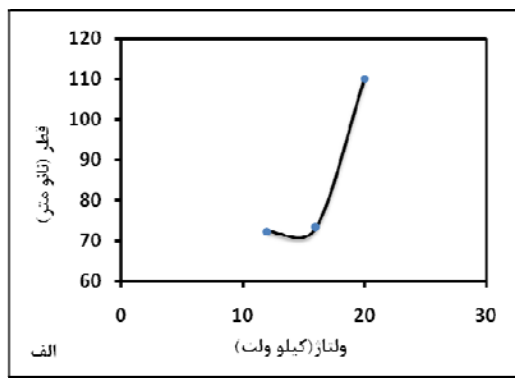
همان‌طور که در شکل ۱۳ ب، مشاهده می‌شود با افزایش ولتاژ از ۱۲ کیلوولت به ۱۶ کیلوولت و با افزایش استحکام میدان توازن مناسبی بین میزان محلول خروجی از سر نازل و میزان محلول پرتاب شده به سمت صفحه جمع کننده برقرار می‌شود و در نتیجه متوسط قطر الیاف کاهش می‌یابد.

در نهایت با بررسی تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، نمودارهای توزیع اندازه قطر و متوسط قطر مربوط به نانوالیاف کلسینه‌شده با پارامترهای متفاوت، نانوالیاف ریسیده شده با ولتاژ ۱۶ کیلوولت و در غلظت ۱۰ درصد وزنی دارای بهترین مشخصه‌ها است. جدول ۲ دسته‌ای از عوامل بهینه حاصل از بررسی‌های انجام شده را نشان می‌دهد.

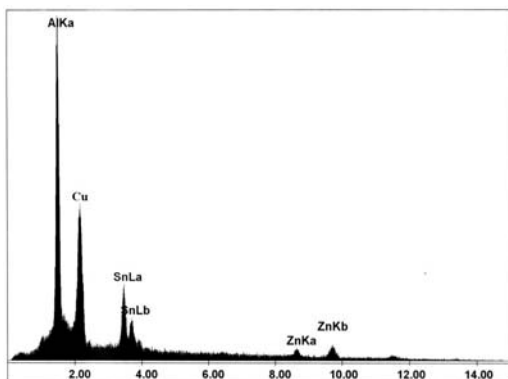
آنالیز EDX برای بررسی احتمال حضور ناخالصی‌های عنصری در نانوالیاف کامپوزیتی SnO<sub>2</sub>/ZnO انجام شده



شکل ۱۴: نمودار متوسط قطر بر حسب غلظت برای ولتاژهای (الف) ۱۲ کیلوولت، (ب) ۱۶ کیلوولت و (ج) ۲۰ کیلوولت.



شکل ۱۳: نمودار متوسط قطر بر حسب ولتاژ برای غلظت‌های (الف) ۸ درصد وزنی، (ب) ۱۰ درصد وزنی، (ج) ۱۲ درصد وزنی و (د) ۱۵ درصد وزنی.



شکل ۱۵: آنالیز EDX برای نانوالیاف رسییده شده در ۲۰ کیلوولت از محلول با غلظت ۱۲ درصد وزنی.

ورترزیت اکسیدروی و روتایل دی اکسید قلع بوده و از تبلور خوبی برخوردار است. نتایج حاصل از آزمون‌های XRD و EDX در تکمیل اطلاعات بدست آمده از STA نشان داد که برای دستیابی به نانوالیاف کامپوزیتی  $\text{SnO}_2/\text{ZnO}$  با درجه خلوص بالا نیازی به دماهای بالا در مقایسه با روش انتقال از فاز بخار نیست. در نهایت غلظت پلیمر برای بدست آوردن نانوالیاف  $\text{SnO}_2/\text{ZnO}$  با ریخت مطلوب، میانگین قطر کمتر و توزیع مناسب‌تر، ۱۰ درصد وزنی تعیین گردید و بهترین ولتاژ کاری نیز ۱۶ kV بدست آمد.

### مراجع

- [1] Z. Wang, Z. Li, H. Zhang, C. Wang, *Journal of Catalysis Communications*, **11**, 2009, 257.
- [2] X. Song, L. Liu, *Journal of Actuators A*, **154**, 2009, 175.
- [3] J. Moon, J.A. Park, S.J. Lee, T. Zyung, *ETRI Journal*, **31**, 2009, 636.
- [4] D.H. Reneker, A.L. Yarin, *Journal of Polymer*, **49**, 2008, 2387.
- [5] S. Ramakrishna, K. Fujihara, W.E. Teo, T.C. Lim, Z. Ma, "An Introduction to Electrospinning and Nanofibers", World Scientific Publishing Company, Singapore, 2005, P.396.
- [6] K. Asokan, J.Y. Park, S.W. Choi, S.S. Kim, *Nanoscale Res Lett*, **5**, 2005, 747.
- [7] A. Alkaya, R. Kaplan, H. Canbolat, S.S. Hegedus, *Journal of Renewable Energy*, **34**, 2009, 1595.
- [8] X. Song, Z. Wang, Y. Liu, C. Wang, L. Li, *Nanotechnology*, **20**, 2009, 075501.
- [9] M. Zhang, T. An, X. Hu, C. Wang, G. Sheng, J. Fu, *Applied Catalysis A: General*, **260**, 2004, 215.
- [10] H. Wang, S. Baek, J. Lee, S. Lim, *Chemical Engineering Journal*, **146**, 2009, 355.

جدول ۲: پارامترهای بهینه نهایی.

مقادیر بهینه	عوامل
۱۰	غلظت پلیمر بر حسب درصد وزنی
۱	کلرید قلع بر حسب گرم در ۲۰ میلی‌لیتر محلول
۱	استات روی بر حسب گرم در ۲۰ میلی‌لیتر محلول
۰/۲	نرخ تغذیه بر حسب میلی‌لیتر بر ساعت
۶	فاصله کالکتور تا نازل بر حسب سانتی‌متر
۱۶	ولتاژ بر حسب کیلوولت
آلومینیوم	جنس صفحه جمع کننده
۶۵۰	دمای کلسینه شدن بر حسب درجه سانتی‌گراد
۶	زمان کلسینه شدن بر حسب ساعت

### ۴- نتیجه گیری

در کار حاضر، سنتز نانوالیاف کامپوزیتی  $\text{SnO}_2/\text{ZnO}$  با خلوص فازی و شیمیایی بالا با استفاده از روش الکترورسی انجام شد. بدین منظور الیاف اولیه کلرید قلع/استات روی/پلی‌ونیل‌الکل در دمای نسبتاً پایین  $650^\circ\text{C}$  به مدت ۶ ساعت کلسینه شدند و عوامل موثر بر مورفولوژی الیاف بررسی شدند تا نانوالیاف با توزیع اندازه قطر مطلوب و متوسط قطر ۷۵ نانومتر بدست آید. با استفاده از آنالیز XRD مشخص گردید نانوالیاف حاصل دارای نانوساختارهای