



مجله علوم و تکنولوژی پلیمر،
سال بیست و دو، شماره ۳،
صفحه ۲۲۲-۲۳۳، ۱۳۸۸
ISSN : 1016-3255

الکتروریسی نانوالیاف آرایش یافته و اندازه‌گیری سرعت الکتروریسی با استفاده از جت چرخان

مهرداد خامفروش^{۱*}، فرزاد دبیریان^۲، سروه ماجدی^۱

۱- سنترج، دانشگاه کردستان، دانشکده فنی و مهندسی، گروه مهندسی شیمی، کدپستی ۶۶۱۷۷

۲- اصفهان، دانشگاه صنعتی اصفهان، دانشکده مهندسی نساجی، کدپستی ۸۴۱۵۶

دریافت: ۸/۴/۱۳، پذیرش: ۸/۵/۲۰

چکیده

این پژوهش، بر مبنای ایده جدیدی استوار است که از آن می‌توان برای تولید نانوالیاف موازی شده حول یک محور به شکل بسیار مؤثر و آسان بهره گرفت. در حقیقت روش مداول الکتروریسی برای تولید نانوالیاف پلیمری به منظور آرایش دادن به الیاف و موازی‌سازی آنها اصلاح شده است. رمز موقیت این روش ایجاد جت چرخان با استفاده از استوانه فلزی توخالی است. در این روش، از ریسندهای در مرکز استوانه‌ای فلزی توخالی برای ریسنندگی استفاده شده است. در این حالت جت خارج شده از ریسنده شروع به چرخش می‌کند و نانوالیاف پلیمری روی دیواره داخلی استوانه جمع‌آوری می‌شود. مهم‌ترین مزیت این روش نسبت به سایر روش‌ها، تولید نانوالیاف موازی شده به طور پیوسته در محدوده‌ای گسترده‌تر است. در این روش، می‌توان نانوالیاف موازی شده را با طول های بلند در محدوده چند ده متر نیز تولید کرد. این شیوه جمع‌آوری محاسبه سرعت تولید نانوالیاف را برای اولین بار میسر کرده است. از این‌رو، مهم‌ترین عوامل اثرگذار بر سرعت الکتروریسی یعنی غلظت پلیمر، قطر استوانه و لتاژ بررسی شده است. برای این منظور ولتاژ الکتروریسی از ۱۶ kV تغییر داده شد. قطر استوانه از ۲۰ تا ۵۰ cm افزایش داده شد و از محلول ۱۵ تا ۱۹ درصد وزنی پلی‌اکریلو نیتریل استفاده شد.

واژه‌های کلیدی

پلی‌اکریلونیتریل،
جمع کننده استوانه‌ای توخالی،
نانوالیاف تک محوری،
موازی‌سازی الیاف،
الکتروریسی پیوسته

*مسئول مکاتبات، پیام نگار:

m.khamforoush@uok.ac.ir

Alignment of Electrospun Nanofibers and Prediction of Electrospinning Linear Speed Using a Rotating Jet

M. Khamforoush^{1*}, F. Dabirian², and S. Majedi¹

1. Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, University of Kurdistan, Sanandaj-66177,
Iran.

2. Department of Textile Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan-84156, Iran

Received 4 July 2009, accepted 11 August 2009

Abstract

A new and effective electrospinning method has been developed for producing aligned polymer nanofibers. The conventional electrospinning technique has been modified to fabricate nanofibers as uniaxially aligned array. The key to the success of this technique is the creation of a rotating jet by using a cylindrical collector in which the needle tip is located at its center. The unique advantage of this method among the current methods is the ability of apparatus to weave continuously nanofibers in uniaxially aligned form. Fibers produced by this method are well-aligned, with several meters in length, and can be spread over a large area. We have employed a voltage range of (6-16 kV), a collector diameter in the range of 20-50 cm and various concentrations of PAN solutions ranging from 15 wt% to 19 wt %. The electrospun nanofibers could be conveniently formed onto the surface of any thin substrate such as glass sampling plate for subsequent treatments and other applications. Therefore, the linear speed of electrospinning process is determined experimentally as a function of cylindrical collector diameter, polymer concentration and field potential difference.

Key Words

polyacrylonitrile,
hollow cylindrical collector,
uniaxial nanofibers,
fiber alignment,
continuous electrospinning

(*) To whom correspondence should be addressed.

E-mail: m.khamforoush@uok.ac.ir

مقدمه

جمع کننده فلزی تولید می‌شود. باید اضافه کرد که نانوآلیاف بدون آرایش تولید شده با روش توصیف شده (روش متداول) فقط کاربردهای محدودی در ساخت غشاها [۸،۹]، داربست‌های مهندسی بافت [۱۰،۱۱]، حس‌گرها [۱۲]، کاتالیزورها [۱۳] و زخم پوش‌ها [۱۴] دارد.

یکی از چالش‌های عمدۀ در کاربرد گسترده نانوآلیاف پلیمری در عرصه‌های مختلف صنعتی، تولید کنترل شده نانوآلیاف به شکل آرایش یافته حول یک محور است. تاکنون تلاش‌هایی برای موازی سازی نانوآلیاف تولید شده به روش الکتروریسی انجام شده است. اما، هنوز روش‌های مناسب و کاملاً موفق برای کنترل و جمع‌آوری نانوآلیاف به طور منظم به منظور انجام عملیات‌های تکمیلی یا بررسی خواص مختلف نانوآلیاف (نظیر تعیین استحکام دسته‌های الیاف الکتروریسی شده) ارائه نشده است. روش‌های موجود را می‌توان در دو گروه اصلی دسته‌بندی کرد. روش‌هایی که با تغییر ساختار جمع کننده موفق به موازی سازی و جمع‌آوری نانوآلیاف حول یک محور شده‌اند و روش‌هایی که با اصلاح و کنترل میدان الکتروستاتیک این کار را انجام می‌دهند. در این خصوص Doshi و Reneker [۱] از جمع کننده سیلندری چرخان با سرعت چرخش زیاد به جای صفحه فلزی مسطح برای موازی سازی نانوآلیاف تولید شده استفاده کرده‌اند.

Sundaray و همکاران [۱۵] سوزن نوک تیزی را با پتانسیل منفی برای بهبود آرایش یافتگی الیاف در روش قبلی در داخل استوانه چرخان دقیقاً در زیر ریستنده قرار دادند.

Theron و همکاران [۱۶،۱۷] صفحه‌ای با لبه‌های تیز را به منظور جمع‌آوری الیاف به شکل موازی به کار گرفته‌اند. در این روش الیاف جمع‌آوری شده و الیاف در حال تولید هردو دارای شارژ الکتریکی هم‌نام بودند. بنابراین، دافعه ایجاد شده میان این دو دسته از الیاف به توازن بیشتر و تک محوری شدن نانوآلیاف کمک می‌کند.

روش‌های دیگر با اصلاح میدان الکتروستاتیکی و کنترل ناپایداری Deitzel و همکاران [۱۸] با القای میدان الکتریکی خارجی به کمک منبع تغذیه فشار قوی هم‌نام با منع تغذیه اولیه نیروی خارجی بر جت شکل گرفته وارد کرده‌اند و بدین ترتیب برای کنترل مقدار ناپایداری و جلوگیری از حرکت شلاقی برای الکتروریسی تلاش کرده‌اند.

Tan و همکاران [۱۹] استفاده از قابی فلزی را برای جمع‌آوری نانوآلیاف پیشنهاد کرده‌اند. در این روش، لیف شارژ شده هنگامی که به نزدیکی قاب فلزی می‌رسد، از دو طرف کشیده شده و در عرض قاب قرار می‌گیرد.

Li و همکاران [۲۰] به جای استفاده از قاب فلزی از دو صفحه فلزی متصل شده به زمین، که بین لبه عرضی آنها فاصله خالی وجود دارد،

الکتروریسی فنی است که به کمک آن می‌توان نانوآلیاف پلیمری منفرد و ممتد را با طول‌های نسبتاً بلند تولید کرد. اگرچه واژه الکتروریسی برای اولین بار در سال ۱۹۹۵ توسط Doshi و Reneker [۱] به کار گرفته شد. اما، تولید الیاف پلیمری بسیار نازک با استفاده از جت پلیمری القا شده در میدان الکتروستاتیک سابقه‌ای طولانی دارد [۲]. به طور کلی، دستگاه الکتروریسی متداول از چهار بخش اساسی تشکیل شده است [۱]:

- لوله باریک فلزی نظری سوزن سرنگ به عنوان ریستنده،
- منبع تغذیه و لتأثر زیاد جریان مستقیم برای ایجاد میدان الکتروستاتیک،
- پمپ خوراک برای تنظیم سرعت حجمی جریان محلول یا مذاب پلیمر خروجی از ریستنده و
- جمع کننده الیاف که می‌تواند صفحه فلزی مسطح ایستا از جنس آلومینیم باشد.

در دستگاه الکتروریسی متداول معمولاً قطب مشت منبع تغذیه به ریستنده و قطب منفی آن به جمع کننده فلزی متصل می‌شود. محلول یا مذاب پلیمری به وسیله پمپ خوراک به داخل ریستنده تزریق می‌شود. زمانی که قطره پلیمر آویخته شده از نوک ریستنده تحت تأثیر میدان الکتریکی و لتأثر زیاد قرار می‌گیرد، به شدت شارژ شده و بارهای الکتریکی در سطح قطره پراکنده می‌شوند. در چنین وضعیتی قطره تحت تأثیر دو نوع نیروی الکتروستاتیک قرار می‌گیرد، دافعه الکتریکی میان بارهای الکتریکی ایجاد شده در سطح قطره و نیروی کولن که به وسیله میدان الکتریکی اعمال می‌شود. در اثر برهم‌کنش این دو نیرو قطره کروی کشیده شده و به شکل مخروط موسوم به مخروط تیلور تغییر شکل می‌دهد [۴۵]. با افزایش و لتأثر و رسیدن به و لتأثر بحرانی، نیروهای کولنی می‌توانند برکشش سطحی قطره پلیمر غلبه کنند و باعث ایجاد جتی پایدار از نوک مخروط تیلور شوند. جت پلیمری شکل گرفته با سرعت زیاد به سمت جمع کننده فلزی کشیده می‌شود. پس از طی مسیر کوتاهی دافعه متقابل شارژهای حمل شده در سطح جت باعث ایجاد ناپایداری هایی در حرکت جت می‌شوند. بروز این ناپایداری‌ها جت را خم کرده، باعث می‌شود مسیر مستقیم جت به شکل مسیر مارپیچ حلقوی شکل تبدیل شود. در نتیجه جت با حرکتی کاملاً شلاقی به سمت جمع کننده می‌رود [۶،۷]. بنابراین، جت در فاصله نسبتاً کم میان نوک ریستنده تا جمع کننده (فاصله ریستنده)، مسیر بسیار طولانی را طی می‌کند. به عبارت دیگر، جت پلیمری کشسان تحت تأثیر نیروهای الکتریکی هزاران بار کشیده شده و نازک می‌شود. این کشیدگی بسیار زیاد، جت پلیمری را بسیار باریک می‌کند، قطر آن را تا زیر میکرون و حتی تا چند ده نانومتر کاهش می‌دهد. سرانجام، حلال تبخیر یا مذاب سرد شده و نانوآلیافی ممتد و بی‌بافت به شکلی کاملاً تصادفی روی

بر مقدار تولید نانوالیاف پلی‌اکریلونیتریل الکتروریسی شده با روش متداول را بررسی کرده‌اند. اما، سرعت خطی الکتروریسی را اندازه‌گیری نکرده‌اند. در واقع آنها تلاش کردند تا عوامل افزاینده مقدار تولید نانوالیاف را بدون تغییر در قطر شناسایی کنند.

تجربی

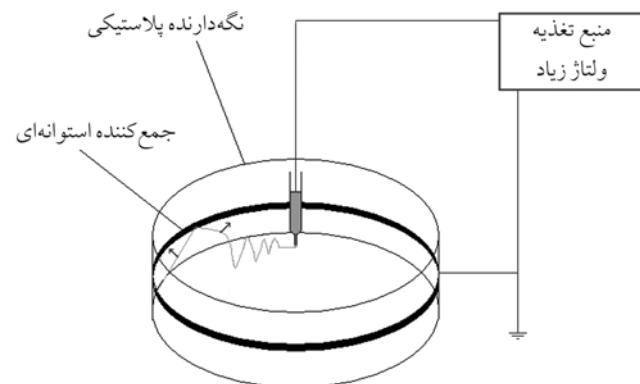
مواد

در این پژوهش، از پلی‌اکریلونیتریل صنعتی (PAN) محصول شرکت پلی‌اکریل ایران با وزن‌های مولکولی متوسط وزنی ۱۰۰۰۰ و عددی ۷۰۰۰۰ به عنوان پلیمر استفاده شده است. از دی‌متیل فرمامید (DMF) محصول شرکت Merck به عنوان حلال استفاده شده است. محلول‌های پلیمری با غلظت‌های ۱۵، ۱۶، ۱۷، ۱۸ و ۱۹ درصد وزنی از حل کردن مقادیر مختلف PAN در حلال DMF تهیه شد. این محلول‌های پلیمری با استفاده از هم زن مغناطیسی در دمای ۴۵-۵۰°C تهیه شدند. عمل اختلاط به مدت ۲ h به طول انجامید. به منظور تثبیت و تکمیل فرایند اتحال، محلول‌های تهیه شده به مدت ۲ h دیگر در حمام آب گرم یا داخل گرم خانه با دمای ۶۰°C قرار گرفتند.

دستگاه‌ها

دستگاه الکتروریسی اصلاح شده و ساز و کار موازی سازی

نمایی از دستگاه الکتروریسی اصلاح شده در این پژوهش در شکل ۱ نشان داده شده است. دستگاه اصلاح شده شبیه همان دستگاه الکتروریسی متداول است، با این تفاوت که بخش جمع کننده الیاف به کمک استوانه‌ای فلزی توخالی از جنس استیل انعطاف‌پذیر به ارتفاع



شکل ۱ - طرح کلی دستگاه الکتروریسی اصلاح شده با جمع کننده استوانه‌ای توخالی برای تولید نانوالیاف موازی.

استفاده کرده‌اند.

جلیلی و همکاران [۲۱] با قرار دادن صفحه شیشه‌ای به جای فاصله خالی، جمع کننده الیاف را در روش قبلی اصلاح کردند. به کارگیری صفحه شیشه‌ای اثری بر موازی سازی ندارد و فقط باعث حفاظت از الیاف شده، از پاره شدن در اثر جریان هوا و وزن الیاف جلوگیری می‌کند. هم‌چنین، از درهم شدن الیاف در اثر دافعه متقابل الیاف در حال تولید ممانعت می‌کند. مهم ترین مزیت این روش تولید الیاف با ضریب شکست مضاعف (موازی شده با آرایش یافته‌گی درون مولکولی) است. اما، نانوالیاف تولید شده در این روش طول‌های بسیار کوتاهی به اندازه فاصله بین دو صفحه (حداکثر ۳ تا ۴ cm) دارند.

تمام روش‌های یاد شده دارای نقطه ضعف‌هایی هستند. به عنوان مثال نمی‌توان از آنها برای تولید نانوالیاف موازی شده بلند استفاده کرد. هم‌چنین، برای تولید الیاف به هم پیوسته موازی روی سطحی نسبتاً گسترده دارای محدودیت هستند. در این پژوهش، روشی بسیار مؤثر و در عین حال ساده برای اولین بار فقط با اصلاح شکل جمع کننده فلزی و طریقه قرار گرفتن ریسنده نسبت به آن رائمه شده است. این روش محدودیت‌های موجود در روش‌های قبلی را کاملاً مرتفع کرده است. به کمک این روش می‌توان نانوالیاف را به طور پیوسته بدون انقطاع حول یک راستا با هر طولی تولید کرد که با روش‌های قبلی تولید چنین نانوالیافی امکان‌پذیر نیست. در این روش، می‌توان الیاف را روی سطحی نسبتاً گسترده و برای انجام مراحل تکمیلی روی الیاف یا عملیات دیگر نیز تولید کرد. نکته حائز اهمیت درباره این روش در مقایسه با سایر روش‌ها این است که در آن از هیچ نوع وسیله جانبی به جز چهار بخش اصلی دستگاه الکتروریسی که پیشتر توضیح داده شد، استفاده نمی‌شود. به عبارت دیگر، در روش مزبور نیازی به استفاده از موتور DC یا اعمال میدان الکتریکی خارجی نیست. از این‌رو، می‌توان با توجه به قابلیت‌های این روش (سادگی و کارایی زیاد) آن را به عنوان گزینه مناسبی برای تولید نانوالیاف موازی در مقیاس صنعتی در نظر گرفت. هم‌چنین، ساختار ویژه دستگاه الکتروریسی اصلاح شده در این جا امکان آن را می‌دهد که اثر عوامل مختلف فرایند الکتروریسی نظیر غلظت، ولتاژ و فاصله ریسنده‌گی را روی سرعت الکتروریسی پیش‌بینی کرد. در ادامه جزئیات روش اصلاح شده الکتروریسی تشریح می‌شود و ساختار نانوالیاف تولید شده تک محوری به وسیله میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترون‌پویشی بررسی می‌شود. سپس اثر غلظت پلیمر، ولتاژ (قدرت میدان الکتریکی) و فاصله ریسنده‌گی به طور تجربی روی سرعت الکتروریسی با روشی ابداعی مطالعه می‌شود. لازم به ذکر است، سرعت فرایند الکتروریسی تاکنون به روش تجربی اندازه‌گیری نشده است. البته باید اشاره کرد که جلیلی و همکاران [۲۲] در پژوهشی فقط عوامل اثرگذار

۵-۶/۴۸ kV معین شده است) جت پایدار شارشده از محلول پلیمری به شکل افقی از نوک مخروط تیلور بیرون می‌زند و با حرکت نامنظم شلاقی به سمت جداره داخلی استوانه پیش روی می‌کند. اصلاح انجام شده روی جمع کننده الیاف به طور مؤثری باعث می‌شود تا الیاف الکتروریسی شده به شکل آرایش یافته حول سطح مقطعی عمود بر محور استوانه روی جداره داخلی استوانه جمع آوری شوند. به عبارت دیگر، در شروع الکتروریسی جت شکل گرفته از نوک مخروط تیلور به طور تصادفی به بدنه داخلی استوانه نزدیک می‌شود، بخش ابتدایی جت پلیمری به وسیله نزدیک ترین بخش جمع کننده استوانه‌ای کشیده می‌شود. بنابراین، دو نقطه از ابتدای جت پلیمری همان طور که در شکل ۱ نشان داده شده است، با دو نقطه از سطح انحنای داره داخلی استوانه برخورد می‌کند. در این لحظه لیف معلق مانده میان این دو نقطه به دلیل تجمع بارهای مثبت بر سطح لیف به سمت دیواره داخلی جمع کننده استوانه‌ای دارای بار منفی کشیده می‌شود. سپس، دنباله لیف به شکل افقی به سمت دیواره استوانه متمایل می‌شود. یعنی لیف پلیمری به شکل موازی با سطح افق بر محیط داخلی استوانه کشیده می‌شود و نانوالیاف الکتروریسی شده به شکل چرخشی بر پیرامون داره داخلی استوانه تشکیل می‌شوند. این موضوع بدین معناست که جت پلیمری خارج شده از مخروط تیلور حول محور استوانه شروع به چرخش می‌کند. بنابراین، جتی چرخان روی نوک مخروط تیلور شکل می‌گیرد. در پایان باید گفت به دلیل باقی ماندن مقداری از بارهای مثبت بر سطح نانوالیاف شکل گرفته بر دیواره‌ای استوانه، بیشتر الیاف جدیدی که به سوی جمع کننده می‌روند به وسیله الیاف قدیمی دفع می‌شوند. بنابراین، نانوالیاف به شکل پیوسته در کنار یک دیگر بر سطح داخلی استوانه تشکیل می‌شوند. تصویر میکروسکوپی نمونه‌ای از نانوالیاف تشکیل شده با این روش در شکل ۲-الف نشان داده شده است.

اندازه‌گیری سرعت الکتروریسی

همان طور که قبلاً اشاره شد، در این مطالعه برای اولین بار سرعت خطی الکتروریسی به طور تجربی با روشی ساده بر حسب عوامل مهم اثرگذار بر فرایند الکتروریسی نظیر غلظت، ولتاژ و فاصله ریسنده‌گی پیش‌بینی شد. برای این منظور از غلظت‌های ۱۵، ۱۶، ۱۷، ۱۸ و ۱۹ درصد وزنی پلیمر پلی‌اکریلونیتریل در حلال دی‌متیل فرمامید استفاده شد. هم‌چنین، برای هر کدام از این غلظت‌ها، مگر این که قبلاً اشاره شده باشد، ولتاژ الکتروریسی از ۶ تا ۶ kV، با مقدار تغییر ۲ kV افزایش یافت. در این پژوهش، فاصله ریسنده‌گی (فاصله میان نوک ریسنده تا جمع کننده) همان شعاع داخلی استوانه بود. برای بررسی اثر این عامل بر سرعت ریسنده‌گی، چهار استوانه با چهار قطر مختلف ۲۰، ۳۰، ۴۰ و ۵۰ cm به کار

۴ cm جای گزین شده است. هم‌چنین، نوک ریسنده به شکل عمودی در مرکز استوانه در برابر دیواره‌های داخلی استوانه قرار داده شده است. این اصلاح به ظاهر ساده اثر شکری بر نحوه جمع آوری الیاف به شکل کاملاً آرایش یافته حول یک محور می‌گذارد.

در روش جمع آوری الیاف به وسیله سیلندر چرخان [۱۵، ۱] جمع کننده سیلندری به کمک موتور DC پرسرعت می‌چرخد و الیاف روی جداره خارجی استوانه به شکل آرایش یافته جمع آوری می‌شوند. مهم‌ترین نقطه ضعف این روش کنترل سرعت چرخش موتور است، به طوری که الیاف پاره می‌شوند و نمی‌توان به سهولت الیافی پیوسته با طول بلند تولید کرد. اما در روش پیشنهاد شده در این پژوهش، با توجه به این که ریسنده در مرکز استوانه در امتداد محور استوانه دقیقاً در مقابل جداره‌های داخلی استوانه قرار می‌گیرد، الیاف روی بدنه داخلی استوانه جمع آوری می‌شود و سرعت الکتروریسی به کمک عوامل فرایندی به طور خود به خودی تنظیم می‌شود.

مهم‌ترین مزیت این روش نسبت به روش استوانه چرخان عدم نیاز به موتور برای چرخش استوانه است. افزون بر آن، می‌توان الیاف پیوسته را با هر طولی بر جداره داخلی استوانه تولید کرد. هم‌چنین باید اشاره کرد، در روش استفاده از استوانه چرخان، در انتخاب قطر بیرونی استوانه محدودیت وجود دارد، زیرا با انتخاب قطر بیرونی استوانه موتورهای قوی‌تری برای چرخاندن آنها نیاز است. در حالی که در روش پیشنهاد شده در پژوهش حاضر، به راحتی می‌توان قطر استوانه‌ها را تا جایی که الکتروریسی امکان‌پذیر باشد، بدون نیاز به هیچ وسیله جانبی تغییر داد.

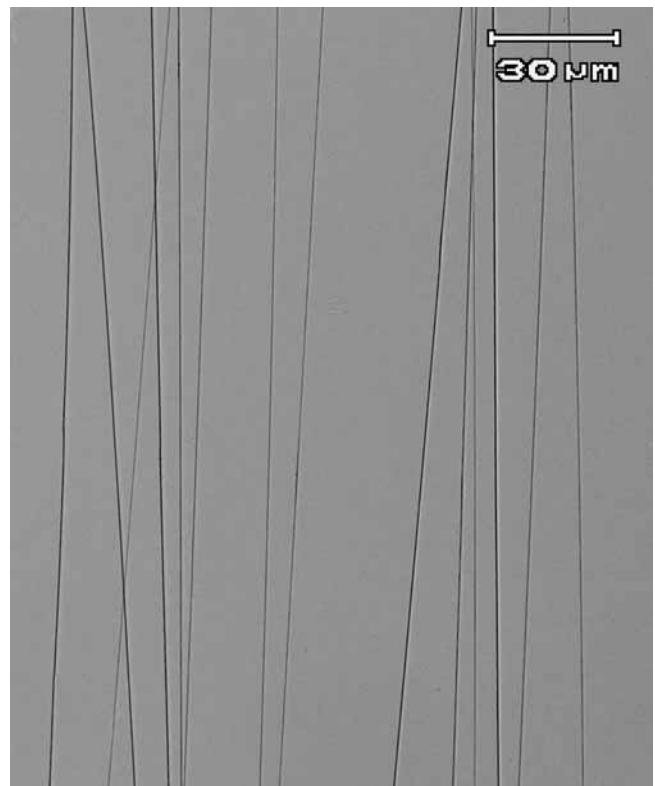
برای بررسی آرایش نانوالیاف تولید شده با روش الکتروریسی اصلاح شده میکروسکوپ نوری مدل Wetzlar Hund Olympus-BX60 و میکروسکوپ الکترون پویشی مدل XL-30 Philips به کار گرفته شد.

روش‌ها

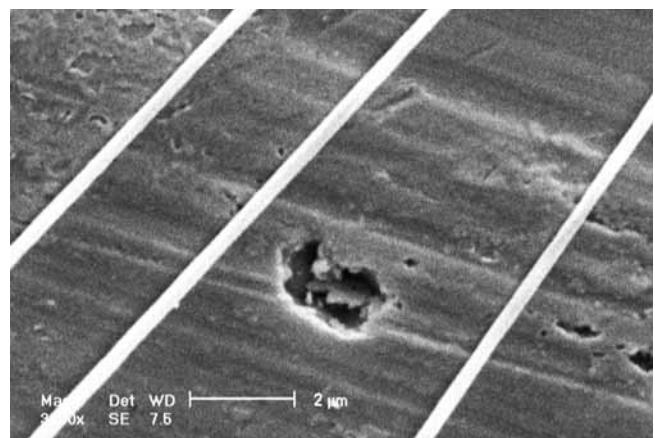
برای انجام الکتروریسی محلول پلیمری داخل سرنگ ۱ mL ریخته می‌شود و از سر سرنگ فلزی با ابعاد $۵\text{cm} \times ۲۵\text{mm}$ به عنوان ریسنده استفاده می‌شود. سوزن ریسنده به قطب مثبت منبع جریان مستقیم ولتاژ زیاد و قطب منفی منبع تغذیه به جمع کننده استوانه‌ای شکل متصل می‌شود. محلول پلیمری به وسیله پمپ خوراک به طور پیوسته باشدت جریانی در بازه $۰-۰.۳\text{mL/h}$ به داخل ریسنده تزریق می‌شود. در میدان الکتریکی مخروط تیلور شکل می‌گیرد و هنگامی که اختلاف پتانسیل میان قطب‌های شده از ریسنده و جمع کننده استوانه‌ای توخالی افزایش می‌یابد در ولتاژ بحرانی (در این مطالعه محدوده ولتاژ بحرانی

چهار لام آزمایشگاهی با ابعاد $2/5 \times 7/5 \text{ cm}$ دو به دو مقابله یک دیگر بر بدنه داخلی استوانه نصب شد، طوری که فاصله هر لام تا لام دیگر برابر باشد. لازم به ذکر است، امتداد طولی لام‌ها در امتداد ارتفاع استوانه قرار می‌گیرد. سپس، فرایند الکتروریسی در مدت زمان کوتاه‌ترین ۵ تا 10s انجام شد. برای اندازه‌گیری زمان الکتروریسی از زمان سنجه الکترونیکی با دقت 1s استفاده شد. پس از انجام الکتروریسی بخشی از نانوالياف تشکیل شده روی جداره داخلی استوانه در امتداد عرضی لام‌ها قرار می‌گیرند. سپس، دو سر الیاف تشکیل شده روی لام به کمک تیغی تیز بریده شده، لام‌ها همراه با نمونه‌های تشکیل شده بر سطح آنها برداشته می‌شوند.

با استفاده از یک میکروسکوپ نوری تعداد الیاف تشکیل شده روی هر چهار لام شمرده شدن و تعداد متوسط الیاف روی لام‌ها محاسبه شد. همان‌طور که قبل اشاره شد، هر لیف قرار گرفته روی لام‌ها در واقع بخش کوچکی از لیفی بزرگ است که به شکل دایره وار بر محیط داخلی استوانه تشکیل شده است. بنابراین، برای محاسبه طول کامل هر لیف باید تعداد متوسط الیاف شمارش شده را در محیط داخلی استوانه ضرب کرد. حاصل، طول لیف الکتروریسی شده در مدت زمان نسبتاً کوتاه اندازه‌گیری شده است. از تقسیم طول لیف الکتروریسی شده بر زمان الکتروریسی به سادگی می‌توان سرعت الکتروریسی را محاسبه کرد. لازم به ذکر است، برای جلوگیری از ایجاد خطأ و تشکیل جامعه آماری نرمال برای هر دسته از عوامل گفته شده هر آزمایش 20 مرتبه تکرار شد و تکرارهای با تعداد الیاف کم حذف شدند. در نهایت میانگین هر دسته با سایر دسته‌ها مقایسه شد.



(الف)



(ب)

ویژگی‌ها و آرایش نانوالياف

برای بررسی آرایش نانوالياف تولید شده با روش الکتروریسی اصلاح شده با جت چرخان در داخل استوانه توخالی، میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترون پویشی به کار گرفته شد.

شکل ۲- الف تصویر میکروسکوپی نمونه از نانوالياف پلی‌اکریلونیتریل را نشان می‌دهد که به کمک محلول 17 درصد وزنی تولید شده است. در این آزمایش نمونه، ولتاژ الکتروریسی 12kV و قطر استوانه 50 cm انتخاب شده است. تصویر میکروسکوپی آشکارا نشان می‌دهد که نانوالياف پلیمری حول محوری کشیده شده‌اند. هم‌چنین، باید تصریح کرد که هر لیف نشان داده شده در تصویر در واقع بخش کوچکی از لیفی بلند است که به شکل دایره وار بر سطح داخلی استوانه

شکل ۲- تصویر میکروسکوپی از نانوالياف پلی‌اکریلونیتریل موازی شده حول یک محور به ترتیب با غلظت‌های 17 و 15 درصد وزنی تولید شده در داخل جمع کننده با قطر 50 cm و اختلاف پتانسیل 12kV (الف) نوری و (ب) الکترون پویشی (با بزرگ‌نمایی $3000\times$).

گرفته شد. هم‌چنین، در تمام آزمایش‌ها از استوانه‌هایی با ارتفاع 4 cm استفاده شده است. همه آزمایش‌ها در دمای $26\pm1^\circ\text{C}$ و رطوبت نسبی $40\pm5\%$ درصد انجام شده است. برای هر دسته از این عوامل سرعت خطی الکتروریسی به کمک روش ابتکاری اندازه‌گیری شد. برای این منظور

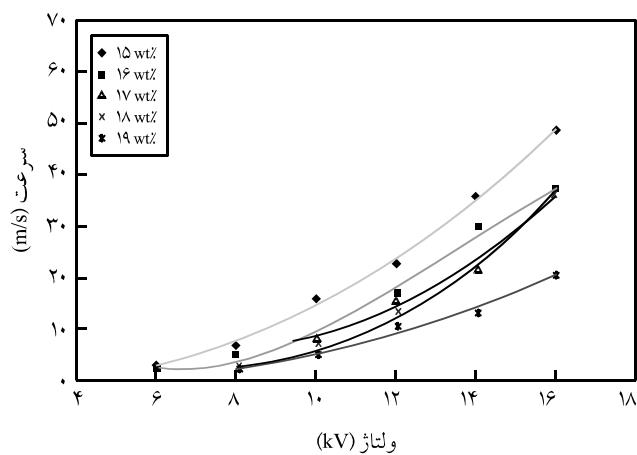
برای تهیه نمونه شکل ۲-ب از ولتاژ 12kV در داخل استوانه‌هایی با قطر 50 cm و محلول پلیمری 15 درصد وزنی استفاده شده است. شایان ذکر است، در این پژوهش اثر عوامل مختلف فرایند الکتروریسی بر مقدار موازی سازی الیاف بررسی نشده است. فقط به طور کیفی مشاهده شد، افزایش غلظت پلیمر و قطر استوانه در بهبود درجه موازی سازی اثر مستقیم دارد. هم‌اکنون، ارتباط میان این عوامل بر درجه موازی سازی در این گروه پژوهشی در حال بررسی است.

کشیده شده است، یعنی نانوالیاف الکتروریسی شده با این روش بسیار بلند هستند و ده‌ها متر طول دارند. تصویر SEM نمونه در شکل ۲-ب نشان داده شده است.

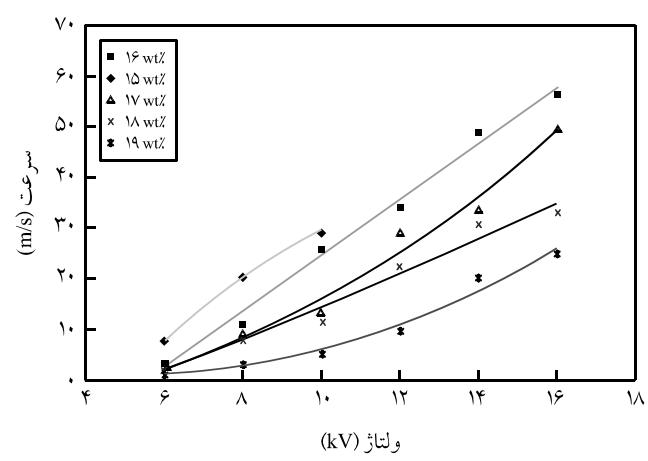
این تصویر و سایر تصاویر گرفته شده در حین آزمایش‌ها نشان دادند که الیاف آرایش یافته حول یک محور، هنگامی که غلظت محلول پلیمر از 15 تا 19 درصد وزنی تغییر می‌کند، دارای قطری در بازه 450 تا 1000 nm هستند.

جدول ۱- سرعت متوسط الکتروریسی در جمع کننده با قطرهای مختلف بر حسب اختلاف پتانسیل و غلظت وزنی محلول پلی‌آکریلونیتریل (اعداد داخل پرانتز مقادیر انحراف معیار سرعت الکتروریسی در 20 آزمایش است).

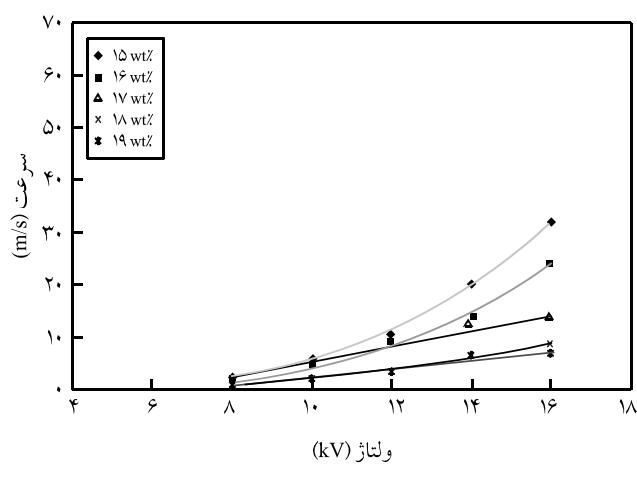
سرعت متوسط (m/s)					اختلاف پتانسیل (kV)	قطر (cm)
۱۹ wt%	۱۸ wt%	۱۷ wt%	۱۶ wt%	۱۵ wt%		
۱/۶۷(۰/۰۵۱)	۲/۷۷(۰/۰۵۴)	۲/۶۵(۰/۰۶۹)	۳/۵۱(۰/۰۷۶)	۷/۸۱(۲/۰۷۴)	۶	۲۰
۳/۲۹(۰/۰۶۳۹)	۷/۹۷(۱/۰۷۵۴)	۹/۳۶(۰/۰۷۹)	۱۷/۱۳(۱/۰۷۲)	۲۰/۳۵(۳/۰۵۹)	۸	
۵/۲۵(۰/۰۱۴)	۱۱/۶۴(۱/۰۸۹۴)	۱۳/۴۹(۱/۰۵۷)	۲۶/۰۸(۳/۰۱۷)	۲۹/۶۶(۴/۰۲۸)	۱۰	
۹/۶۷(۰/۰۹۸)	۲۲/۲۰(۱/۰۸۲۴)	۲۹/۳۵(۱/۰۸۴)	۳۴/۰۴(۳/۰۶۰)	-	۱۲	
۲۰/۴۸(۳/۰۴۷)	۳۰/۷۰(۳/۰۷۳)	۳۳/۵۵(۳/۰۱۰)	۴۸/۸۹(۹/۰۰۳)	-	۱۴	
۲۴/۹۹(۲/۱۷)	۳۳/۳۳(۱/۰۸۴)	۴۹/۷۸(۴/۰۷۰)	۵۶/۵۰(۵/۰۷۳)	-	۱۶	
-	-	-	۲/۱۲(۰/۰۳۸)	۲/۹۷(۱/۰۰۵)	۶	۳۰
۱/۸۲(۰/۰۶۱۵۰۳۱)	۲/۳۹(۰/۰۹۰۳۲۵۵)	۳/۱۲(۰/۰۷۸۶۱۱۸)	۴/۹۰(۰/۰۹۴)	۷/۱۳(۱/۰۰۹)	۸	
۴/۸۷(۱/۰۱۰۳۹۳)	۷/۱۰(۱/۱۷۹۵۰۹)	۸/۰۱(۱/۰۸۳۲۲۰۷)	۸/۸۵(۱/۰۶۹)	۱۵/۷۹(۱/۰۷۶)	۱۰	
۱۰/۳۹(۱/۰۵۴۱۷۹)	۱۳/۳۱(۳/۰۹۶۴۲۲)	۱۵/۲۴(۳/۰۸۱۲۱۸)	۱۷/۰۰(۱/۰۷۱)	۲۲/۸۶(۲/۰۹۹)	۱۲	
۱۳/۱۳(۲/۱۱۴۸۵)	۲۰/۲۰(۶/۰۴۳۱۸۱۶)	۲۱/۸۱(۶/۰۹۰۲۲۷۸)	۲۹/۸۴(۶/۰۹۶)	۳۵/۸۲(۹/۰۸۱)	۱۴	
۲۱/۰۳(۸/۳۲۸۷۲۸)	۳۶/۸۳(۱/۰۸۸۷۷۷)	۳۶/۹۰(۶/۰۸۷۳۳۶۵)	۳۷/۱۹(۵/۰۶۶)	۴۸/۸۵(۱/۰۲۸)	۱۶	
-	-	-	-	۱/۹۱(۰/۰۴۰۱۲۲۸)	۶	۴۰
۷/۲۶(۰/۰۲۹۷۷۷۹)	۱/۷۲(۰/۰۴۴۴۴۸۸)	۱/۹۵(۰/۰۶۸۷۷۵۹)	۲/۰۳(۰/۰۹۴۳۵۲)	۴/۰۹(۰/۰۷۴۰۳۲۷)	۸	
۲/۵۱(۰/۰۳۸۹۸۹۴)	۴/۲۵(۰/۰۵۰۷۲۴۳)	۴/۰۲(۱/۱۱۶۲۶۴)	۴/۶۹(۱/۰۹۶۱۶۱)	۶/۹۳(۱/۰۳۹۷۲۸)	۱۰	
۴/۹۹(۰/۰۵۹۹۷۸۲)	۶/۶۵(۱/۰۱۳۸۳۵۴)	۱۰/۸۰(۱/۰۸۹۰۶۹۶)	۱۰/۸۷(۲/۰۵۷۷۲)	۱۳/۱۲(۲/۰۴۳۴۲۲)	۱۲	
۷/۴۱(۱/۰۹۷۴۵۲۷)	۱۱/۴۳(۲/۰۶۶۹۸۳)	۱۷/۷۶(۵/۰۶۰۳۷۵)	۱۸/۷۴(۶/۰۷۵۱۷۱۶)	۲۳/۵۶(۳/۰۹۱۵۳۵)	۱۴	
۱۰/۲۶(۱/۰۲۲۶۶۳)	۱۲/۲۴(۳/۰۸۲۲۸۷)	۲۲/۴۷(۶/۰۲۴۱۶۷۲)	۲۶/۵۷(۵/۰۸۹۶۶۹)	۳۶/۸۵(۶/۰۸۶۸۰۴۲)	۱۶	
-	-	-	-	-	۶	۵۰
۰/۰۸(۰/۰۲۲۵۶۶۲)	۰/۹۶(۰/۰۲۷۹۸۶۷۲)	۱/۸۵(۰/۰۸۲۷۱۲۹۲)	۲/۰۵(۰/۰۴۲۶۸۳۶۷)	۲/۶۵(۰/۰۷۳۹۷۹۴۲۳)	۸	
۷/۹۲(۰/۰۲۱۰۲۰)	۲/۰۷(۰/۰۵۹۶۹۱۵)	۳/۸۵(۰/۰۱۲۳۷۸)	۴/۲۲(۰/۰۷۴۰۸۱۱)	۵/۸۱(۰/۰۴۰۸۰۵۸)	۱۰	
۳/۲۸(۰/۰۱۸۲۹۸۷)	۳/۲۷(۰/۰۹۳۰۴۲)	۸/۴۱(۲/۰۳۷۸۸۴۹)	۹/۰۴(۲/۰۳۴۱۱۴۱)	۱۰/۴۲(۲/۰۷۵۵۰۴)	۱۲	
۶/۶۰(۰/۰۵۶۳۲۹۹)	۶/۶۱(۱/۰۶۷۴۲۳۶۲)	۱۲/۵۰(۱/۰۷۳۲۴۵۷)	۱۴/۱۴(۳/۰۸۱۹۰۶۳)	۲۰/۳۲(۴/۰۷۷۱۶۲۳)	۱۴	
۶/۶۶(۱/۰۳۸۴۹۵)	۸/۶۰(۲/۰۶۰۲۶)	۱۳/۱۴(۳/۰۶۸۰۳۴۴)	۲۴/۱۷(۵/۰۳۴۲۰۴۱)	۳۱/۸۵(۵/۰۴۶۶۴۷)	۱۶	



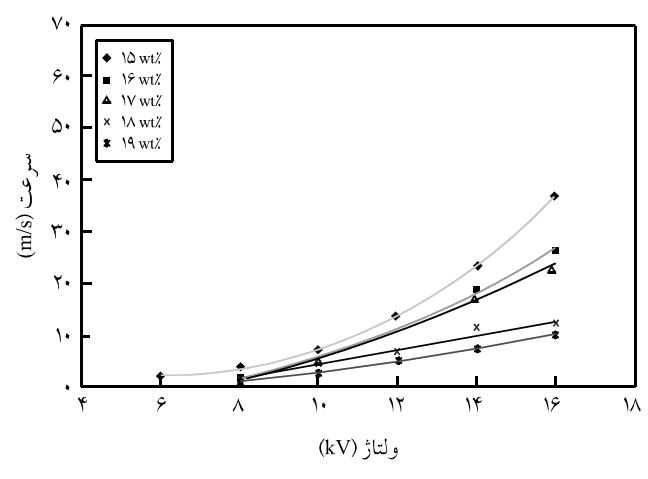
(ب)



(الف)



(د)

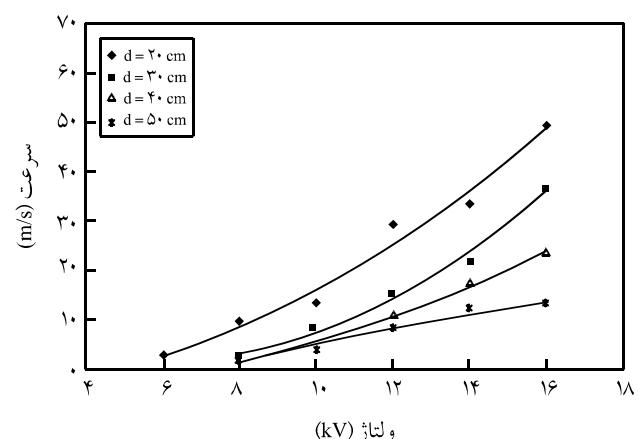


(ج)

شکل ۳ - سرعت متوسط الکتروریسی بر حسب ولتاژ در غلظت‌های وزنی مختلف محلول پلی‌آکریلونیتریل برای جمع کننده با قطرهای مختلف: (الف) ۵۰ cm، (ب) ۴۰ cm، (ج) ۳۰ cm و (د) ۲۰ cm

سرعت خطی الکتروریسی

همان‌طور که قبلاً اشاره شد، در این پژوهش وابستگی سرعت الکتروریسی به تعدادی از عوامل اثرگذار بر فرایند الکتروریسی یعنی غلظت، ولتاژ و فاصله ریستندگی به طور اصولی بررسی شده است. برای این منظور ولتاژهای ۶، ۸، ۱۰، ۱۲، ۱۴ و ۱۶ kV آزموده شدند. در مواردی که ولتاژ بحرانی بیشتر از ۶ kV بود (هنگامی که غلظت پلیمر و قطر استوانه افزایش می‌یافتد) از انجام آزمایش در ولتاژ ۶ kV صرف نظر می‌شد. افزون براین، در الکتروریسی محلول پلیمر با غلظت ۱۵ درصد وزنی در داخل استوانه با قطر ۲۰ cm مقدار آرایش یافتگی و موازی سازی الیاف در ولتاژهای بیشتر از ۱۰ kV کاهش می‌یابد. بنابراین، چون شمارش تعداد الیاف برای این شرایط به سادگی امکان‌پذیر نیست، برای این حالت‌ها، ولتاژهای بیش از ۱۰ kV بررسی



شکل ۴ - اثر اندازه قطر جمع کننده بر سرعت الکتروریسی در ولتاژهای مختلف برای محلول ۱۷ درصد وزنی پلی‌آکریلونیتریل.

سرعت خطی الکتروریسی محاسبه شده با استفاده از وزن نانوالیاف تولیدی در شرایط گفته شده 275 m/s است که با سرعت متوسط محاسبه شده با استفاده از روش جت چرخان (1579 m/s) حدود ۲۶ درصد اختلاف دارد. این اختلاف از آن جا ناشی می‌شود که نانوالیاف تولید شده دارای توزیع قطری غیریکنواخت هستند و معمولاً قطر نانوالیاف در دامنه‌ای عريض تغییر می‌کنند. بنابراین، در اینجا چون فقط از مقدار میانگین قطری که متعلق به یک نمونه است، برای محاسبه سرعت خطی الکتروریسی استفاده شده است، وجود چنین خطای طبیعی به نظر می‌رسد. عامل دیگر، خطای ناشی از دقت اندازه‌گیری در توزیع وزن‌های بسیار سبک است. نیاز به تأکید ندارد که اندازه‌گیری سرعت الکتروریسی براساس وزن الیاف تولید شده مستلزم تهیه تصاویر دقیق به کمک میکروسکوپ الکترون پویشی است که چنین امکانی در همه جا فراهم نیست. اما، در روش جت چرخان بدون نیاز به تصاویر SEM تنها به وسیله میکروسکوپ نوری امکان تخمین سرعت الکتروریسی وجود دارد که یکی دیگر از مزایای الکتروریسی با استفاده از روش جت چرخان محسوب می‌شود.

نتیجه‌گیری

در این پژوهش، روشی جدید و بسیار مؤثر برای تولید پیوسته الیاف بسیار ظرفی پلیمری آرایش یافته حول یک محور با قطری کمتر از $1\text{ }\mu\text{m}$ تشریح شد. با استفاده از روش معرفی شده می‌توان نانوالیاف موازی با طول‌های بلند را در دامنه‌ای گسترده‌تر نسبت به روش‌هایی که تاکنون معرفی شده‌اند، جمع‌آوری کرد. رمز موقفيت این روش ایجاد جت چرخان به وسیله جمع کننده استوانه‌ای توخالی است که نوک سوزن ریسنده در مرکز استوانه در مقابل دیواره‌های داخلی استوانه واقع شده است. به دلیل اثر القابی نیروهای مختلف الکتروستاتیک، الیاف باردار به شکل افقی روی دیواره داخلی استوانه کشیده شده، جمع‌آوری می‌شوند، به طوری که آرایشی نسبتاً منظم و تقریباً موازی از نانوالیاف پلیمری در امتداد ارتفاع استوانه شکل می‌گیرد. باید اشاره کرد، نانوالیاف الکتروریسی شده در این روش را به سادگی می‌توان روی هر سطح دیگری نظیر لام‌های میکروسکوپی یا سطوح دیگر، برای انجام مراحل تکمیلی یا عملیات‌های بعدی تولید کرد. هم‌چنین در این پژوهش، آثار عوامل مختلف فرایند الکتروریسی نظیر غلاظت محلول پلیمر، ولتاژ الکتروریسی و فاصله ریسنده ریسنده گری را در حدود $12\times16\text{ cm}^2$ به عنوان جمع کننده ایستاده در فاصله 15 cm ریسنده افقی قرار داده شد و با استفاده از محلول پلیمر 15 درصد وزنی و ولتاژ 10 kV مدت 12 min الکتروریسی انجام شد. سپس، وزن الیاف تولید شده به کمک ترازوی رقمی با دقت 0.1 mg اندازه‌گیری شد. برای افزایش دقت اندازه‌گیری آزمایش 20 مرتبه تکرار و وزن متوسط نانوالیاف در حدود 0.4 mg اندازه‌گیری شد.

برای اطمینان از صحت نتایج به دست آمده به روش پیشنهاد شده در این پژوهش، اگر قطر الیاف الکتروریسی شده در شرایط فرایندی مشابه (ولتاژ، غلاظت و فاصله ریسنده یکسان) در دسترس باشد، می‌توان با استفاده از وزن الیاف تولید شده در مدت زمان مشخص سرعت خطی الکتروریسی را محاسبه کرد. برای این منظور ورق آلمینیمی به ابعاد 523 nm اندازه گیری کرده اند. بدین ترتیب با داشتن چگالی پلی‌آکریلونیتریل (0.72 g/cm^3) می‌توان سرعت خطی الکتروریسی را به رابطه معادله (۱) محاسبه کرد:

$$V = \frac{m}{\rho \pi d^2 / 4} \quad (1)$$

در این معادله، m وزن نانوالیاف (kg)، ρ چگالی پلی‌آکریلونیتریل (kg/m^3)، t مدت زمان الکتروریسی (s)، d قطر نانوالیاف (m) و V سرعت خطی الکتروریسی (m/s) است.

به ترتیب باعث کاهش ۸۷، ۸۰، ۸۲ و ۷۳ درصدی سرعت الکتروریسی شده است.

- افزایش ولتاژ باعث افزایش سرعت الکتروریسی می‌شود، به عنوان مثال افزایش ولتاژ از ۸ به ۱۶kV برای محلول با غلظت ۱۸ درصد وزنی در داخل جمع کننده با قطرهای ۲۰، ۳۰، ۴۰ و ۵۰ cm، سرعت الکتروریسی به ترتیب در حدود ۴/۱، ۶/۶، ۱۲/۱ و ۱۰/۸ برابر افزایش می‌یابد.

- با افزایش غلظت پلیمر از ۱۵ به ۱۹ درصد وزنی در اختلاف پتانسیل ثابت، به عنوان مثال در اختلاف پتانسیل ۱۰kV، سرعت الکتروریسی در جمع کننده با قطرهای ۲۰، ۳۰، ۴۰ و ۵۰ cm به ترتیب ۸۲، ۶۹، ۶۴ و ۶۷ درصد کاهش می‌یابد.

- افزایش قطر جمع کننده استوانه‌ای از ۲۰ تا ۵۰ cm در اختلاف پتانسیل ثابت، به عنوان مثال در اختلاف پتانسیل ۸kV، برای محلول های پلیمر با غلظت های مختلف ۱۵، ۱۶، ۱۷، ۱۸ و ۱۹ درصد وزنی

مراجع

- Doshi J. and Reneker D.H., Electrospinning Process and Applications of Electrospun Fibres, *J. Electrostat.*, **35**, 151-160, 1995.
- Formhals A., Process and Apparatus for Preparing Artificial Threads, *US Pat. I*, 975,504, 1934.
- Huang Z.M., Zhang Y.Z., Kotaki M., and Ramakrishna S., A Review on Polymer Nanofibers by Electrospinning and their Applications in Nanocomposites, *Compos. Sci. Technol.*, **63**, 2223-2253, 2003.
- Taylor G., Electrically Driven Jets, *Proc. Royal Society of London A*, **313**, 453-475, 1969.
- Reneker D.H. and Chun I., Nanometre Diameter Fibers of Polymer, Produced by Electrospinning, *Nanotechnology*, **7**, 216-223, 1996.
- Reneker D.H., Yarin A.L., Fong H., and Koombhongse S., Bending Instability of Electrically Charged Liquid Jets of Polymer Solutions in Electrospinning, *J. Appl. Phys.*, **87**, 4531-4547, 2000.
- Yarin A.L., Koombhongse S., and Reneker, D.H., Bending Instability in Electrospinning of Nanofibers, *J. Appl. Phys.*, **89**, 3018-3026, 2001.
- Ritcharoen W., Supaphol P., and Pavasant P., Development of Polyelectrolyte Multilayer-Coated Electrospun Cellulose Acetate Fiber Mat as Composite Membranes, *Eur. Polym. J.*, **44**, 3963-3968, 2008.
- Duan B., Yuan X., Zhu Y., Zhang Y., Li X., Zhang Y., and Yao K., A Nanofibrous Composite Membrane of PLGA-Chitosan/PVA Prepared by Electrospinning, *Eur. Polym. J.*, **42**, 2013-2022, 2006.
- Yang X., Ogbolu, K.R., and Wang H., Multifunctional Nanofibrous Scaffold for Tissue Engineering, *J. Exp. Nanosci.*, **3**, 329-345, 2008.
- Lannutti J., Reneker D., Ma T., Tomasko D., and Farson D., Electrospinning for Tissue Engineering Scaffolds, *Mater. Sci. Eng. C*, **27**, 504-509, 2007.
- Wang X., Drew C., Lee SH, Senecal KJ, Kumar J., and Samuelson L.A., Electrospun Nanofibrous Membranes for Highly Sensitive Optical Sensors, *Nano Letters*, **2**, 1273-1275, 2002.
- Formo E., Lee E., Campbell D., and Xia Y., Functionalization of Electrospun TiO₂ Nanofibers with Pt Nanoparticles and Nanowires for Catalytic Applications, *Nano Letters*, **8**, 668-672, 2008.
- Ignatova M., Manolova N., and Rashkov I., Electrospinning of Poly(vinyl pyrrolidone)-Iodine Complex and Poly(ethylene oxide)/Poly(vinyl pyrrolidone)-Iodine Complex-a Prospective Route to Antimicrobial Wound Dressing Materials, *Eur. Polym. J.*, **43**, 1609-1623, 2007.
- Sundaray B., Subramanian V., and Natarajan T.S., Electrospinning of Continuous Aligned Polymer Fibers, *Appl. Phys. Lett.*, **84**, 1222-1224, 2004.
- Theron A., Zussman E., and Yarin A.L., Electrostatic Field Assisted Alignment of Electrospun Nanofibres, *Nanotechnology*, **12**, 384-390, 2001.
- Theron A., Zussman E., and Yarin A.L., Formation of Nanofiber Crossbars in Electrospinning, *Appl. Phys. Lett.*, **82**, 973-975, 2003.
- Deitzel J.M., Kleinmeyer J.D., Hirvonen J.K., and Tan N.C.B., Controlled Deposition of Electrospun Poly(ethylene oxide) Fibers, *Polymer*, **42**, 8163-8170, 2001.
- Tan E.P.S., Ng S.Y., and Lim C.T., Tensile Testing of a Single Ultrafine Polymer Fiber, *Biomaterials*, **26**, 1453-1456, 2005.

20. Li D., Wang Y., and Y. Xia., Electrospinning of Polymeric and Ceramic Nanofibers as Uniaxially Aligned Arrays, *Nano Letters*, **3**, 1167-1171, 2003.
21. Jalili R., Hosseini S.A.R., and Morshed M., Electrospinning of Uniaxially Aligned and Molecularly Oriented Polyacrylonitrile Nanofibers with Divided Collectors, *Iran. J. Polym. Sci. Technol. (In Persian)*, **4**, 241-248, 2006.
22. Jalili R., Morshed M., and Hosseini S.A.R., Investigation of Parameters Affecting the Productivity of Electrospun Polyacrylonitrile Nanofibers, *Iran. J. Polym. Sci. Technol. (In Persian)*, **2**, 121-130, 2006.
23. Borhani S., Hosseini S.A.R., and Etemad S.G., Evaluation of Surface Roughness of Polacrylonitrile Nanowebs, *Iran. J. Polym. Sci. Technol. (In Persian)*, **1**, 61-69, 2008.