



Wpływ parametrów procesu elektroprzędzenia na średnicę nanowłókien

B. Nieradka-Buczek^a, L.A. Dobrzański^a

^a Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Zakład Technologii Procesów Materiałowych, Zarządzania i Technik Komputerowych w Materiałoznawstwie
email: barbara.nieradka@polsl.pl, email: leszek.dobrzanski@polsl.pl

Streszczenie: W artykule opisano syntezę nanowłókien z wykorzystaniem techniki elektroprzędzenia. Elektroprzędzenie jest najbardziej efektywną metodą wytwarzania nanowłókien z roztworu polimeru płynącego z dyszy kolektora pod działaniem silnego pola elektrycznego. Tą techniką obróbki zastosowano do syntezy nanowłókien o różnej morfologii z wykorzystaniem prekursora złożonego z polialkoholu winylu (PVA), octanu miedzi (CuAC) i kwasu octowego (C₂H₃OH). Morfologia utworzonych nanowłókien nie zależy wyłącznie od parametrów procesu elektroprzędzenia, lecz również od składu roztworu polimeru. Celem badania było uzyskanie wyników, które pozwoliły na określenie wpływu parametrów procesu elektroprzędzenia na średnicę nanowłókien.

Abstract: In this paper the fabrication of composite nanofibers using electrospinning technique was reported. Electrospinning is the most effective method for producing nanofibers from the polymer solution flowing from the nozzle-collector by the polymer drawing under the strong electric field. This processing technique was used to synthesis nanofibers with various morphologies using a precursor composed of poly(vinyl) alcohol (PVA), copper acetate (CuAC) and acetic acid (C₂H₃OH). The morphology of formed nanofibers depends not only on the spinning parameters, but also on the composition of the polymer solution. Purpose of the study was to obtain results that allowed us to determine the influence of parameters of the electrospinning process on morphology of the nanofibers.

Słowa kluczowe: nanowłókna, elektroprzędzenie, polialkohol winylu, octan miedzi

1. WSTĘP

Stworzenie nanomateriałów ma ukazać zupełnie nowe lub ulepszone własności fizyczne, chemiczne i biologiczne, znanych już materiałów, co w praktyce pozwala na wytwarzanie coraz to nowszych produktów.

Ponadto, nanotechnologia jest dziedziną, która szybko się rozwija, ma ogromny potencjał i może mieć wpływ na wiele dziedzin nauki. Bardzo istotne jest poznanie własności i struktury coraz to nowszych, stale rozwijających się nanostruktur, które są wykorzystywane w produkcji materiałów skierowanych bezpośrednio do konsumentów [1-3].

Rozwój nanotechnologii daje możliwość wytwarzania nanowłókien o niewielkiej średnicy wyrażonej w nanometrach. Mają one znaczną długość, a ich niewielki przekrój poprzeczny jest co najmniej 100 razy mniejszy od ich długości. Nanowłókna, ze względu na stosunek pola powierzchni do masy, mają inne własności niż standardowe włókna [4].

Do najważniejszych metod pozwalających na wytwarzanie nanowłókien polimerowych zaliczyć można [5]:

- elektroprzędzenie,
- synteza według szablonu,
- ciągnięcie,
- rozdzielanie faz,
- samoorganizacja molekularna.

Elektroprzędzenie jest najbardziej skuteczną metodą wytwarzania nanowłókien z roztworu polimeru płynącego z dyszy kapilarnej poprzez jego wyciąganie pod wpływem stycznego naprężenia elektrohydrodynamicznego powstającego w silnym polu elektrycznym.

Stopiony lub rozpuszczony polimer wychodzący przez dyszę poddawany jest działaniu sił pola elektrostatycznego, które powinny tworzyć włókna. Kształtowane włókno przemieszcza się w kierunku kolektora ruchem spiralnym, wzdłuż linii sił pola elektrostatycznego, zmniejszając przy tym swoją średnicę.

Podczas procesu elektroprzędzenia, roztwór polimeru jest tłoczony do dyszy pod niskim ciśnieniem i ustabilizowanym natężeniem przepływu. Ciekła początkowo struga roztworu polimeru odparowuje w kontrolowanych warunkach (temperatura i wilgotność) w wyniku czego powstaje prawie suche włókno o średnicy powyżej 100 nm, które osadzone jest na uziemionym kolektorze tworząc włókninę.

Prędkość nanowłókna polimerowego w czasie jego wyciągania wzrasta od 2 m/s do 200 m/s w zależności od fizycznych własności roztworu i warunków procesu wytwarzania [4,6-7].

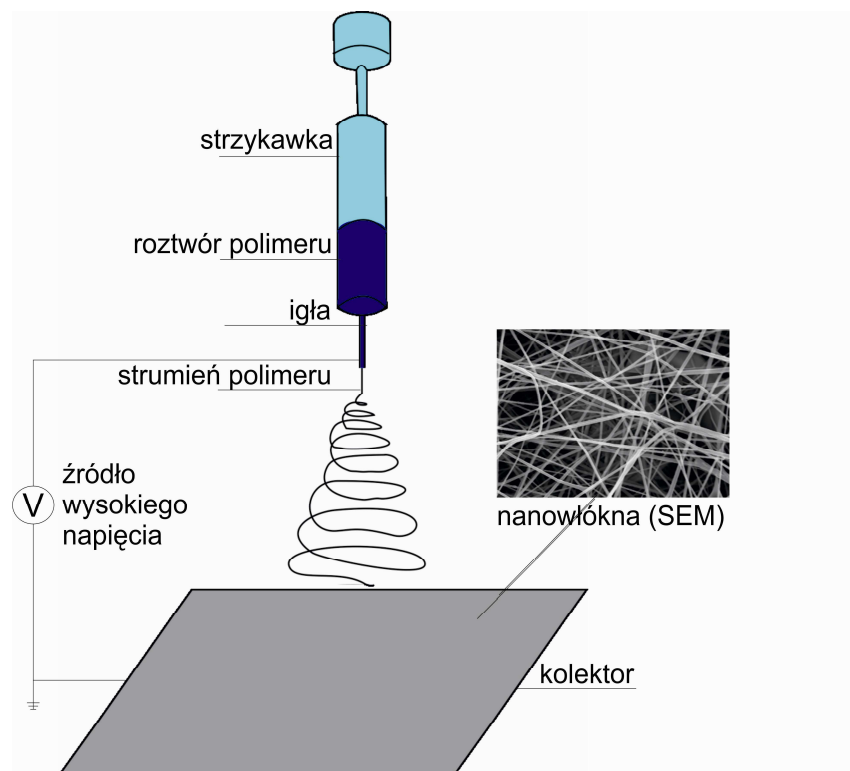
2. MATERIAŁ DO BADAŃ I METODYKA BADAWCZA

Do badań wytworzono nanowłókniny polimerowe za pomocą metody elektroprzędzenia z roztworu polialkoholu winylu (PVA) w mieszaninie octanu miedzi (CuAC) i kwasu octowego (C₂H₃OH) w stosunku procentowym odpowiednio 20% (PVA) : 27% (CuAC): 53% (C₂H₃OH). Roztwór był otrzymany poprzez wielogodzinne mieszanie za pomocą mieszadła magnetycznego.

Proces elektroprzędzenia nanowłókien został przeprowadzony przy użyciu urządzenia Yflow S.500. Schemat urządzenia przedstawiono na Rysunku 1.

Nanowłókna zostały wytworzone z zastosowaniem różnych napięć (20 kV, 25 kV i 30 kV), zmiennej szybkości przepływu (0,2 ml/s i 0,5 ml/s) oraz przy stałej odległości pomiędzy dyszą a kolektorem.

Ukształtowane nanowłókna zbierano na folii aluminiowej przez dwadzieścia minut. przedstawiono w Tabelcy 1.



Rysunek 1. Schemat urządzenia przeznaczonego do przeprowadzania procesu elektroprzędzenia
 Figure 1. Scheme of a device for carrying out of the electrospinning process

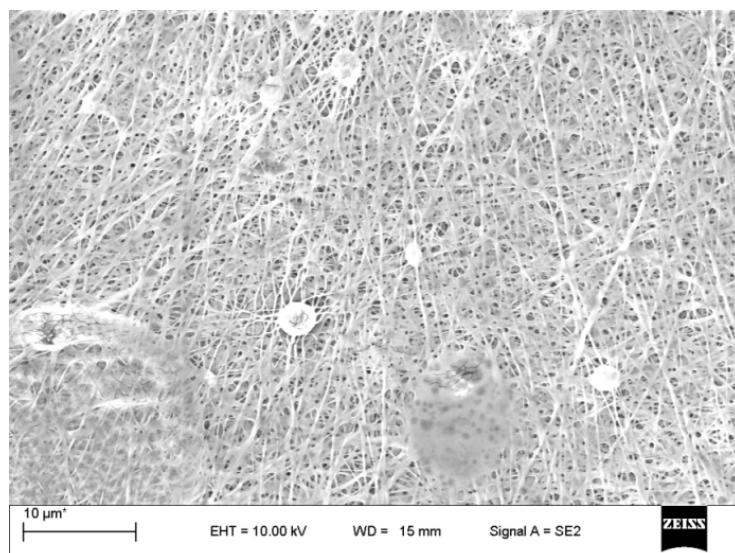
Tablica 1. Parametry procesu elektroprzędzenia dla poszczególnych próbek: d - odległość między elektrodami, p - szybkość przepływu roztworu, U - napięcie pomiędzy dyszą a kolektorem

Table 1. Electrospinning process parameters for the different samples: d - the distance between the electrodes, p - solution flow rate, U - the voltage between the nozzle and a collector

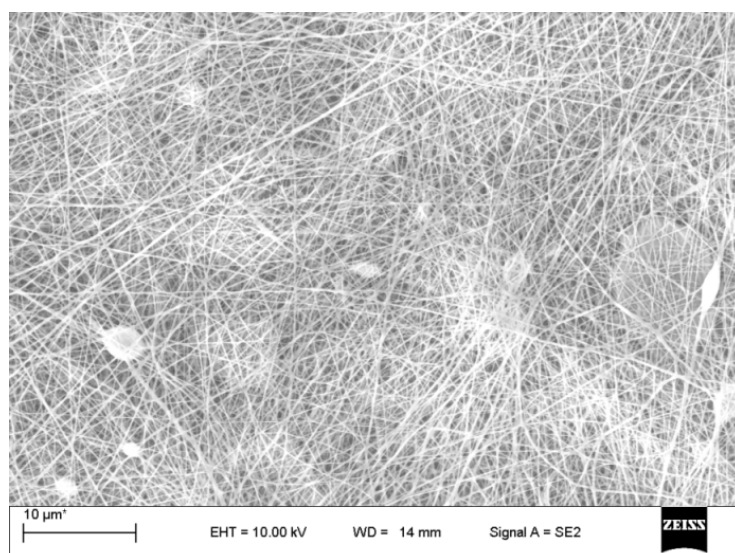
	d [cm]	p [ml/h]	U [kV]
Próbka 1	10	0,2	20
Próbka 2	10	0,2	25
Próbka 3	10	0,2	30
Próbka 4	10	0,5	20
Próbka 5	10	0,5	25
Próbka 6	10	0,5	30

3. WYNIKI BADAŃ

Morfologię otrzymanych nanowłókien scharakteryzowano za pomocą wysokiej rozdzielczości elektronowego mikroskopu skaningowego (SEM) SUPRA 35 firmy Zeiss (Rysunki: 2-7).



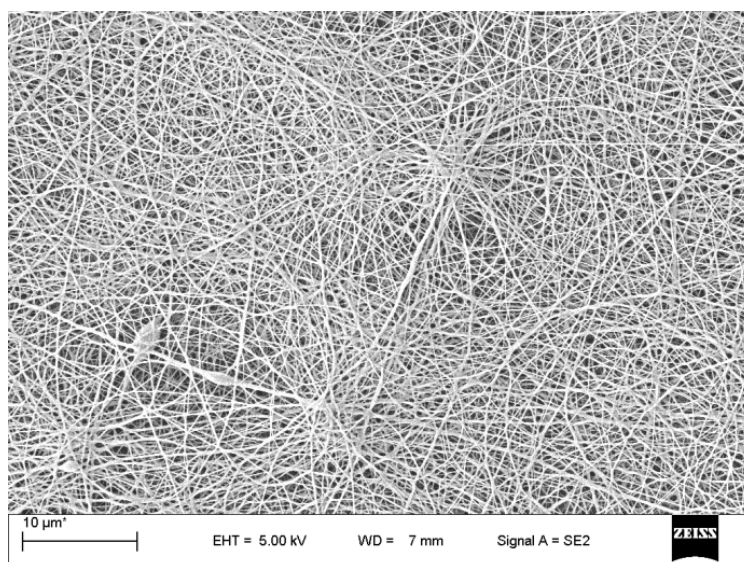
Rysunek 2. Nanowłókna - próbka 1 (SEM)
Figure 2. The nanofibers - sample 1 (SEM)



Rysunek 3. Nanowłókna - próbka 2 (SEM)
Figure 3. The nanofibers - sample 2 (SEM)

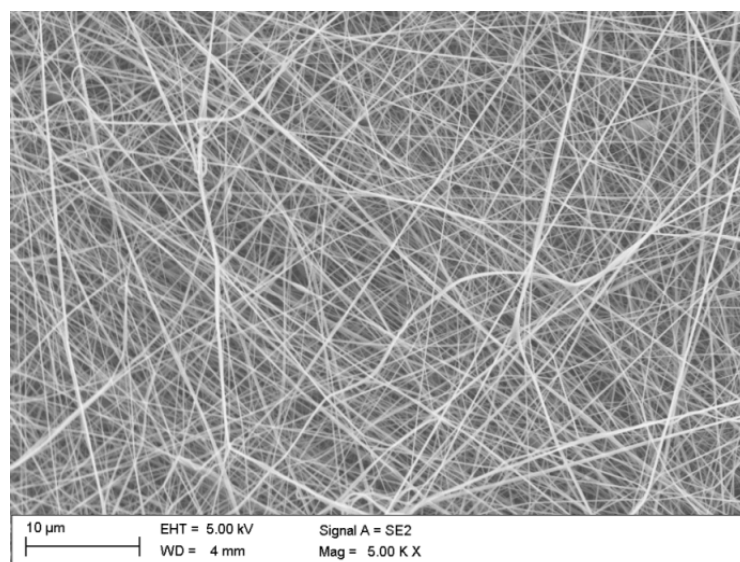
Określenie średnicy nanowłókien uzyskano za pomocą programu DigitalMicrograph. Dla każdej próbki dokonano 50 pomiarów losowo wybranych nanowłókien, a następnie uzyskane wyniki uśredniono. Uzyskane wyniki przedstawiono w Tabelicy 2.

W przypadku próbki 1 i 5 pomiary średnicy nanowłókien były utrudnione z uwagi na ich rozmyty kształt.



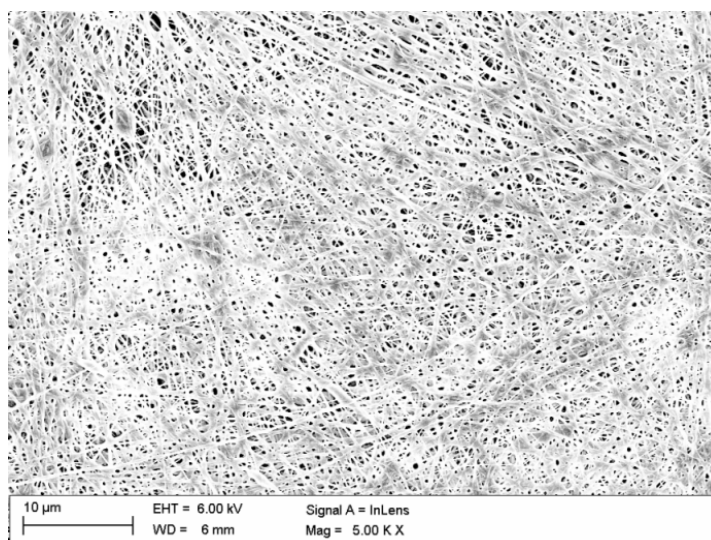
Rysunek 4. Nanowłókna - próbka 3 (SEM)

Figure 4. The nanofibers - sample 3 (SEM)

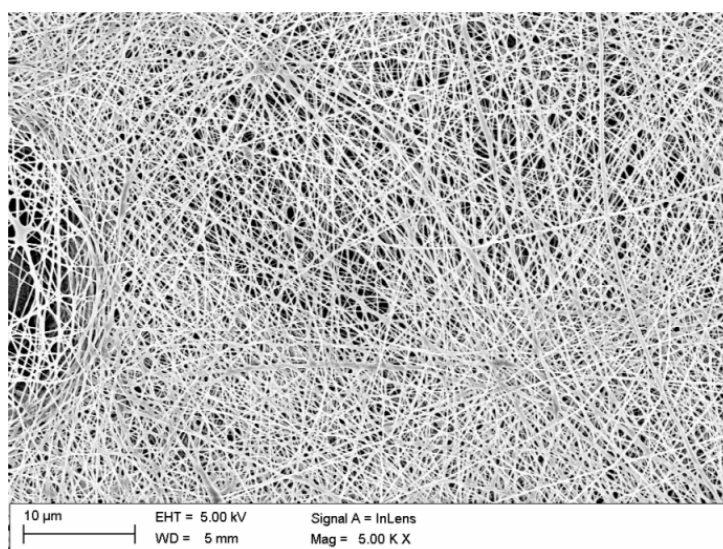


Rysunek 5. Nanowłókna - próbka 4 (SEM)

Figure 5. The nanofibers - sample 4 (SEM)



Rysunek 6. Nanowłókna - próbka 5 (SEM)
 Figure 6. The nanofibers - sample 5 (SEM)



Rysunek 7. Nanowłókna - próbka 6 (SEM)
 Figure 7. The nanofibers - sample 6 (SEM)

Tablica 2. Uśredniona wartość średnicy nanowłókien
 Table 2. The averaged value of diameter of the nanofibers

	Próbka 1	Próbka 2	Próbka 3	Próbka 4	Próbka 5	Próbka 6
Średnica nanowłókien [nm]	235	145	165	180	170	155

4. WNIOSKI

Na podstawie wykonanych badań i analizy uzyskanych wyników stwierdzono wpływ warunków procesu elektroprzędzenia na średnicę otrzymanych nanowłókien.

Do parametrów, które mogą wpływać na morfologię nanowłókien zaliczyć można: odległość między elektrodami, szybkość przepływu roztworu, a także parametry środowiskowe takie jak temperatura czy wilgotność.

Powodem sklejenia nanowłókien w próbce 1 jest prawdopodobnie zbyt mała odległość między elektrodami, z uwagi na to iż roztwór polimeru gęstnieje na drodze między dyszą i kolektora. Próbka 2 i 3 przedstawia nanowłókna o wyraźnym kształcie, ale posiadające defekty w postaci perełek. Nanowłókna kompozytowe o nierozmytym kształcie oraz bez widocznych defektów w postaci perełek udało się osiągnąć tylko w przypadku próbki 4 i 6.

Podczas procesu elektroprzędzenia, wiązka była stabilna jedynie w przypadku próbki 1. Podczas wytwarzania próbek 2, 4 i 5 zaobserwowano niestabilny strumień roztwór polimeru, podczas gdy w przypadku próbki 3 i 6 występowała multiwiązka.

Nanowłókna w próbce 5 mają rozmyty kształt, natomiast w przypadku próbki 4 i 6 obserwuje się nanowłókna o wyraźnym kształcie pozbawione defektów. Wraz ze wzrostem napięcia na dyszy i kolektorem tam obniżenie średniej średnicy otrzymanych nanowłókien. Najniższa średnia średnica 155 nm występuje w przypadku próbki 6, gdy napięcie jest najwyższe (30 kV). Największy spadek średnicy występuje w próbce 6 podczas zmiany napięcia od 25 kV do 30 kV. Nanowłókna nie są tak zamazane, jak w próbce 5, ale istnieje wiele nakładających się nanowłókien, co powoduje znaczne duże różnice ich średnic. Najbardziej równomierny rozkład średnicy nanowłókien występuje w próbce 4, gdy napięcie było najniższe (20 kV).

PODZIĘKOWANIA

Prace badawcze realizowane są w ramach projektu zatytułowanego: „Ustalenie istoty wpływu jednowymiarowych materiałów nanostrukturalnych na strukturę i własności nowo opracowanych funkcjonalnych materiałów nanokompozytowych i nanoporowatych” finansowany przez Narodowe Centrum Nauki w ramach konkursu "OPUS" kierowanego przez prof. L.A. Dobrzańskiego. Projekt otrzymał dofinansowanie w ramach decyzji DEC -2012/07/B/ST8/0407.

Barbara Nieradka-Buczek jest stypendystką projektu „DoktoRIS - Program stypendialny na rzecz innowacyjnego Śląska” Projekt współfinansowany przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego.

LITERATURA

1. J. Ramsden, Applied Nanotechnology, The Conversion of Research Results to Products, A volume in Micro and Nano Technologies (2014) 49-60.
2. A. Khalil, B. Singh Lalia, R. Hashaikeh, M. Khraisheh, Electrospun metallic nanowires: synthesis, characterization and applications, Journal of Applied Physics 114 (2013) 1-16.

3. J. Doshi, D.H. Reneker, Electrospinning process and application of electrospun fibers, *Journal of Electrostatics* 35 (1995) 151-160.
4. *Nanomateriały inżynierskie, konstrukcyjne i funkcjonalne*, Praca zbiorowa pod red. K. Kurzydłowski, M. Lewandowska, wydawnictwa PWN, Warszawa 2010.
5. S. Ramakrishna, K. Fujihara, W.E. Teo, T.C. Lim, Z. Ma, *An introduction to electrospinning and nanofibers*, World Scientific, Singapore, 2005.
6. L.A. Hoover, J.D. Schiffman, M. Elimelech, Nanofibers in thin-film composite membrane support layers, Enabling expanded application of forward and pressure retarded osmosis, *Desalination* 308 (2013) 73-81.
7. G.S. Lotey, S. Kumar, N.K. Verma, Fabrication and electrical characterization of highly ordered copper nanowires, *Applied Nanoscience* 2/1 (2012) 7-13.