

Uygulanan Voltaj Değeri İle Pvb Nanolif Çapı Arasındaki İlişki

R. GEMCİ*, F.YENER, H. SOLAK

¹Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Tekstil Mühendisliği

ÖZET: Bu çalışmada, elektro çekim yönteminde uygulanan farklı voltaj değerlerinin lif çapı üzerindeki etkisi araştırılmıştır. PVB (polivinil bütiral) polimeri, izo-propanol çözücüsü ile karıştırılarak %10 luk çözelti elde edilmiştir. Uygulanan voltaj değeri dışında, tüm proses ve sistem parametreleri aynı tutularak tek iğneli elektro çekim cihazı ile eğirme işlemi gerçekleştirilmiştir. Üretilen nanoliflerin, lif çaplarının dağılımı incelenmiş ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile görüntüler alınarak farklı voltaj değerleri altında üretilen liflerin çapları ölçülmüştür. Tüm çalışma parametreleri sabit tutularak ve ortam şartları korunarak yapılan nanolif üretiminde, voltaj değerinin artırılmasının PVB lif çapı üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu görülmüştür. Artan voltaj değerinin PVB lif çapını azalttığı gözlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Elektro çekim, PVB, Voltaj, Nanolif çapı

Correlation Between Applied Voltage And Diameter Of Pvb Nanofiber

ABSTRACT: In this study, it is investigated that how applied voltage affects the diameter of nano fiber in electrospinning method. For this purpose, PVB (polyvinyl butyral) and iso-propanol were mixed with a ratio of 1/9 in weight. It was obtained a solution with a concentration of 10%. Spinning was performed with needle electrospinning system by keeping all process and system parameters constant, except voltage. Distribution of nano-fiber diameters was examined and these fiber diameters were measured with scanning electron microscope. It was observed that voltage had an important effect on PVB fiber diameter. Increasing applied voltage caused a sharp decrease on PVB fiber diameter.

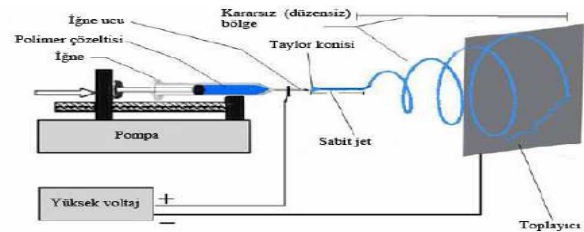
Key Words: Electrospinning, PVB, Voltage, Nano-fiber diameter

GİRİŞ

Herhangi bir fiziksel büyüklüğün milyarda biri anlamına gelen nano kelimesi, metrik sistemde 10^{-9} birime tekâmül etmektedir. Çapı 100 nanometreden küçük olan elyaflara nano lif adı verilmektedir. Bu lifler küçük boyutta olmalarına karşın, geniş yüzey alanlarına sahip olmalarının yanı sıra düşük sıvı dayanımları ve biyolojik açıdan uyumlu olmaları nedeniyle geniş kullanım alanlarına sahiptirler. [Nakata et al, 2007] Sıkı gözenek yapıları ve yüksek gözenek hacimleri performans değerlerinin ne denli iyi olduğunun birer göstergesidir. Mikroorganizmalara ve küçük parçacıklara karşı iyi kalkan görevi gören bu gözenekli yapılar, hem hafif hem de ucuz üretim tekniklerinden dolayı çoğu endüstriyel alanda yaygın şekilde kullanılmaktadırlar. Konvansiyonel dokusuz yüzeylere nazaran daha yüksek yüzey/ağırlık oranına sahiptirler. [Nanostatics, 2006] Nano liflerin yapıları ve morfolojileri üretim şekilleri ve hammaddeleri göz önünde bulundurularak elektron mikroskobunda incelenmeleri ile anlaşılmaktadır. Elektron mikroskobundaki gelişmeler bu liflerin sahip oldukları diğer özelliklerin belirlenmesi açısından yardımcı olacaktır.

Nano lifler genellikle elektro çekim yöntemiyle üretilmektedir.

Bu yöntemde, üretim için gerekli olan enerji maliyeti düşük olmasına rağmen üretim hızı da çok düşüktür ve gram/saat olarak ölçülmektedir. [Hedge et al., 2005]



Şekil 1. Elektrospinning deney düzeneği

Elektro çekim yöntemi ile üretilen nano lifler yaygın olarak aşağıdaki alanlarda kullanılmaktadır.

- İlaçların kapsüllemesi
- İzolasyon
- Membran üretimi
- Kontrollü yapışma ve salınma
- Elektro-magnetik sistemler
- Medikal ürünler

Nano liflerin özellikleri, kullanılan materyallerin niteliklerine ve üretim parametrelerine göre farklılık göstermektedir. Polimer ve uygun çözücü ile elde edilen çözeltinin sahip olduğu özellikler sistem parametreleri

*Sorumlu Yazar: R.Gemci, E-Mail: rgemci@ksu.edu.tr

ve üretim sırasında yapılan ayarlamalar da proses parametreleri olarak adlandırılmaktadır. Aşağıdaki parametrelerden her birinin elektro çekim yöntemi ile üretilen nano liflerin morfolojisini değiştirdiği belirlenmiştir. [Gupta, 2004]

Sistem Parametreleri

- Konsantrasyon
- Moleküler ağırlık
- Viskozite
- İletkenlik
- Dielektrik
- Yüzey gerilimi

Proses Parametreleri

- Voltaj
- Çalışma sıcaklığı ve nem
- Kılcal uç ve kolektör arasındaki mesafe
- Besleme hızı
- Kolektör tipi
- Nem

Elektro üretim işlemi 1600'lü yıllarda, William Gilbert'in manyetizma üzerine çalışmalarını sürdürürken keşfedilmiştir. Üzerine çalıştığı elektro-manyetizmanın sıvılar üzerine etkisini tesadüfen gözlemleyen Gilbert, bir su damlasının belirli mesafelerde bir koni biçiminde çekildiği fark etmiştir. [Kataphinan, 2004] [Lam, 2004]

1939'da şırınga ile toplayıcı arasındaki mesafenin ayarlanabildiği bir sistem tasarlandı. Mesafe kısa tutulduğunda lifler birbirlerine ve plakaya yapışma eğilimi göstermekteydi. Mesafe artırıldığında ise çözücü tam olarak buharlaştığı için birbirinden bağımsız liflerin oluştuğu gözlemlendi. Hareketli toplayıcının kullanılmasıyla liflerin tamamen kurumaması için gereken mesafe ayarlanabiliyordu. Farklı sıvılar üzerinde voltaj değişiminin etkileri Drozin tarafından çalışılmıştır. Bu deneylerde sıvılar 0 – 12 kV aralığında yüksek gerilimlere tabi tutulmuşlardır. Uygulanan gerilim düşük tutulduğunda damlacıklar oluşmuştur. Gerilimin artırıldığında damlalar uzamış ve önce küçük jetler oluşmaya başlamış ve ardından ince damlalardan çok sayıda jet oluşmuştur. [Chun, 2005]

Rayleigh, elektrik yüküne sahip damlaların elektro-üretim sırasında gösterdiği düzensiz hareketler üzerinde çalışmıştır. Yalıtılmış yüklü damla üzerine etkiyen iki kuvvetten biri elektrik kuvveti, diğeri ise elektrik kuvvetine tam zıt yönde damlayı etkileyen yüzey gerilimi kuvvetidir. Elektrik kuvvetinin yüzey geriliminden kaynaklanan kuvveti yendiği anda ise damla ince jetlere ayrılarak akmaya baslar. [Sanders, 2005] [Reneker et al., 2000] Dietzel ve ark., proses değişkenlerinin elektro çekim yöntemi ile üretilen nano lifler üzerindeki etkilerini incelemiştir. Bu çalışmalara göre üretim voltajı doğrudan lif üzerindeki boncuk yapıyla alakalıdır. Çözelti konsantrasyonunun ise lif çapı üzerinde çok önemli bir etkisinin olduğu

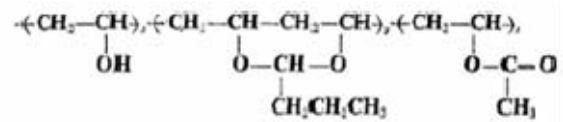
gözlenmiştir. Konsantrasyonun artmasıyla lif çapı artmıştır. [Deitzel et al., 2001]

Zhuo ve ark., poliüretan polimer çözeltisinin proses parametrelerinin ilgili elektro çekim yöntemi üzerindeki etkilerini incelemiştir. Bu çalışmada proses parametrelerinin değiştirilmesi ile üretilen ve PU/DMF çözeltisinden elde edilen nano liflerin çapının 700-50nm arasında değiştiği gözlenmiştir. Nano liflerin çapı ve morfolojisi üzerinde voltaj, besleme oranı ve çözelti konsantrasyonunun etkili olduğu bulunmuştur. Polimer çözelti konsantrasyonu arttırıldıkça lif çapının arttığı belirlenmiştir. Sonuç olarak ise boncuksuz ve kıvrımsız nano lif elde etmek için proses parametrelerinin dikkatli bir şekilde kontrol edilmesi gerektiği anlaşılmış ve PU-DMF çözeltisi için en uygun parametrelerin %5-7 ağırlıkta PU/DMF çözeltisi, 10-15 kV voltaj ve 0,06-0,08 mm/dk olarak belirlenmiştir. [Zhuo et al., 2008]

MATERYAL VE METOT

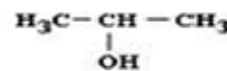
Materyal

Bu çalışmada polimer olarak, Polivinil bütiral (PVB) kullanılmıştır. PVB, polivinil alkolün bütiraldehit ile etkileşimi sonucu oluşur. Temel olarak, otomobillerin ön kısmındaki katlı güvenlik camlarının üretiminde kullanılır. Tahta, seramik, metal, plastik ve deri materyallerin bağlanmasında reçine formunda da kullanılmaktadır. Bu polimerin sıcak eriyik yoğunluğu 1.07g/cm³ tür. Metanol, n-butanol, aseton, metil etil keton, izopropanol, sikloheksan, diklorometan, kloroform, metil asetat, etil asetat, n-bütül asit vb. kimyasallarda çözünür. Formülü;



Şekil 2. Polivinil Bütiral

Bu çalışmada Mowital Kuraray firmasının ürettiği PVB Mowital B 60H polimeri kullanılmıştır. B, kullanılan aldehitin konumunu, H, asetalizasyon derecesinin yüksek olduğunu ve 60 değeri polimerizasyon derecesini göstermektedir. PVB polimerini çözmek için seçilen çözücü ise izopropanol'dür. Kaynama noktası 82.4 oC olan renksiz bir sıvıdır. Asetonun katalitik hidrojenasyonu ile elde edilir.



Şekil 3. İzopropanol

Method

PVB polimeri, izopropanol ile ağırlıkça 1/9 oranında karıştırılarak toplamda 30 gramlık bir çözelti elde edildi. Elektro çekim yöntemi esnasında 3 farklı voltaj değeri uygulanacağı için 10 ar gramlık halde beherlere aktarıldı. Hava ile irtibatını kesmek için beherler parafinle kapatıldı. 6 saat boyunca karıştırıldı ve

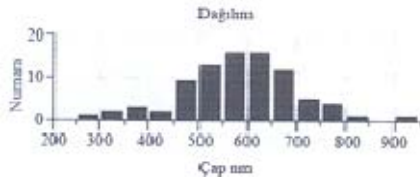
kıvamını alabilmesi için 24 saat bekletildi. İğneli elektro çekim cihazında eğrilmek için 10luk enjektörlere çekildi. Çözelti aşağıda belirtilen çalışma koşullarında ve 20 volt, 25 volt ve 30 voltluk gerilimlere maruz bırakılarak eğirme işlemi gerçekleştirildi.

Tablo 1. Eğirme Şartları

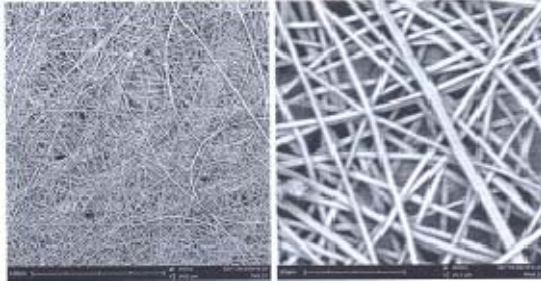
Parametre	Ortam sıcaklığı	Ortamdaki bağıl nem	İğne ucu ve kolektör mesafesi	Besleme hızı	Eğirme süresi
Değer	21 °C	%66	15 cm	0,5 ml	2-5 dk

BULGULAR

İğneli elektro çekim yöntemi ile PVB/izopropanol çözeltisinin farklı voltaj değerlerinde eğrilmesi ile elde edilen liflere ait ölçümler sırası ile örneklenmiştir. Buna göre 20 KV luk bir gerilim altında üretilen liflerin çaplarının ortalama 600 nm de yoğunlaştığı ve lif çaplarının 250 nm ila 900 nm arasında değiştiği gözlenmektedir.

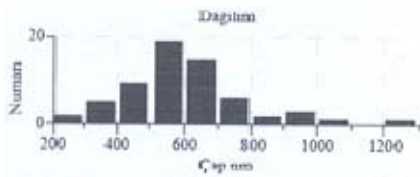


Şekil 4. 20 kV taki çap dağılımı

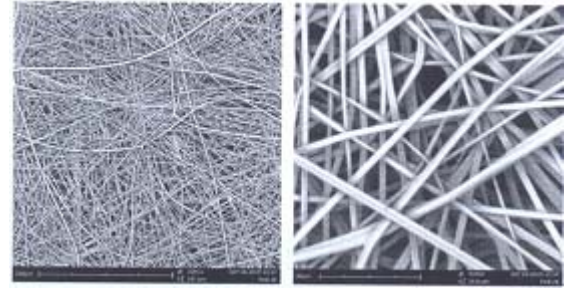


Şekil 5. 20 kV ta üretilen liflerin SEM görüntüsü

Uygulanan gerilimin 25 volta çıkarılması ile üretilen liflerin çapları çoğunlukla 600 nm olarak ölçülmüştür. Ancak minimum ve maksimum lif çapı değeri 200 nm ila 1200 nm arasında gözlenmiştir. Alınan SEM görüntüsünde, lifler belirgin bir şekilde gözlenmektedir.

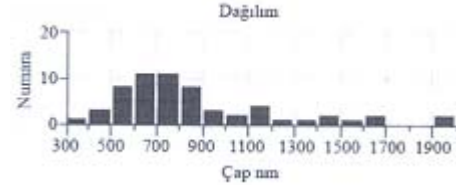


Şekil 6. 25 kV taki çap dağılımı

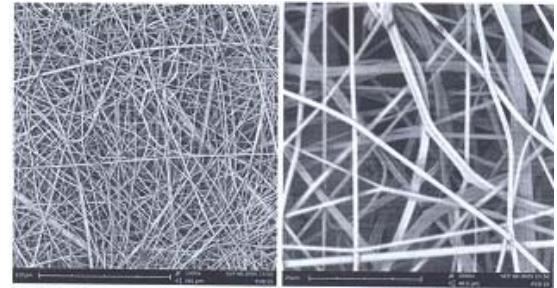


Şekil 7. 25 kV ta üretilen liflerin SEM görüntüsü

Voltajın 30 KV a çıkarılması, liflerin çap aralığının artmasına yol açmıştır. Lif çapı 300 nm ile 1900 nm arasında değişmektedir. Lif çapı ortalama değeri ise 600 nm'den 700 nm'ye çıkmıştır.



Şekil 4. 30 kV taki çap dağılımı



Şekil 5. 30 kV ta üretilen liflerin SEM görüntüsü

DEĞERLENDİRME

Bu çalışmada PVB polimeri ile izopropanol çözücüsü, %10 luk bir çözelti oluşturmak üzere ağırlıkça 1/9 oranında karıştırılmıştır. Bu çözeltinin farklı voltaj değerlerinde eğrilmesi sonucu elde edilen liflerin çapları ve çap dağılımları ölçülmüştür. Yapılan

ölçümler, uygulanan gerilimin lif çapı üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu göstermiştir. Voltaj değerinin artırılması lif çap aralığını artırmıştır. 20 kV ve 30 kV gerilim altında üretilen en ince lif çapı değeri 300 nm'dir. Ancak 25 kV ta bu değer 200 nm ye inmiştir. 20 kV ta lif çap dağılımının düzensiz bir şekilde yayıldığı, 25 kV ta ise daha istikrarlı bir yayılım olduğu gözlenmiştir. Bu sonuçlara göre %10 luk PVB/izopropanol çözeltisi için optimum gerilim değeri 25 kV olarak ölçülmüştür. Uygulanan voltaj değerinin artırılması ile lif çapının orantılı bir şekilde artmadığı görülmüştür. 20–25 kV arasında lif çapı azalmış yani daha ince lifler elde edilmiştir. 25–30 kV arasında ise lif çap aralığı artmış, ortalama lif çapı 25 kV ta 600 nm iken 30 kV ta 700 nm ye çıkmıştır. PVB/izopropanol çözeltisine göre elektro çekim yönteminde uygulanacak optimum voltaj değeri mevcuttur. Uygulanan voltaj değerinin, farklı polimer çözeltileri üzerinde farklı yüzey gerilimlerine neden olacağından dolayı, farklı tüm polimer çözeltileri için genelleme yapıp yapılmayacağı farklı polimer çözeltilerinin çalışılması ile mümkün olacaktır.

KAYNAKLAR

1. Nakata K., Fujii K., Ohkoshi Y., Gotoh Y., Nagura M., Numata M., Kamiyama M., 2007, "Poly(ethylene terephthalate) Nanofiber Made by Sea-Island Type Conjugated Melt Spinning and Laser-etaed Flow Drawing" Macromolecular Rapid Communications
2. Nanostatics Llc Approved to Receive \$ 742,500 from Innovation Ohio Loan Fund, December 6, 2006
3. Hegde, R.R., Dahiya, A., Kamath, M.G., 2005, "Nanofiber Nonwovens", 24.03.2011, <http://web.utk.edu/~mse/pages/Textiles/Nanofiber%20Nonwovens.htm>
4. Gupta P., 2004, "Processing-Structure-Property Studies of: I) Submicron Polymeric Fibers Produced by Electrospinning and II) Films of Linear Low Density Polyethylenes as Influenced by The Short Chaing Branch Length in Copolymers of Ethylene/1-Butene, Ethylene/1-Hexene&Ethylene/1-Octene Synthesized by a Single Site Metallocene Catalyst", PhD Thesis, Virginia Polytechnic Institute and State University, pp 73
5. Kataphinan, W., 2004, "Electrospinning and Potential Applications", PhD Thesis, The Graduate Faculty Of The University Of Akron
6. Lam, H. L., 2004, "Electrospinning of Single Wall Carbon Nanotube Reinforced Aligned Fibrils and Yarns", PhD Thesis, The Faculty Of Drexel University
7. Chun, I., 2005, "Finer Fibers Spun By Electrospinning Process From Polymer Solutions and Polymer Melts in Air and Vacuum: Characterization of Structure and Morphology on Electrospun Fibers and Developing a New Process Model", PhD Thesis, The Graduate Faculty of The University of Akron
8. Sanders E. H., 2005, "Electrostatic Processing of Polymers and Polymer Composites", PhD Thesis, Virginia Commonwealth University
9. Reneker, D.H , Yarin, A.L., Koombhongse, S. and Fong, H., 2000, "Bending Instability of Electrical Charged Liquid Jets of Polymer Solutions in Electrospinning", Journal of Applied Physics, 87(9) ,4531–4547
10. Deitzel J.M., Kleinmeyer J., Harris D., & Beck Tan N. C., 2001, "The Effect of Processing Variables on the Morphology of Electrospun Nanofibers and Textiles", Polymer, 42, 261–272.
11. Zhuo H., Hu J., Chen S., Yeung L., 2008, "Preparation of Polyurethane Nanofibers by Electrospinning", Journal of Applied Polymer Science, 109(1), pp 406–411