

# TÁRCSÁS ELEKTROSZTATIKUS SZÁLKÉPZŐ-BERENDEZÉS TERVEZÉSE ÉS KIVITELEZÉSE

## THE DESIGN AND IMPLEMENTATION OF A DISK ELECTROSPINNING DEVICE

Hodgyai Norbert,<sup>1</sup> Farmos Rudolf László,<sup>2</sup> Gergely Attila<sup>3</sup>

*Sapientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem, Marosvásárhelyi Kar, Gépészmérnöki Tanszék, Marosvásárhely, Románia*

<sup>1</sup> [hodgyai@ms.sapientia.ro](mailto:hodgyai@ms.sapientia.ro)

<sup>2</sup> [farmos\\_rudolf@ms.sapientia.ro](mailto:farmos_rudolf@ms.sapientia.ro)

<sup>3</sup> [agergely@ms.sapientia.ro](mailto:agergely@ms.sapientia.ro)

### Abstract

The electrospinning procedure is a relatively simple and fast way of producing polymer fibers with diameters in the micrometer range. The one needle setup is commonly used due to its flexible design and effectiveness; however, this procedure has one major shortcoming: it has low productivity. The disk electrospinning design presented here combines the advantages of the corona and needleless electrospinning setups, namely the small solution surface area and high productivity. We used 33 wt% polyvinylpyrrolidone (PVP) solution to produce PVP fibers with the new design. The average fiber diameter of the produced PVP fibers was  $d = 446 \pm 116$  nm, which is ~25 % larger compared to fibers produced with the one needle method.

**Keywords:** *needleless electrospinning, disk electrospinning, polymer fibers, PVP, device design.*

### Összefoglalás

Az elektrosztatikus eljárás egy relatíve egyszerű és hatékony módja mikrométer nagyságrendű átmérővel rendelkező polimerszálak előállításának. A szakirodalomban előszeretettel használt egy tűvel rendelkező variáns egyszerű és hatékony, viszont a termelékenysége alacsony. A bemutatott tárcsás elektrosztatikus berendezés ötvözi a korona és a tű nélküli elektrosztatikus berendezések előnyeit, vagyis kis oldatfelszín és nagy termelékenység. A tervezett berendezéssel sikeresen gyártottunk szálak szerkezetet 33%-os polivinil-pirrolidon- (PVP) oldatot használva. A keletkezett PVP-szálak átmérője  $d = 446 \pm 116$  nm, mely ~25%-kal nagyobb az egytűs módszerrel előállított PVP-szálak átlagos átmérőjénél.

**Kulcsszavak:** *elektrosztatikus szálképzés, polimer szálak, PVP, tű nélküli elektrosztatikus szálképzés, tervezés.*

### 1. Bevezetés

A mikrométer alatti szálátmérvével rendelkező polimerszálak előállítása elektrosztatikus eljárással nagy figyelmet kapott az elmúlt pár évtizedben. Az egyszerű gyártási eljárás, ill. nagy felület-térfogat arány miatt számos alkalmazási lehetőség felmerül. [1] Ezen hálók gyártása az esetek nagy részében egy egytűs elektrosztatikus szálképző

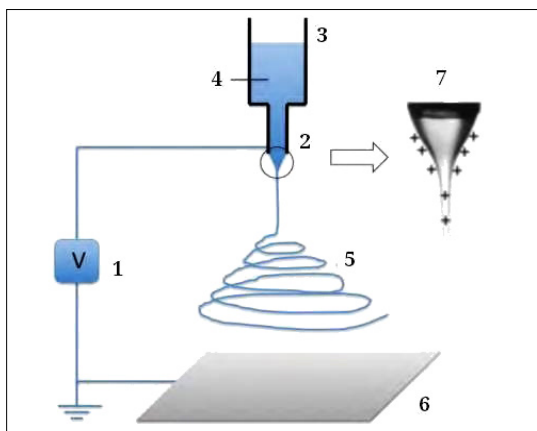
eljárással készül, mely termelékenysége alacsony, és nem alkalmas nagyobb volumenű gyártás alkalmazására. A probléma megoldására több megoldás született, melyet a szakirodalom tárgyal. Ezen megoldások, korona-elektrosztatikus szálképző eljárást leszámítva [2–7], egy nagy oldatfelületet feltételeznek, ami alacsony forrásponttal rendelkező oldószer esetén párolgáshoz vezet, ami nem kívánatos.

A dolgozat célja egy tű nélküli, tárcsás, elektrosztatikus szálképző berendezés tervezése és kivitelezése, amely kis oldatfelület használatával csökkentheti az oldatpárolgást.

### 1.1. Egytűs elektrosztatikus szálképző eljárás bemutatása

Az **1. ábra** az egytűs elektrosztatikus szálképző berendezés vázát mutatja. A berendezésnek a következő alkotóelemei vannak: egy egyenáramú, nagyfeszültségű tápegység, egy tartály, mely a polimeroldatot tartalmazza, egy tű, mely a tartállyal csővezeték segítségével kapcsolódik, valamint egy kollektor, mely a polimerszálak felfogására szolgál.

A polimeroldatot tartalmazó tartályból, amely az esetek nagy többségében egy fecskendő, egy csővezetéken keresztül jut el az oldat a fecskendő végén található tűbe. A tű pozitív, míg a kollektor negatív vagy földpotenciálra van kapcsolva. A polimeroldatban a pozitív potenciál hatására pozitív töltések jelennek meg. A pozitív töltések a polimeroldatban taszítják egymást. A feszültség növelésével a pozitív töltések közti taszítóerő tovább növekszik. A folyadéksugár létrejön, amikor a töltések közti taszítóerő meghaladja az oldat felületi feszültségét a tű hegyén található folyadékcsepp felszínén. Az **1. ábra** mutatja az ún. Taylor-kúpot is, mely a tű végén alakul ki [8]. Amíg a polimeroldat a tű hegyétől a kollektorig elér, az oldószer nagy része elpárolog, és a szál megnyúlik, így képezve az akár nanométer nagyságrendű átmérőt. [1, 9].



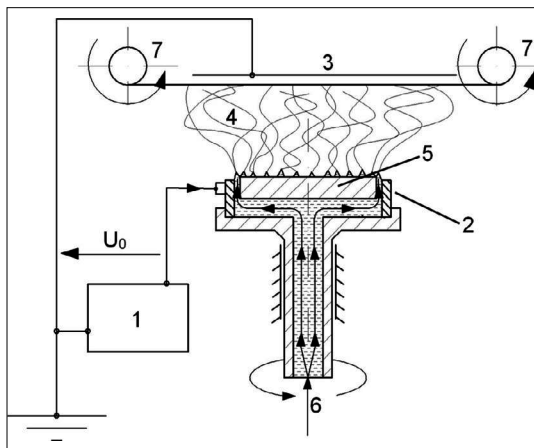
**1. ábra.** Polimerszálak előállítása elektrosztatikus-szálképzéssel polimeroldatból [11]. 1: nagyfeszültségű tápegység, 2: szálképző elektroda(kapilláris), 3: oldatadagoló, 4: szálképzési folyadék, 5: szálképzési térrész, 6: szálgyűjtő(földelt), 7: Taylor-kúp, vagyis a kapillárisból kilépő folyadék deformált alakja

### 2.2. Nagy teljesítményű elektrosztatikus szálképzési eljárások

Az elektrosztatikus szálképzés teljesítménynövelésének legegyszerűbb megoldása a kapillárisok számának növelése lenne, mely, habár a termelékenységet növeli, viszont a működtetése problémás, és karbantartása nehézkes. [9, 10] A termelékenység növelése érdekében a kutatók kiküszöbölték a kapillárist a rendszerből, és egy folyadékfelszín használtak. A polimeroldatban vezető mágneses részecskéket, hengereket, korongokat, fémhuzalokat vagy gömböket helyezve, ill. mozgatva vagy forgatva a felszínén, több Taylor-kúp kialakulásával több polimeroldat-sugár képződik, és így a termelékenység növekszik. [12] Ezen megoldások feltételezik egy folyadékfelszín létrehozását, ami magával vonja a használt oldószer elpárolgásának veszélyét, ill. a környezetből történő nedvességfelvételt. A koncentráció- és kompozícióváltozás negatív hatással lehet az elektrosztatikus szálképzési folyamatra. [13]

Molnár Kolos és társai egy olyan elektrosztatikus szálképzési technológiát fejlesztettek ki, mely nagy termelékenységgel képes polimerszálakat létrehozni, viszont nem használ nagy oldatfelszínt, így kiküszöböli a fent említett túmentes megoldások hiányosságát. A szerkezet a **2. ábrán** látható, melyet korona elektrosztatikus szálképzési eljárásnak neveztek el. [14]

A **3. ábrán** látható berendezés egy vékony polimeroldat-réteget hoz létre a 2-es és 5-os egység közt, mely elősegíti több Taylor-kúp kialakulását, [8] és ezáltal megnöveli a termelékenységet, illetve megakadályozza az oldószer nagymértékű elpárolgását.



**2. ábra.** A tű nélküli elektrosztatikus szálképző berendezés vázlata [14]

## 2. Módszertan

### 2.1. Elektrosztatikus szálképzés

Az elektrosztatikus szálképző eljáráshoz 33 tömeg %-os PVP-oldatot használtunk, 75:25 (tömeg: tömeg) etanol:víz oldószerrendszerben. A tús elektrosztatikus szálképző eljárás esetén  $V = 15$  kV potenciálkülönbséget,  $F = 0,7$  mL/h térfogatáramot és  $D = 10$  cm tű-kollektor közti távolságot használtunk. A tárcsát 80 rpm, míg a futószalagot 100 rpm fordulatszámon használtuk,  $V = 20$  kV és  $D = 10$  cm mellett. Az oldatot az erre a célra kialakított üregbe fecskendeztük.

### 2.2. Pásztázó elektron-mikroszkópos vizsgálat

A pásztázó elektron-mikroszkópos vizsgálat egy JEOL JSM-5200-berendezésen volt kivitelezve. A mintákat 15 kV feszültségen vizsgáltuk. A polimerszálak átmérőjének meghatározására az ImageJ programot használtuk.

## 3. Eredmények

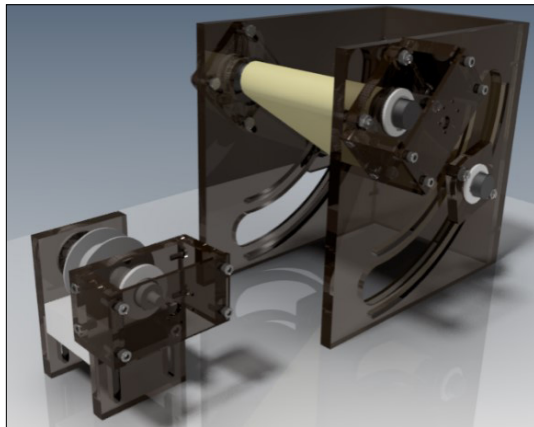
### 3.1. A tervezett berendezés bemutatása

A tervezett berendezés kombinálja a tárcsás és a korona-elektrosztatikus eljárások pozitív tulajdonságait: a tárcsás felépítés egyszerű, míg a korona-elektrosztatikus eljárás kis folyadékfelszínt használ. A 3. és 4. ábrán látható berendezés működési elve a következő: a tárcsa a forgómozgás következtében a palást felületére felhordja egy, erre a célra kialakított üreghől az oldatot. A tárcsa felületén található oldatból a tárcsa sarkainál Taylor-kúpok alakulnak ki, és elkezdődik a szálképzés. Az üreg méretét a szerkezettel szemben állított elvárásoknak megfelelően minimalizáltuk, a párolgás csökkentése érdekében, viszont a szerkezetet úgy terveztük, hogy flexibilisen változtatható és viszonylag egyszerű legyen a tisztítása. Az ábrán látható, hogy egyszerre két tárcsát is használhatunk, mely a két különböző oldatból generál polimerszálakat, így kompozitszálak szerkezetet létrehozva. A tárcsa fordulatszámát egy potenciométerrel lehet változtatni.

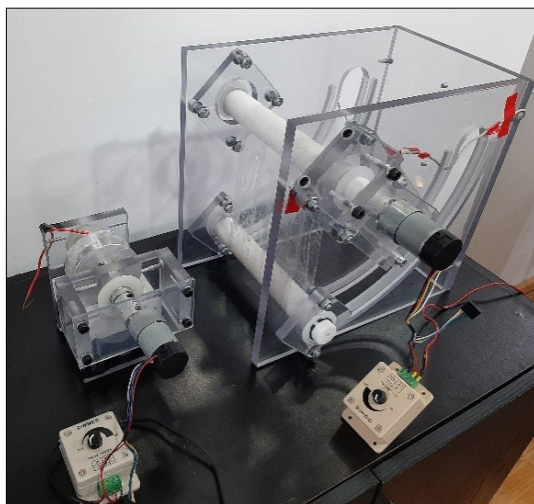
A kollektor egy változtatható dőlésszögű futószalag, amely lehetővé teszi a termelékenység megnövelését és a keletkezett minta egyenletes vastagságát. A futószalag sebességét szintén egy potenciométer segítségével tudjuk változtatni.

### 3.2. A PVP-hálók vizsgálata

Az első lépésben a PVP-szálak generálásához az egytűs elektrosztatikus szálképző berendezést



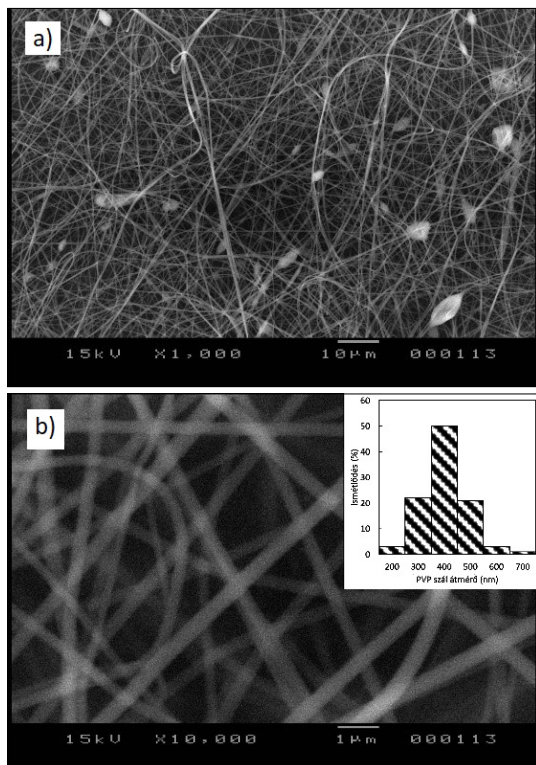
3. ábra. A tervezett tárcsás elektrosztatikus szálképző berendezés



4. ábra. A megvalósított tárcsás szálképző berendezés.

használtuk, melynek felépítését részletesebben korábban közöltük. [15]. A PVP-szálak generálásához a tű és kollektor közti távolságot,  $D$ , 10 cm-re, illetve a térfogatáramot,  $F$ , 0,7 mL/h-ra állítottuk. Ezen paraméterek mellett fokozatosan növeltük az alkalmazott potenciálkülönbséget, addig amíg beindult a szálképzési folyamat. Ebben az esetben ez 15 kV-nál következett be. Az 5. ábra mutatja a keletkezett szálak szerkezetét

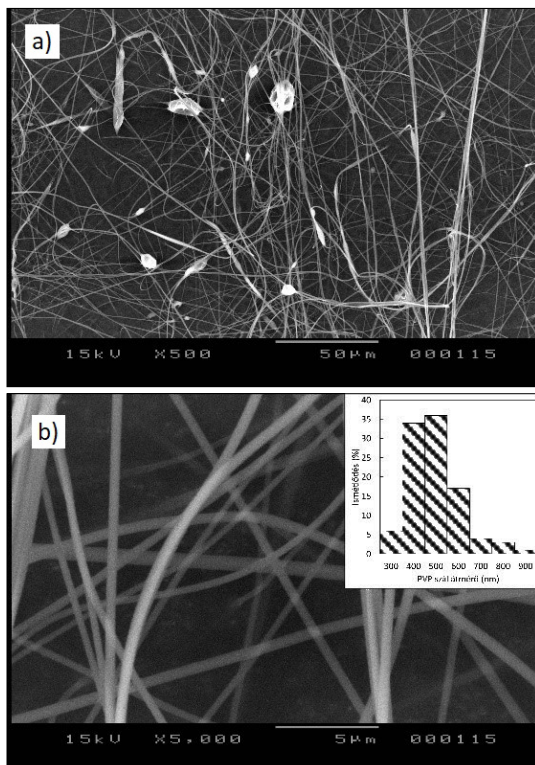
Az 5.a. ábra SEM-felvételt megvizsgálva láthatjuk, hogy a szálak szerkezetben megjelentek gömbök, melyek a PVP-szálak mentén alakultak ki. Korábbi tapasztalatok alapján a gömbök 40% oldatnál már nem jelentkeznek, így kialakulásuk nagy valószínűséggel a viszonylag alacsony koncentrációnak tudható be. Az 5.b. ábrán bemuta-



**5. ábra.** Az egytűs elektrosztatikus szálképzési berendezéssel generált szálas szerkezet a)  $\times 1000$  és b)  $\times 10000$  nagyításban készült SEM-felvétele

tott SEM-kép egy  $\times 10000$  nagyítást mutat a keletkezett PVP-szálaokról. Az eredmények feldolgozása  $d = 350$  nm átlagos szálátmérő (1. táblázat) és  $\sigma = 86$  nm, szórást eredményezett. Az 5.b. ábrán a szálak átmérőjének hisztogramját is láthatjuk, amelynek vizsgálatából, illetve a  $\sigma$  értékből kiderül, hogy a keletkezett szálak átmérőjének szórása viszonylag alacsony.

A 6.a. ábrán látható SEM-felvétel azt a szálas szerkezet mutatja, melyet a tárcsával rendelkező elektrosztatikus szálképző eljárással állítottunk elő. A felvétel hasonló az 5.a. ábrához, miszerint göbök jelennek meg úgy az egytűs, mind a tárcsás előállítási eljárások esetén. A 6.b. ábrán a szálas szerkezet  $\times 5000$  nagyításban látható. A keletkezett szálak sima felszínnel rendelkeznek, akárcsak az 5.b. ábra esetén. A hisztogram és a szálátmérők vizsgálata a tárcsás módszer esetén  $d = 446$  nm és  $\sigma = 116$  nm-t eredményez. A szálátmérőértékekből látható, hogy a tárcsás módszerrel előállított PVP-szála, az adott paraméterek mellett, átlagosan  $\sim 100$  nm nagyobb átmérővel rendelkeznek a



**6. ábra.** A tárcsával rendelkező elektrosztatikus szálképző berendezéssel generált szálas szerkezet a)  $\times 500$  és b)  $\times 5000$  nagyításban készült SEM-felvétele.

tűs módszerhez képest. A szórási érték mindkét módszer esetén  $\sim 25$  %-a a  $d$ -nek.

A fentiekből levonhatjuk a következtetést, hogy a használt paraméterek mellett, a tárcsás módszerrel előállított szálas szerkezetek hasonló morfológiával rendelkeznek, mint az egytűs módszer, míg a keletkezett szálak átmérői nagyobbak  $\sim 27$  %-kal. Mindkét módszer esetén a szórás értéke  $\sim 25$  %-a a  $d$ -nek.

### 3. Következtetések

A bemutatott projekt keretében sikeresen megterveztünk és kivitelezünk egy tárcsával rendelkező elektrosztatikus szálképző berendezést. A berendezés a termelékenységet hivatott növelni.

**1. táblázat.** PVP szál átmérők és szórás.

	Egytűs módszer	Tárcsás módszer
$d$ (nm)	349	446
$\sigma$ (nm)	86	116



A tárcsás módszert a jól ismert egytűs módszerhez hasonlítottuk. Az eredmények alapján a két módszerrel hasonló morfológiájú szálas szerkezetet sikerült előállítani, míg a PVP-szálak átmérője a tárcsás módszer esetén átlagosan ~100 nm-rel nagyobb a tűs módszerrel előállított mintákhoz képest.

### Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Huang Z.-M., Zhang Y.-Z., Kotaki M., Ramakrishna S.: *A review on polymer nanofibers by electrospinning applications in nanocomposites*. Composites Science and Technology, 63/15. (2003) 2223–2253. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00178-7](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00178-7)
- [2] Yarin A. L., Zussman E.: *Upward Needleless Electrospinning of Multiple Nanofibres*. Polymer, 2004, 45, 2977–2980. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2004.02.066>
- [3] Jirsák O., Sanetnik F., Lukas D., Kotek V., Martínova L., Chaloupek J.: US Patent W02005024101, 2005.
- [4] Li J, Gao F, Liu L.Q., Zhang Z.: *Needleless electro-spun nanofibers used for filtration of small particles*. Express Polymer Letters, 7/8. (2013) 683–689. <https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2013.65>
- [5] Jentzsch E., Gül Ö., Öznergiz E.: *A comprehensive electric field analysis of a multifunctional electrospinning platform*. Journal of Electrostatics, 71/3. (2013) 294–298. <https://doi.org/10.1016/j.elstat.2012.12.007>
- [6] Forward K. M., Flores A., Rutledge G. C.: *Production of core/shell fibers by electrospinning from a free surface*. Chemical Engineering Science, 104. (2013) 250–259.
- [7] Niu H., Wang X., Lin T.: *Needleless electrospinning: Influences of fibre generator geometry*. Journal of the Textile Institute 103/7. (2012) 787–794. <https://doi.org/10.1080/00405000.2011.608498>
- [8] Taylor G. I.: *Electrically driven jets*. Proceedings of Royal Society A, 313/1515. (1969) 453–475. <https://doi.org/10.1098/rspa.1969.0205>
- [9] Athira K., Sanpui P., Chatterjee K.: *Fabrication of Poly (Caprolactone) Nanofibers by Electrospinning*. Journal of Polymer and Biopolymer Physics Chemistry, 2/4. (2014) 62–66.
- [10] Reneker D. H., Yarin A. L.: *Electrospinning jets and polymer nanofibers*. Polymer, 49/10. (2008) 2387–2425. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2008.02.002>
- [11] Theron S. A., Yarin A. L., Zussmann E., Kroll E.: *Multiple jets in electrospinning: experiment and modeling*. Polymer, 46/9. (2005) 2889–2899.
- [12] E. Hirsch, P. Vass, B. Démuth, Zs. Pethő, E. Bitay, S. K. Andersen, T. Vigh, G. Verreck, K. Molnár, Zs. K. Nagy, Gy. Marosi: *Electrospinning scale-up and formulation development of PVA nanofibers aiming oral delivery of biopharmaceuticals*. Express Polymer Letters, 13/7. (2019) 590–603. <https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2019.50>
- [13] Kim G. H., Cho Y.-S., Kim W. D.: *Stability analysis for multi-jets electrospinning process modified with a cylindrical electrode*. European Polymer Journal, 42/9. (2006) 2031–2038. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2006.01.026>
- [14] Molnar K., Nagy Z. K.: *Corona-electrospinning: Needleless method for high-throughput continuous nanofiber production*. European Polymer Journal, 74. (2016) 279–286. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2015.11.028>
- [15] Gergely A., Kantor J., Bitay E., Biro D.: *Electrospinning of Polymer Fibres Using Recycled PET*. Acta Materialia Transylvanica 2/1. (2019) 19–26. <https://doi.org/10.33924/amt-2019-01-04>