



مجله علوم و تکنولوژی پلیمر،

سال بیست و یکم، شماره ۱،

صفحه ۶۹-۶۱، ۱۳۸۷

ISSN : 1016-3255

## ارزیابی زبری سطح نانولایه‌های پلی‌آکریلونیتریل

صدیقه برهانی<sup>۱\*</sup>، سید عبدالکریم حسینی راوندی<sup>۱</sup>، سیدغلامرضا اعتماد<sup>۲</sup>

اصفهان، دانشگاه صنعتی اصفهان، ۱- دانشکده مهندسی نساجی، گروه پژوهشی علوم و تکنولوژی الیاف،

۲- دانشکده مهندسی شیمی، گروه تحقیقاتی انرژی و پدیده‌های انتقال، صندوق پستی ۸۴۱۵۶

دریافت: ۸۶/۵/۳، پذیرش: ۸۶/۱۱/۲۷

### چکیده

هدف اصلی این پژوهش، بررسی زبری سطح لایه‌های حاصل از نانوالیاف پلی‌آکریلونیتریل (PAN) است. به این منظور، با تغییر غلظت محلول PAN از ۱۱ به ۱۵ درصد وزنی، لایه‌هایی از نانولایه PAN تهیه شد. سپس، با استفاده از روش آنتروپی (ENT) و میکروسکوپی نیروی اتمی (AFM) زبری سطح لایه‌ها اندازه‌گیری و نتایج حاصل از دو روش مقایسه شد. برای ارزیابی زبری سطح با استفاده از روش AFM، مشخصه‌های زبری شامل بیشینه ارتفاع تصویر، متوسط ارتفاع ده نقطه، میانگین حسابی زبری و جذر میانگین مربعات زبری محاسبه و از مشخصه میانگین حسابی زبری به عنوان شاخص زبری سطح استفاده شد. با توجه به نتایج، مشاهده شد که افزایش غلظت محلول PAN از ۱۱ به ۱۵ درصد وزنی، منجر به افزایش قطر الیاف در نانولایه حاصل از ۱۹۵ به ۵۲۴ nm شده است. همچنین، نتایج به دست آمده از اندازه‌گیری زبری سطح به هر دو روش AFM و ENT نشان‌دهنده افزایش زبری سطح لایه‌ها با افزایش قطر الیاف تشکیل دهنده آنهاست. در بررسی‌های آماری انجام شده ملاحظه شد که ضریب هم بستگی بین نتایج زبری سطح حاصل از هر دو روش و قطر نانوالیاف بیش از ۰/۹ است. همچنین، مشاهده شد بین زبری سطح به دست آمده از دو روش از نظر آماری توافق خوبی وجود دارد.

### واژه‌های کلیدی

نانولایه، زبری سطح، میکروسکوپی نیروی اتمی، آنتروپی، پلی‌آکریلونیتریل

\* مسئول مکاتبات، پیام‌نگار:

sborhani@cc.iut.ac.ir

## Evaluation of Surface Roughness of Polyacrylonitrile Nanowebs

S. Borhani<sup>1\*</sup>, S.A. Hosseini Ravandi<sup>1</sup> and S.G. Etemad<sup>2</sup>

1. Department of Textile Engineering, Research Center of Fiber Science and Technology,

2. Department of Chemical Engineering, Research Group of Energy and Transport Phenomena; Isfahan University of Technology, P.O. Box: 84156, Isfahan, Iran

Received 25 July 2007; accepted 16 February 2008

### Abstract

The objective of this research work is to evaluate the surface roughness of polyacrylonitrile (PAN) nanowebs. For this purpose the nanowebs have been prepared in different concentrations of PAN solution from 11 to 15% (by wt). Surface roughness of nanowebs was evaluated by entropy algorithm (ENT) as well as atomic force microscopy (AFM) and then the results of two methods have been compared. To evaluate surface roughness using AFM, four roughness parameters such as maximum height, ten point height, arithmetic mean of roughness (AMR), and root mean square were measured and AMR parameter was used as surface roughness. Based on the results obtained, the increase in concentration of PAN solution from 11 to 15% (by wt) would increase nanofiber diameter from 195 to 524 nm. The results obtained from two methods show that increasing the fiber diameters of nanowebs lead to the enhancement of surface roughness of samples. The correlation coefficient of surface roughness obtained from these two methods and nanofibers diameter is more than 0.90. Statistical analysis shows that there is a good agreement of surface roughness between the two methods.

### Key Words

nanoweb, surface roughness, atomic force microscopy, entropy, polyacrylonitrile

(\*) To whom correspondence should be addressed.

E-mail: sborhani@cc.iut.ac.ir

## مقدمه

در دهه اخیر تولید نانوالیاف به روش الکتروریسی و بررسی عوامل مؤثر بر ساختار این الیاف برای کاربردهای متنوعی نظیر پزشکی، صاف کردن، تقویت کننده مواد مرکب، حس گرها و لباس های محافظ توجه بسیاری از پژوهشگران را به خود معطوف ساخته است [۱،۲].

درفرآیند الکتروریسی، یک رشته ممتد از درون محلول پلیمر یا پلیمر مذاب از راه روزنه به کمک نیروهای الکتروستاتیک قوی بیرون کشیده شده و روی صفحه آلومینیمی و اغلب به شکل لایه‌های بی بافت بسیار نازک جمع آوری می شود. تولید الیاف به این روش، تحت تاثیر نیروهای الکتروستاتیک و رفتار ویسکوالاستیک محلول پلیمر است [۱،۲]. ضمن این که مشخصه های فرآیند شامل: سرعت تغذیه محلول پلیمر، ولتاژ اعمال شده، فاصله روزنه تا جمع کننده و مشخصه های ماده مانند غلظت، گرانیوی و کشش سطحی محلول پلیمر، هدایت و فشار بخار حلال بر ساختار و خواص نانوالیاف ریسیده شده اثر می گذارد [۳-۵].

لایه های تشکیل شده از نانوالیاف در مقایسه با لایه های متداول، دارای سطح ویژه، نفوذپذیری و تخلخل زیاد، منافذ بسیار ریز، وزن و ضخامت کم هستند، به طوری که این ویژگی ها باعث کاربرد متنوع این لایه ها شده است [۱،۲]. برخی از خواص نانولایه ها توسط پژوهشگران متعدد مطالعه شده است. گیسون و همکاران نشان داده اند که مقاومت در برابر عبور جریان هوای لایه های تشکیل شده از نانوالیاف در مقایسه با لایه های متداول، بیشتر است و این مقاومت با ازدیاد ضخامت لایه افزایش می یابد [۶،۷]. ریو و همکاران خواص فیزیکی لایه های حاصل از الکتروریسی محلول نایلون ۶ با غلظت های مختلف را بررسی کرده اند [۸]. نتایج این پژوهشگران نشان دهنده افزایش قطر نانوالیاف و کاهش اندازه منافذ لایه حاصل از آنها در اثر افزایش غلظت محلول پلیمر است. بارهات و همکاران اثر مشخصه های فرآیند را بر ساختار و خواص نانولایه های PAN مطالعه کردند [۹]. نتایج حاصل بیان گر قابلیت کنترل توزیع اندازه منافذ به وسیله سرعت چرخش استوانه جمع کننده است. همچنین، افزایش مقاومت در برابر عبور هوا و کاهش نفوذپذیری لایه ها با افزایش قطر نانوالیاف گزارش شده است. در پژوهشی نیز بیان شده است که قطر نانوالیاف و تخلخل سطحی لایه ها که از عوامل وابسته به هم هستند، اثر مؤثری بر نفوذپذیری هوا در نانولایه دارند [۱۰،۱۱]. انتقال بخار آب لایه های الکتروریسی شده توسط گیسون و همکاران بررسی شده و کاهش مقاومت در برابر نفوذ بخار آب این لایه ها در مقایسه با لایه های متداول گزارش شده است [۶،۷]. علاوه بر تخلخل سطح، زبری سطح نیز می تواند از طریق ایجاد ریزاقلم (microclimate) مناسب، بر خواص انتقالی اثر گذار باشد. میزوکوشی و همکاران اثر زبری سطح را بر قابلیت ترشوندگی لایه های الکتروریسی شده مطالعه کرده اند. نتایج به دست

آمده توسط این پژوهشگران نشان می دهد، در اثر ازدیاد زبری سطح، ترشوندگی لایه های آب دوست افزایش می یابد، در حالی که افزایش زبری سطح لایه های آب گریز سبب کاهش ترشوندگی لایه شده است [۱۲]. در سال ۱۹۸۰ کاواباتا نشان داد که یکی از مشخصه های اصلی پارچه، زبری سطح منسوج است و برای اندازه گیری آن دستگاه KES-FB4 (Kawabata evaluating system) را ابداع کرد [۱۳].

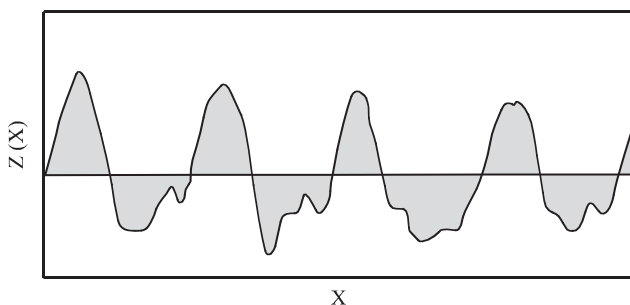
زبری سطوح معمولاً به وسیله تماس مقطع عرضی یک سوزن با سطح نمونه و رسم منحنی تغییرات ارتفاع سطح (surface height variation, SHV) اندازه گیری می شود. بخش اصلی سامانه اندازه گیری سیم سوزنی به قطر ۰/۵ mm است که با سرعت ۰/۱ cm/s بر سطح نمونه به طول ۲ cm حرکت می کند و منحنی SHV ثبت می شود (شکل ۱) [۱۳]. به کمک این منحنی مشخصه های زیادی، که مرتبط با زبری است، قابل محاسبه است. اندازه گیری زبری سطح با استفاده از دستگاه KES-FB4 به روش تماسی است و روی دقت اندازه گیری اثر می گذارد. از جمله روش های دیگر برای اندازه گیری زبری سطح استفاده از اصطکاک، تماس تیغه، جریان هوای جانبی، اندازه گیری مرحله ای ضخامت یا ارزیابی حسی است [۱۴].

زبری سطح منسوجات معمولاً براساس میانگین مطلق انحراف از مقدار متوسط (mean absolute deviation, MAD) و به کمک معادله (۱) مشخص می شود. این مشخصه را کاواباتا با انحراف میانگین استاندارد (standard mean deviation, SMD) نشان داده است [۱۵-۱۳]:

$$MAD = \frac{1}{M} \sum_j |z_j - R_a| \quad (1)$$

در این معادله، M تعداد نقاط اندازه گیری،  $z_j$  ارتفاع نقطه  $z_j$  و  $R_a$  ارتفاع متوسط است.

در روش های متداول، اندازه گیری زبری سطح در حالت تماسی انجام می گیرد که روش مناسبی برای اندازه گیری زبری سطح نانولایه ها



شکل ۱ - منحنی تغییرات ارتفاع سطح نمونه.

جمله مشخصه‌های آماری هستند که به توزیع سطح خاکستری تصویر مربوط می‌شوند. در بین این مشخصه‌ها آنتروپی دلالت بر زبری سطح یا پیچیدگی‌های سطح دارد و برای اندازه‌گیری زبری سطوح با کاربردهای مختلف استفاده می‌شود [۲۰، ۲۳].

میکروسکوپ نیروی اتمی وسیله‌ای جدید برای مطالعه شکل شناسی و زبری سطح نمونه‌هاست. AFM و ده‌ها روش تصویرسازی دیگر در گروه میکروسکوپ کاوه پوشی (scanning probe microscopy, SPM) قرار می‌گیرند. SPM اصطلاح کلی برای تمام روش‌هایی است که ماده را در مقیاس میکرونی تا کمتر از آنگستروم پوشی می‌کنند. بر خلاف میکروسکوپ‌های الکترونی که به خلاء و آماده‌سازی نمونه احتیاج دارد، SPM‌ها اغلب در هوا یا مایع و بدون (یا با حداقل) آماده‌سازی نمونه کار می‌کنند. ساده‌ترین نقش‌های که SPM به وجود می‌آورد، نقشه توپوگرافی (سه بعدی) سطح است [۲۱]. هر SPM از یک کاوه تیز برای پوشش سطح نمونه به شکل نقطه به نقطه و خط به خط استفاده می‌کند، تا نقش‌هایی از سطح ایجاد کند. در اغلب روش‌ها کاوه به طور دائم یا متناوب با سطح نمونه تماس پیدا می‌کند. یک سوزن تیز به طول حدود  $2 \mu\text{m}$  که اغلب قطر نوک آن کمتر از  $10 \text{nm}$  است و در انتهای آزاد یک تیر بازویی قرار دارد، سطح نمونه را حس می‌کند. نیروهای بین سوزن و سطح نمونه باعث خم شدن یا انحراف تیر بازویی می‌شود. آشکارساز، در حالی که سوزن سطح نمونه را پوشش می‌کند، مقدار انحراف تیر بازویی را اندازه‌گیری می‌گیرد. اندازه‌گیری انحرافات تیر بازویی امکان تولید تصویر توپوگرافی سطح را به وسیله رایانه میسر می‌سازد [۲۱]. با توجه به مقالات ارائه شده به خوبی درک می‌شود که خواص لایه‌های حاصل از نانوالیاف به وسیله ساختار آنها اثرپذیر است، بنابراین دانستن اطلاعات کافی در باره ساختار و خواص این لایه‌ها به منظور کارایی مناسب و موفق آنها لازم و ضروری است. هدف از این پژوهش، استفاده از ابزار و روش‌های جدید برای ارزیابی غیرتماسی زبری سطح لایه‌های تشکیل شده از نانوالیاف است، بنابراین دو روش پردازش تصویر و میکروسکوپی نیروی اتمی برای اندازه‌گیری زبری سطح لایه‌های تشکیل شده از نانولایه پلی‌آکریلونیتریل (PAN) استفاده شده است. علاوه بر بررسی اثر قطر نانوالیاف بر زبری سطح نانولایه، نتایج حاصل از دو روش ارزیابی نیز با هم مقایسه شده‌اند.

## تجربی

### مواد

پلی‌آکریلونیتریل (PAN) با وزن مولکولی متوسط وزنی  $100000 \text{g/mol}$  و وزن مولکولی متوسط عددی  $170000 \text{g/mol}$  از شرکت پلی‌آکريل ايران

نیست، زیرا مقاومت مکانیکی این لایه‌ها کم است و تماس با آنها موجب آسیب دیدن نانولایه حین اندازه‌گیری می‌شود. روش‌های جدید اندازه‌گیری زبری سطح بر اساس پردازش تصویر از تصاویر سطح نمونه، استفاده از حس‌گرهای لیزری و میکروسکوپ نیروی اتمی است [۱۹-۱۲، ۱۶].

پژوهشگران متعددی از روش پردازش تصویر و تجزیه بافت برای ارزیابی مشخصات بافت استفاده کرده‌اند [۲۰، ۲۱]. تصویر یک منسوج در پردازش تصویر به وسیله تابع شدت نور،  $f(x, y)$  بیان می‌شود. این تابع به هر نقطه  $(x, y)$  از تصویر، مقداری متناظر با شدت نور منعکس شده از آن سطح را نسبت می‌دهد. به طور کلی، شدت نور منعکس شده از یک سطح به دو عامل بستگی دارد: شدت نوری که سطح را روشن می‌کند،  $i(x, y)$  و نسبتی از نور که به وسیله سطح منعکس می‌شود  $r(x, y)$ . بنابراین، تصویر یک منسوج به شکل معادله (۲) نشان داده می‌شود [۲۲]:

$$f(x, y) = i(x, y) \times r(x, y) \quad (2)$$

به طوری که  $0 < r(x, y) < 1$ ،  $0 < i(x, y) < \infty$  است. از این رو، مقدار تابع در محدوده صفر و بی‌نهایت قابل تغییر است. با توجه به این که  $f(x, y) = 0$  متناظر با یک نقطه کاملاً تاریک است، می‌توان روشن‌ترین نقطه تصویر را متناظر با عددی معین  $f(x, y) = B$  در نظر گرفت و برای کلیه نقاط تصویر، عددی متناظر با  $f(x, y)$  نسبت داد که در محدوده  $B \rightarrow 0$  است. از این رو، تعداد سطوح خاکستری تعریف شده معادل  $G = B + 1$  است. در تصویر عددی شده، دو نقطه  $(k, l)$  و  $(m, n)$  به وسیله فاصله  $(d)$  و زاویه بین آن دو نقطه  $(\theta)$  به یک دیگر مرتبط می‌شوند. بر این اساس، در تصویر عددی شده دو سطح خاکستری  $p_{k,l}$  و  $q_{m,n}$  متناظر با نقاط  $(k, l)$  و  $(m, n)$  به وسیله  $R_\theta(d)$  به یک دیگر مرتبط می‌شوند. با داشتن سطوح خاکستری  $p$  و  $q$  متناظر با نقاط  $(k, l)$  و  $(m, n)$ ، آرایه چگالی احتمال مشترک  $(M)$  به شکل زیر تعریف می‌شود:

$$M(p, q, d, \theta) = \# \{ R_\theta(d), f(k, l) = p, f(m, n) = q \}$$

آرایه  $M$  برای فاصله  $(d)$  و زاویه  $(\theta)$  معین به شکل  $M(p, q) = \#(p, q)$  نمایش داده می‌شود. الگوی  $\#$  بیان‌گر جمع تکرارهای جفت مقادیر  $p$  و  $q$  است [۱۹، ۲۰]. در تصویر یک نمونه، تغییرات سطح خاکستری به میانگین ناهمواری‌های موضعی بستگی دارد و از لحاظ کمی، مقایسه نمونه‌ها با استفاده از اطلاعات تصویر امکان‌پذیر است.

بر اساس پژوهش‌های انجام شده، مشخصه‌های گشتاور دوم زاویه‌ای (angular second moment)، تباین، آنتروپی و هم‌بستگی که از آرایه چگالی احتمال مشترک تصویر سطح خاکستری استخراج می‌شود، از

### اندازه‌گیری قطر الیاف

با استفاده از تصاویر میکروسکوپ الکترون پویشی نمونه‌ها در بزرگ‌نمایی ۵۰۰۰ برابر به کمک نرم‌افزار Motic و با توجه به مقیاس درج شده در زیر تصاویر، قطر ۱۰۰ لیف اندازه‌گیری و میانگین آن گزارش شده است.

### اندازه‌گیری زبری سطح نانولایه‌ها

برای اندازه‌گیری زبری سطح نانولایه‌ها دو روش پردازش تصویر و میکروسکوپی نیروی اتمی مورد استفاده قرار گرفت. در روش اول از پردازش تصویر و روش آنتروپی استفاده شد. در این پژوهش، آرایه چگالی احتمال مشترک با ۱۶ سطح خاکستری و به فاصله مکانی یک ( $d=1$ ) میان یک جفت نقطه و در چهار جهت ۴۵، ۹۰ و ۱۳۵ درجه معین شد و سپس به کمک آن آنتروپی تصویر طبق معادله (۳) محاسبه شد:

$$ENT = - \sum_{i=0}^{n-1} \sum_{j=0}^{n-1} \left( \frac{P_{\delta}(i, j)}{R} \right) \cdot \log \left( \frac{P_{\delta}(i, j)}{R} \right) \quad (3)$$

که در این معادله  $i, j=0, 1, \dots, n-1$  تعداد سطوح خاکستری و  $R$  مجموع مقادیر آرایه چگالی احتمال مشترک هستند. در ابتدا تصاویر عددی میکروسکوپ الکترون پویشی نمونه‌ها در بزرگ‌نمایی ۲۰۰ برابر، ابعاد  $177 \times 177$  نقطه و با وضوح ۹۶ نقطه در اینچ (DPI) تهیه شدند. سپس، با استفاده از نرم‌افزار Motic برنامه‌ای برای اندازه‌گیری آنتروپی تصاویر نوشته شد و میانگین ۲۰ اندازه‌گیری گزارش شد.

در روش دوم از میکروسکوپی نیروی اتمی برای ارزیابی زبری سطح استفاده شد. در این پژوهش، به دلیل انعطاف‌پذیری نانوالیاف از میکروسکوپ نیروی اتمی در حالت غیر تماسی که یکی از چند روش تیر بازویی ارتعاشی است، استفاده شد. در این روش تیر بازویی میکروسکوپ در نزدیکی سطح نمونه مرتعش می‌شود و فاصله بین نوک سوزن و نمونه در حد چند ده تا چند صد آنگستروم است. مزیت این روش، اندازه‌گیری توپوگرافی نمونه بدون تماس یا با تماس خیلی کم بین نوک سوزن و نمونه است. کل نیروی بین نوک سوزن و نمونه در حالت غیر تماسی بسیار کم است (معمولاً حدود ۱۰-۱۲ نیوتن). این نیروی کم مزیتی برای مطالعه نمونه‌های نرم یا کشسان به شمار می‌رود [۱۹].

ابتدا با استفاده از نمونه مرجع میکروسکوپ کالیبره و سپس از سطح نانولایه به ابعاد  $10 \times 10 \mu\text{m}$  به وسیله میکروسکوپ نیروی اتمی تصویربرداری شد. با استفاده از تصاویر دوبعدی، هر تصویر به نه بخش مساوی تقسیم شد. شکل ۳ نمونه‌ای از تصویر دوبعدی و تقسیم‌بندی آن را برای اندازه‌گیری زبری سطح نمونه نشان می‌دهد. با استفاده از

و دی‌متیل‌فرمامید (DMF) به عنوان حلال از شرکت مرک تهیه و استفاده شدند.

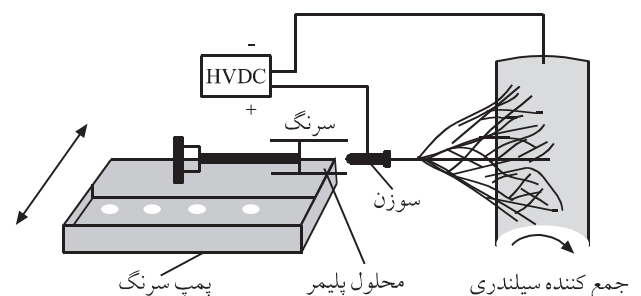
### دستگاه‌ها

برای الکتروریسی از پمپ تزریق رقمی مدل Injectomat cp-IS ساخت آلمان، مبدل برای افزایش ولتاژ ورودی و تبدیل جریان متناوب به جریان مستقیم با محدوده ولتاژ ۰-۲۲kV و استوانه چرخان به عنوان جمع‌کننده استفاده شد. به منظور تهیه تصاویر از نمونه‌ها، میکروسکوپ الکترون پویشی (SEM) ساخت شرکت Philips مدل XL30 استفاده شد. برای اندازه‌گیری زبری سطح، میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) مدل DME شامل پویش‌کننده با مدل Dual Scope DF 95-50 و کنترل‌کننده مدل Dual Scope C 21 ساخت دانمارک استفاده شد. نرم‌افزار Motic برای اندازه‌گیری قطر، نرم‌افزار Matlab نسخه ۶/۵ برای اندازه‌گیری آنتروپی تصاویر میکروسکوپ الکترونی نمونه‌ها و نرم‌افزار DME-SPM برای اندازه‌گیری زبری سطح تصاویر حاصل از AFM به کار گرفته شد.

### روش‌ها

#### الکتروریسی

محلول‌های ۱۱ تا ۱۵ درصد وزنی PAN در DMF در دمای محیط و با هم زدن در سرعت ثابت تهیه شدند. طرح کلی دستگاه الکتروریسی در شکل ۲ نشان داده شده است. محلول PAN در DMF به داخل یک سرنگ ۱ mL منتقل و سپس با سرعت  $2/8 \mu\text{L}/\text{min}$  از راه یک سوزن با قطر داخلی  $0/7 \text{ mm}$  تغذیه شد. فاصله بین سوزن و سطح جمع‌کننده ۱۵ cm و ولتاژ اعمالی بین سوزن و جمع‌کننده فلزی ۱۰ kV بود. به منظور تهیه نانولایه یکنواخت، از یک درام با حرکت چرخشی قابل کنترل، به عنوان جمع‌کننده استفاده شد و پمپ نیز روی پایه‌ای قرار گرفت که دارای حرکت رفت و برگشتی قابل کنترل بود. سرعت چرخش درام ۹۶ rpm و سرعت رفت و برگشت پمپ  $28 \text{ mm}/\text{min}$  تنظیم شد.



شکل ۲ - طرح کلی سامانه الکتروریسی.

جدول ۱- اثر غلظت محلول پلیمر بر زبری سطح نانولایه‌های PAN.

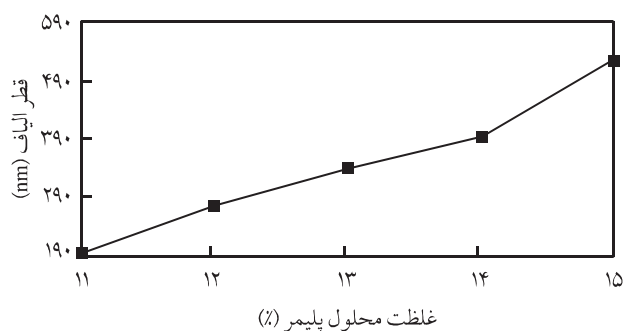
RMS <sup>۴</sup> (nm)	AMR <sup>۳</sup> (nm)	TPH <sup>۲</sup> (nm)	MH <sup>۱</sup> (nm)	زبری سطح ENT	قطر الیاف (nm)	غلظت محلول PAN (%)
۶۶/۸±(۱۷/۴)	۵۴/۶±(۱۵/۶)	۲۵۲/۷±(۵۴/۹)	۳۲۴/۴±(۵۸/۴)	۷۰۶±(۰/۱۲)	۱۹۵/۱±(۴۲)	۱۱
۱۵۳/۷±(۳۵/۷)	۱۲۷/۲±(۲۹/۹)	۵۶۹/۲±(۲۲۸/۶)	۷۴۷/۸±(۲۲۲)	۷۱±(۰/۲۳)	۲۷۷/۵±(۳۹/۹)	۱۲
۲۷۹/۲±(۵۰/۱)	۲۲۷/۶±(۴۵/۷)	۷۳۶/۷±(۲۴۶/۷)	۱۳۱۹±(۱۶۹/۱)	۷۳۷±(۰/۲۵)	۳۴۰/۶±(۵۴/۵)	۱۳
۳۳۳/۷±(۳۶)	۲۷۴/۴±(۴۱/۴)	۹۸۲±(۱۷۴/۶)	۱۵۶۹±(۱۶۶/۶)	۷۳۴±(۰/۲۳)	۳۹۴/۷±(۵۲/۸)	۱۴
۴۰۵/۸±(۹۲/۵)	۳۳۶/۶±(۸۷/۸)	۱۲۲۳±(۳۸۰/۵)	۱۸۹۸±(۵۰۰/۵)	۷۴۳±(۰/۲۷)	۵۲۳/۹±(۱۱۶/۹)	۱۵

(<sup>۱</sup>) بیشینه ارتفاع، (<sup>۲</sup>) متوسط حسابی ارتفاع ده نقطه، (<sup>۳</sup>) متوسط حسابی زبری سطح، (<sup>۴</sup>) ریشه میانگین مربعات زبری.

### نتایج و بحث

میانگین قطر نانوالیاف حاصل از محلول‌های پلیمری با غلظت‌های مختلف و انحراف معیار آنها در جدول ۱ مشاهده می‌شود. شکل ۴ نیز اثر غلظت محلول پلیمر را بر قطر نانوالیاف PAN نشان می‌دهد. با توجه به نتایج ملاحظه می‌شود، با افزایش غلظت محلول پلیمری به دلیل افزایش گرانشی آن، قطر الیاف افزایش یافته است. با افزایش غلظت محلول پلیمری از ۱۱ به ۱۵ درصد وزنی، متوسط قطر الیاف از ۱۹۵ به ۵۲۳ nm افزایش یافته است که با نتایج به دست آمده توسط سایر پژوهشگران نیز سازگار است [۸].

شکل ۵ نمونه‌ای از تصاویر SEM نانولایه‌های حاصل از محلول پلیمری PAN در DMF را با غلظت‌های ۱۱ و ۱۵ درصد وزنی نشان می‌دهد که برای اندازه‌گیری زبری سطح نانولایه‌ها به روش آنتروپی استفاده شده‌اند. میانگین زبری سطح حاصل از محاسبه آنتروپی نانولایه‌ها و انحراف معیار آنها در جدول ۱ ذکر شده است. در شکل ۶ نیز ارتباط بین قطر نانوالیاف و زبری سطح حاصل از آنتروپی نانولایه‌ها

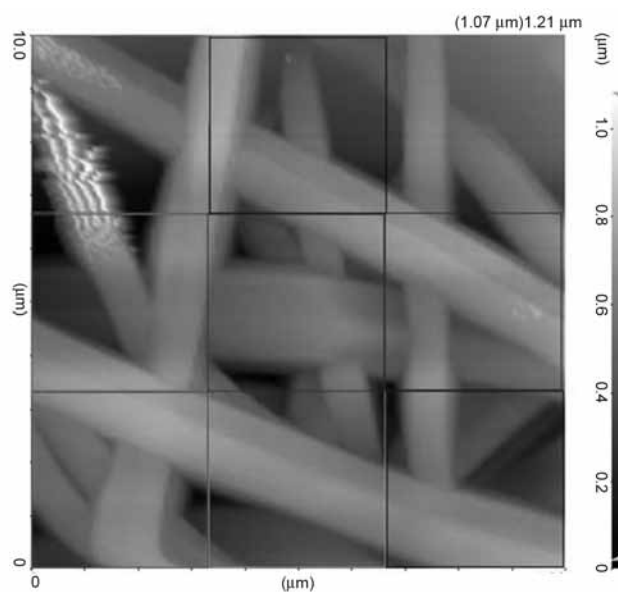


شکل ۴- اثر غلظت محلول پلیمر بر قطر الیاف.

نرم افزار DME-SPM مشخصه‌های زبری هر بخش جداگانه اندازه‌گیری شد. سپس، میانگین و انحراف معیار آنها محاسبه شد.

### بررسی‌های آماری

برای مقایسه نتایج و بررسی معنی دار بودن اختلاف‌ها، از تحلیل واریانس تک راهی در سطح معنی دار ۰/۰۵ استفاده شد. همچنین، از رگرسیون خطی برای تعیین مقدار هم بستگی بین نتایج استفاده شد و آزمون معنی دار بودن هم بستگی نتایج در سطح معنی دار ۰/۰۵ نیز مورد بررسی قرار گرفت.



شکل ۳- تصویر دو بعدی حاصل از میکروسکوپی نیروی اتمی نانولایه PAN با غلظت ۱۳ درصد وزنی.

بین زبری سطح نانولایه‌ها در سطح معنی دار ۰/۰۵ اختلاف معنی داری وجود دارد.

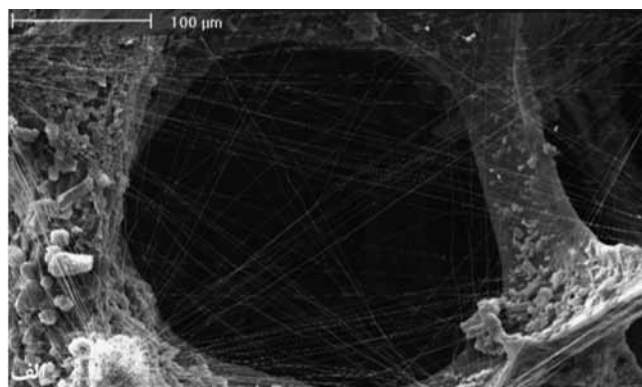
اگرچه بین قطر و زبری سطح نمونه‌ها ضریب هم‌بستگی ۰/۹۰ به دست آمده است و از نظر آماری نیز این هم‌بستگی معنی دار است، اما تابعیت زبری سطح بر حسب قطر نانوالیاف را می‌توان به شکل افزایش ملایم تا قطر ۳۰۰ nm و بعد افزایش شدید و رسیدن به یک ناحیه مسطح تعبیر کرد.

در ادامه پژوهش، برای ارزیابی زبری سطح با استفاده از روش AFM، برخی از مشخصه‌های زبری شامل: بیشینه ارتفاع تصویر (MH)، متوسط حسابی ارتفاع ده نقطه (TPH)، میانگین حسابی زبری (AMR) و ریشه میانگین مربعات زبری (RMS) نمونه‌ها با استفاده از نرم‌افزار DME-SPM محاسبه شدند. مشخصه میانگین حسابی زبری معادل کمیت‌های تعریف شده MAD و SMD هستند. بنابراین، در این پژوهش نیز به عنوان شاخص زبری سطح استفاده شده‌اند.

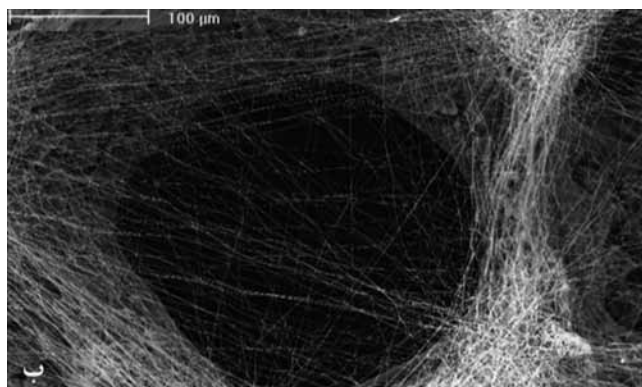
شکل ۷ الف تا ه تصاویر سه بعدی حاصل از سطح نانولایه‌ها را به وسیله AFM نشان می‌دهد. شدت رنگ در کنار هر تصویر نشان‌دهنده برش عمودی سطح است. نواحی روشن مربوط به بلندترین نقاط و نواحی تیره مربوط به فرورفتگی یا حفره‌ها هستند. مشخصه‌های زبری نانولایه‌ها همراه با انحراف معیار آنها در جدول ۱ درج شده است. بر اساس نتایج به دست آمده ملاحظه می‌شود، تمام مشخصه‌های زبری حاصل از AFM با افزایش غلظت محلول پلیمری و قطر الیاف، افزایش یافته‌اند.

با توجه به تصاویر سه بعدی و نتایج عددی زبری مشاهده می‌شود که ظریف‌ترین الیاف و صاف‌ترین سطح نانولایه مربوط به نمونه حاصل از محلول پلیمری با غلظت ۱۱ درصد وزنی است، در حالی که ضخیم‌ترین الیاف و زبرترین سطح نانولایه متعلق به نمونه تهیه شده از محلول پلیمری ۱۵ درصد وزنی است. سایر نمونه‌ها، قطر و زبری سطح بین این دو مقدار دارند. در بررسی‌های آماری انجام شده ملاحظه شد که ضریب هم‌بستگی ۰/۹۷، ۰/۹۸۸، ۰/۹۷۴ و ۰/۹۷ بین قطر نانوالیاف و به ترتیب مشخصه‌های RMS، TPH، AMR و MH مربوط به آنها وجود دارد.

با توجه به ضریب‌های هم‌بستگی به دست آمده می‌توان نتیجه گرفت که هر چهار مشخصه قابلیت خوبی در ارزیابی زبری سطح نانولایه‌ها دارند. در شکل ۸ ارتباط خطی بین قطر و مشخصه AMR نشان داده شده است. همچنین، نتایج زبری سطح حاصل از دو روش ENT و AFM مورد ارزیابی قرار گرفت و ملاحظه شد که بین نتایج حاصل از دو روش ضریب هم‌بستگی ۰/۹۴ وجود دارد (شکل ۹) و معنی دار بودن این هم‌بستگی به کمک بررسی آماری نیز تأیید شد. وجود این هم‌بستگی بیانگر قابلیت زیاد هر دو روش برای ارزیابی زبری سطح نانولایه‌هاست.



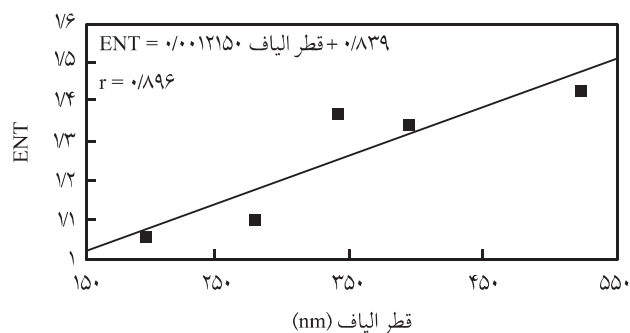
(الف)



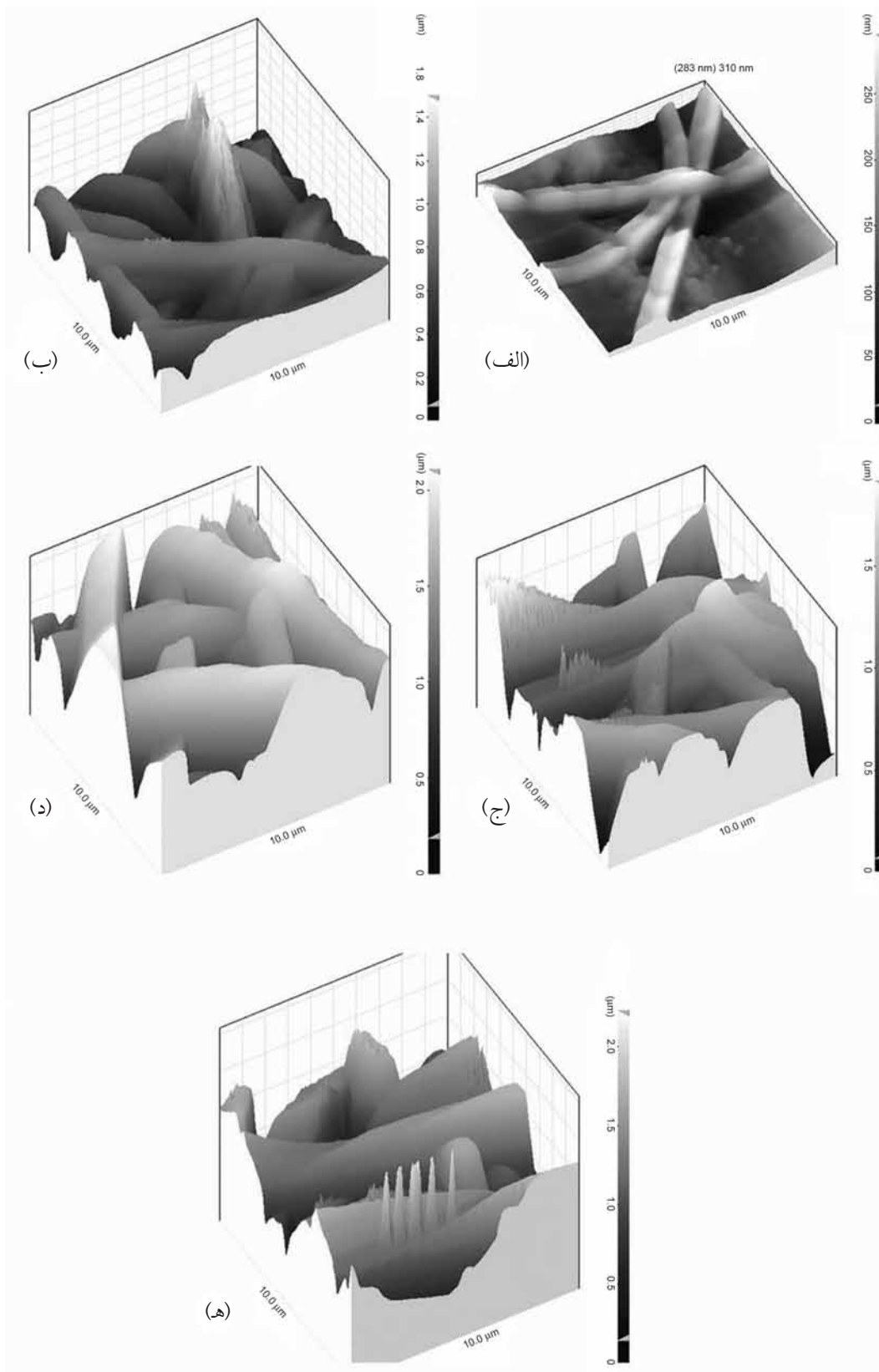
(ب)

شکل ۵ - تصویر میکروسکوپ الکترون پویشی نانولایه‌های PAN در غلظت‌های مختلف: (الف) ۱۱ درصد وزنی و (ب) ۱۵ درصد وزنی.

مشاهده می‌شود. با توجه به نتایج به دست آمده ملاحظه می‌شود که افزایش قطر نانوالیاف با افزایش آنترپی نانولایه‌ها همراه است و بررسی‌های آماری نیز وجود ارتباط خطی بین قطر و زبری سطح را تأیید کرده است. تجزیه و تحلیل‌های آماری انجام شده نیز نشان می‌دهند که



شکل ۶ - ارتباط قطر نانوالیاف و زبری سطح نانولایه با استفاده از روش آنترپی.



شکل ۷- تصاویر سه بعدی حاصل از میکروسکوپ نیروی اتمی نانولایه‌های PAN در غلظت‌های مختلف: (الف) ۱۱ درصد وزنی، (ب) ۱۲ درصد وزنی، (ج) ۱۳ درصد وزنی، (د) ۱۴ درصد وزنی و (ه) ۱۵ درصد وزنی.

## نتیجه گیری

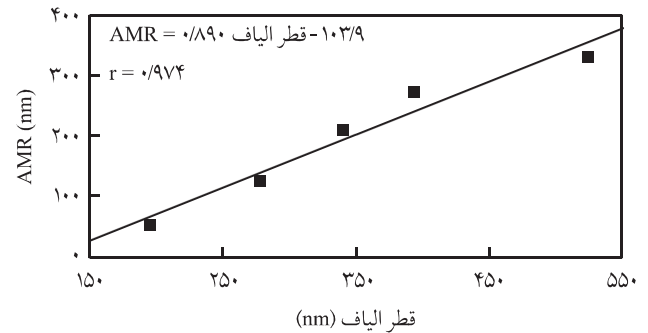
در این پژوهش، زبری سطح نانولایه‌های PAN به دوروش غیر تماسی آنتروپی و میکروسکوپی نیروی اتمی مورد ارزیابی قرار گرفت. با توجه به نتایج به دست آمده ملاحظه می‌شود که قطر نانوالیاف اثر زیادی بر زبری سطح نانولایه دارد، به طوری که با افزایش قطر نانوالیاف، زبری سطح نانولایه به مقدار قابل توجهی افزایش یافته است. نمونه‌های حاصل از الیاف ظریف‌تر سطحی صاف‌تر دارند، در حالی که نانولایه‌های تشکیل شده از الیاف ضخیم‌تر، سطحی زبرتر دارند. بررسی‌های آماری انجام شده نشان داد که ضریب هم‌بستگی بین قطر نانوالیاف و زبری سطح نانولایه‌ها بیش از ۰/۹۰ است. همچنین، بین نتایج حاصل از دوروش مورد ارزیابی، از نظر آماری توافق خوبی وجود دارد.

## قدردانی

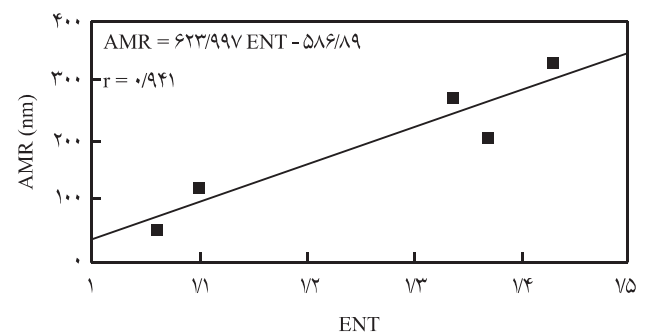
از حمایت‌های قطب علمی نانوفناوری در محیط زیست برای انجام این پژوهش و شرکت مهارفن ابزار در تهیه تصاویر میکروسکوپی نیروی اتمی تشکر و قدردانی می‌شود.

## مراجع

- 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.
- Ramakrishna S., Fujihara K., Teo W.E., Lim T.C., and Ma Z., *An Introduction to Electrospinning and Nanofibers*, World Scientific, Singapore, Chap. 1,7, 2005.
- Jalili R., Hosseini S.A.R. and Morshed M., The Effects of Operating Parameters on the Morphology of Electrospun Polyacrylonitrile Nanofiber, *Iran. Polym. J.*, **14**, 1074-1081, 2005.
- Deitzel J.M., Kleinmeyer J., Harris D. and Tan N.C.B., The Effect of Processing Variables on the Morphology of Electrospun Nanofibers and Textiles, *Polymer*, **42**, 261-272, 2001.
- Theron S.A., Zussman E. and Yarin A.L., Experimental Investigation of the Governing Parameters in the Electrospinning of Polymer Solutions, *Polymer*, **45**, 2017-2030, 2004.
- Gibson P., Schreuder-Gibson H. and Rivin D., Transport Properties of Porous Membranes Based on Electrospun Nanofibers, *Colloids and Surfaces A*, **187-188**, 469-481, 2001.
- Gibson P.W., Schreuder-Gibson H.L. and Rivin D., Electrospun Fibers Mats: Transport Properties, *AIChE J.*, **45**, 190-195, 1999.
- Ryu Y.J., Kim H.Y., Lee H.K., Park H.C. and Lee D.R., Transport Properties of Electrospun Nylon 6 Nonwoven Mats, *Eur. Polym. J.*, **39**, 1883-1889, 2003.
- Barhate R.S., Loong C.K. and Ramakrishna S., Preparation and Characterization of Nanofibrous Filtering Media, *J. Membr. Sci.*, **283**, 209-218, 2005.
- Borhani S., Hosseini S.A., Etemad G. and Morshed M., Investigation of Surface Properties of PAN Nanofiber Mats, *6th National Conference on Textile Engineering*, Isfahan, Iran, 7-8 May 2007.
- Borhani S., Hosseini S.A., Etemad S.G. and Militky J., Struc-



شکل ۸ - ارتباط قطر نانوالیاف و زبری سطح نانولایه با استفاده از میکروسکوپ نیروی اتمی.



شکل ۹ - ارتباط زبری سطح حاصل از روش آنتروپی و میکروسکوپی نیروی اتمی.



- tural Characteristics and Selected Properties of PAN Nanofiber Mats, *J. Appl. Polym. Sci.*, In Press, 2008.
12. Mizukoshi T., Matsumoto H., Minagawa M. and Tanioka A., Control over Wettability of Textured Surfaces by Electrospray Deposition, *J. Appl. Polym. Sci.*, **103**, 3811-3817, 2007.
  13. Kawabata S., *The Standardization and Analysis of Hand Evaluation*, The Textile Machinery Society of Japan, Japan, Chap. 4, 2nd ed., 1980.
  14. Militky J. and Bajzik V., Surface Roughness and Fractal Dimension, *J. Text. Inst.*, **92**, 1-24, 2002.
  15. Militky J. and Bajzik V., Characterization of Textiles Surface Roughness, *Proceeding of 7th International Asian Textile Conference*, Hong Kong, August 2001.
  16. Mazal M. and Militky J., Image Analysis Method of Surface Roughness Evaluation, *3rd International Textile Clothing and Design Conference-Magic World of Textiles*, Dubrovnik Croatia, 8-11 October, 2006.
  17. Park K.H., Kwon Y.H. and Oh K.W., The Surface Roughness Measurement for Textiles Fabrics by Non-Contact Method for Tactile Perception, *6th Asian Design International Conference*, 14-17 October, 2003.
  18. Wong W., Chan K., Yeung K.W. and Lau K.S., Surface Structure of Poly(ethylene terephthalate) by UV Excimer Laser, *J. Mater. Proc. Technol.*, **132**, 114-118, 2003.
  19. Bowen W.R. and Doneva T.A., Atomic Force Microscopy Studies of Nanofiltration Membranes: Surface Morphology, Pore Size Distribution and Adhesion, *Desalination*, **129**, 163-172, 2000.
  20. Mohri M., Hosseini Ravandi S.A. and Youssefi M., Objective Evaluation of Wrinkled Fabric Using Radon Transform, *J. Text. Inst.*, **96**, 365-370, 2005.
  21. Haralick R.M., Shanmugam K. and Dinstein I., Textural Features for Image Classification, *IEEE Transactions on Systems, MAN, and Cybernetics, SMC-3*, **6**, 610-621, 1973.
  22. Tsai I.S., Lin C.H. and Lin J.J., Applying an Artificial Neural Network to Pattern Recognition in Fabric Defects, *Text. Res. J.*, **65**, 23-130, 1995.
  23. Thorr F., Adolphe D. and Drean J.Y., Study of Nonwoven Mass Reorganization under Tensile Stress Thanks to a New Optical Sensor and Image Analysis, *Sensors and Actuators A: Phys.*, **62**, 565-570, 1997.
  24. Zolfaghari A., Almasi M., Marashi P., Najba M. and Seifi O., *Scanning Probes Microscopy: The Lab on a Tip*, Peyke Nour, Tehran, 1385.