

## تهیه و بررسی نانوالیاف الکترورسی شده پلی وینیل الکل و نانوکریستال سلولز

هادی اشتری<sup>۱</sup>، مهدی جنوبی<sup>۲</sup>، مریم یوسفزاده<sup>۳</sup> و یحیی همزه<sup>۴\*</sup>

۱- دانشجوی دکتری، گروه علوم و صنایع چوب و کاغذ، دانشکده منابع طبیعی دانشگاه تهران، کرج، ایران

۲- دانشیار، گروه علوم و صنایع چوب و کاغذ، دانشکده منابع طبیعی دانشگاه تهران، کرج، ایران

۳- استادیار، دانشکده مهندسی نساجی، دانشگاه صنعتی امیرکبیر، تهران، ایران

۴\* - نویسنده مسئول، استاد، گروه علوم و صنایع چوب و کاغذ، دانشکده منابع طبیعی دانشگاه تهران، کرج، ایران. پست الکترونیک: hamzeh@ut.ac.ir

تاریخ دریافت: خرداد ۱۳۹۷ تاریخ پذیرش: آبان ۱۳۹۷

### چکیده

در این پژوهش نانوالیاف کامپوزیتی پلی وینیل الکل (PVA) و نانوکریستال سلولزی (CNC) با فرایند الکترورسی تهیه شدند. برای انحلال پلیمر PVA از آب یونزدایی شده استفاده شد و از بین غلظت‌های ۴، ۶، ۸ و ۱۰ درصد وزنی PVA، لیاف سالم در غلظت ۸ درصد تولید گردید. برای تولید نانوالیاف با استحکام بیشتر، CNC در مقادیر ۰/۵، ۱، ۱/۵ و ۲ درصد بر اساس درصد وزنی PVA به محلول پلیمر افزوده شد و طراحی آزمایش براساس روش تاگوچی برای رسیدن به قطر کمتر از ۱۰۰ نانومتر، با متغیرهای ولتاژ الکتریکی، فاصله الکترورسی، سرعت تغذیه محلول و غلظت CNC انجام شد. برای مقاوم‌سازی نانو لیاف در برابر آب از گلو تار آلدهید (GA) به عنوان پیونددهنده عرضی استفاده شد. ویژگی‌های مرفولوژیکی و سطحی لیاف با میکروسکوپ‌های FESEM و SEM بررسی شد. برای بررسی برهم‌کنش‌های شیمیایی مواد از FTIR و از آزمون استحکام کششی برای بررسی خواص استحکامی کامپوزیت نانوالیاف استفاده شد. بر اساس نتایج، نانوالیاف با میانگین قطر  $16 \pm 87$  نانومتر در غلظت ۰/۵ درصد CNC به دست آمد. در اثر افزودن نانوکریستال، مدول الاستیسیته نانوکامپوزیت‌ها افزایش و تخلخل آنها کاهش یافت. غوطه‌وری نانوکامپوزیت‌ها در محلول گلو تار آلدهید و اکسیدگی نانوکامپوزیت‌ها را کاهش داد و مانع از انحلال و پراکندگی آنها در آب شد.

واژه‌های کلیدی: نانوکامپوزیت، نانوالیاف، نانوکریستال سلولز، پلی وینیل الکل، الکترورسی.

### مقدمه

نانوالیاف به دلیل سطح ویژه زیاد، انعطاف‌پذیری و سایر ویژگی‌های دیگر در زمینه‌های تحقیقاتی و صنعتی بسیار مورد توجه هستند. روش‌های متنوعی برای تولید نانوالیاف مثل: جداسازی فاز<sup>۱</sup>، دمیدن محلول<sup>۲</sup>، سنتز قالب<sup>۳</sup>، خودآرایی<sup>۴</sup> و الکترورسی<sup>۵</sup> وجود دارند

نانوکامپوزیت‌ها به عنوان ساختارهایی با ویژگی‌های یک پارچه، ساختار توسعه یافته و پایداری بیشتر به جای کامپوزیت‌هایی که دارای محدودیت‌های زیادی هستند، توسعه یافته‌اند (Camargo, 2009). در میان نانو ساختارهایی که برای تولید نانوکامپوزیت‌ها استفاده می‌شوند، بیشترین پژوهش‌ها بر روی نانوالیاف، نانوذرات، نانولوله‌ها و نانوسیم‌ها انجام می‌شود (Chang, 2009).

1-Phase separation  
2-Solution blowing  
3-Template synthesis  
4-Self-assembly  
5-Electrospinning

(Deitzel *et al.*, 2001). اگر غلظت اندکی افزایش یابد، نانوالیاف حاوی گره‌هایی<sup>۳</sup> بوجود خواهد آمد (Liu & Kumar, 2005). Lee و همکاران (۲۰۰۳) دریافتند هنگامی که غلظت در حد بهینه و مناسبی باشد، نیروهای ویسکوالاستیک بر نیروی کشش سطحی چیره شده و اتصالات و کشش کافی بین زنجیرهای مولکولی اتفاق می‌افتد و در این حالت نانوالیاف سالم با پیوستگی طولی و یکنواختی در قطر تشکیل می‌شود.

از پلیمرهای متفاوتی همانند پلی وینیل الکل، پلی آکریل آمید، پلی وینیل پرولیدون، پلی آکرلیک اسید، پلی اتیلن گلیکول، پلی اتیلن ایلین و سایر پلیمرهای مصنوعی برای تولید نانوکامپوزیت‌های پلیمری با روش الکتروریسی استفاده می‌شود. بدین منظور از حلال‌های مختلفی مانند آب، دی‌متیل فرم‌آمید، استن و انواع حلال‌های قطبی، غیرقطبی، آلی و غیر آلی، با توجه به نوع پلیمر و کامپوزیت مورد نظر استفاده می‌شود (Dasari & Njuguna, 2016). یکی از فراوان‌ترین پلیمرهای مصنوعی پرکاربرد ساخته بشر است که با قیمتی کم در دسترس است. این پلیمر خطی به علت داشتن گروه‌های هیدروکسیل زیاد آبدوست است و تحت شرایطی در آب حل می‌شود که کاربردهای گسترده‌ای در الکتروریسی را اخیراً به خود اختصاص داده است (Qin & Wang, 2012; Lee & Deng, 2008). از دیگر ویژگی‌های مهم PVA می‌توان به خواص فیزیکی مطلوب و مقاومت شیمیایی، ارزان بودن و زیست تخریب پذیر بودن آن اشاره کرد که سبب افزایش کاربرد این پلیمر در تولید انواع نانو ساختارها و نانوکامپوزیت‌ها شده است (Thomas & Cebe, 2017). مهمترین عیب این پلیمر، انحلال پذیری دوباره کامپوزیت حاصل از آن در صورت تماس با آب است؛ برای رفع این اشکال از انواع روش‌های شیمیایی، تابشی و گرمایی ایجاد پیوندهای عرضی در پلیمر استفاده می‌شود (Song *et al.*, 2016; Kamoun *et al.*, 2015).

(Kimura *et al.*, 2016). الکتروریسی به علت ویژگی‌های عملیاتی منحصربه‌فرد، سهولت استفاده از مواد مختلف مثل سرامیک‌ها و پلیمرها، تولید الیاف با الگوها و مرفولوژی‌های متنوع، پذیرفته‌ترین و بهترین روش تولید نانوالیاف در مراکز صنعتی و پژوهشی است (Afshari, 2016).

الکتروریسی فرایندی است که در آن الیاف با دامنه قطر نانومتر تا میکرومتر تشکیل می‌شوند. الکتروریسی بر اساس ویژگی‌های پلیمر مورد استفاده به دو گروه الکتروریسی محلول<sup>۱</sup> و الکتروریسی مذاب<sup>۲</sup> تقسیم می‌شود. عمده‌ترین روش، الکتروریسی محلول است و الکتروریسی مذاب برای تولید نانوالیاف از پلیمرهای ترموپلاستیک استفاده می‌کند. کاربرد عمده الکتروریسی محلول در مهندسی بافت، تولید غشاء، سیستم‌های انتقال دارو، تولید نشانگرهای زیستی، حسگرها و سایر زمینه‌های علمی است (Lin, 2011). در الکتروریسی پارامترهای زیادی همانند ویژگی‌های مرتبط با دستگاه (فاصله سوزن تا جمع‌کننده، ولتاژ مورد استفاده، سرعت جریان خروجی محلول از سوزن و نوع جمع‌کننده) و ویژگی‌های محلول (نوع و مشخصات پلیمر، غلظت، کشش سطحی و هدایت الکتریکی محلول) و عوامل محیطی (دما و رطوبت) اثرگذار هستند. در یک پلیمر مشخص، غلظت آن مهمترین نقش را در شکل‌گیری الیاف دارد و سایر ویژگی‌های کلیدی محلول (ویسکوزیته و کشش سطحی) را متأثر می‌کند (Afshari, 2016). هنگامی که پلیمر در مقادیر کم غلظت استفاده می‌شود، نیروی کشش سطحی آن بسیار کمتر از نیروهای میدان الکتریکی خواهد بود و الیاف تشکیل نمی‌شود (Fong & Reneker, 1999). در این حالت، ویسکوزیته محلول در کمترین و کشش سطحی محلول پلیمر در بیشترین مقدار خواهد بود و به جای تشکیل نانوالیاف، اسپری شدن محلول رخ داده و قطره‌ها بوجود می‌آیند

1-Solution electrospinning  
2-Melt electrospinning

روش هیدرولیز اسیدی در آزمایشگاه فراورده‌های جنگلی آمریکا<sup>۱</sup> استفاده شد. قطر و طول این ذرات به ترتیب ۷ و ۱۵۴ نانومتر و درصد وزنی گوگرد آن ۰/۸۱ درصد ارزیابی شده است (Kaboorani & Riedl, 2015).

#### آماده‌سازی محلول الکتروریسی نانوالیاف

ابتدا محلول PVA در آب یون‌زدایی‌شده در چهار سطح ۴، ۶، ۸ و ۱۰ درصد وزنی، در دمای ۹۰ درجه سلسیوس به مدت ۳ ساعت و با سرعت ۱۰۰ دور بر دقیقه و بعد در دمای اتاق به مدت ۲۰ ساعت و با سرعت ۱۴۰۰ دور بر دقیقه با همزن مغناطیسی ساخت شرکت Heldolph مدل MR Hei- Standard آلمان تهیه شد. فرایند الکتروریسی از محلول‌های تهیه‌شده با استفاده از دستگاه الکتروریسی مونتاژشده در دانشگاه صنعتی امیرکبیر با پمپ تزریق مدل Ms-2200 شرکت Medifusion ساخت کشور آمریکا، منبع تأمین ولتاژ دستگاه مدل HV50P OC با توان خروجی ۵۰ کیلوولت شرکت فناوری نانو مقیاس ساخت ایران و جمع‌کننده غلظتی با سرعت ۱۱۰۰ دور بر دقیقه انجام شد. از سرنگ‌هایی با ظرفیت ۱ میلی‌لیتر و سوزن‌هایی با قطر داخلی ۰/۴۱ میلی‌متر به طول ۴ سانتی‌متر استفاده شد. برای به‌دست‌آوردن نانوالیاف سالم با میانگین قطر کمتر از ۱۰۰ نانومتر، صرفه‌جویی در زمان و هزینه و تولید نانوالیاف سالم و عاری از گره و یافتن بهترین سطح غلظت پلیمر، ابتدا پیش‌آزمون‌هایی انجام شد و مشخص گردید که تهیه الیاف سالم از PVA با غلظت ۸ درصد محلول آبی PVA، فاصله جمع‌کننده تا سوزن ۱۲ تا ۲۰ سانتی‌متر، میزان تزریق محلول پلیمر ۰/۲۵ تا ۰/۳۵ میلی‌لیتر بر ساعت و ولتاژ ۱۸ تا ۲۲ کیلوولت امکان‌پذیر است؛ بنابراین در مرحله بعد برای تهیه نانوالیاف CNC/PVA با قطر کمتر از ۱۰۰ نانومتر، در چهار سطح ۰/۵، ۱، ۱/۵ و ۲ درصد وزنی PVA به محلول ۸

از سوی دیگر، برای تقویت ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی کامپوزیت‌های حاصل از PVA از موادی مانند سیلیکات، نانوذرات کادمیوم سولفید، نانوکریستال‌های سلولزی (CNC) و نانولوله‌های کربنی استفاده می‌شود (Chang, 2009). یکی از مزیت‌های مهم CNC در تولید نانوکامپوزیت‌ها، برهم‌کنش آن با دامنه گسترده‌ای از مواد پلیمرهاست (Pandey et al., 2015). CNC با طول ۳۰۰-۱۰۰ نانومتر و قطر ۱۰-۳ نانومتر به دلیل ویژگی‌های منحصربه‌فرد مکانیکی، دانسیته کم ( $1/5 \text{ g/cm}^3$ )، سطح ویژه زیاد، زیست‌تخریب‌پذیری و ویژگی‌های حرارتی اهمیت ویژه‌ای در حوزه‌های علمی و صنعتی دارد (Jawaid, 2017).

با توجه به موارد مذکور باید گفت که ناپایداری نانوالیاف الکتروریسی‌شده حاصل از PVA و مقاومت کم کامپوزیت‌ها و فیلم‌های حاصل از این نوع الیاف از مهمترین مشکلات این نوع مواد سازگار با محیط‌زیست است. از این رو در این تحقیق از نانوذرات CNC برای تقویت نانوالیاف PVA و از گلو تار آل‌دیید (GA) برای ایجاد پیوندهای عرضی در زنجیر پلیمری استفاده شد و اثر متغیرهای عملیاتی الکتروریسی بر روی خواص آناتومیکی، پایداری آنها در محیط آبی و خواص مقاومتی کامپوزیت حاصل بررسی شده است. در این پژوهش، یافتن شرایط بهینه تولید الیاف با قطر کمتر از ۱۰۰ نانومتر با استفاده از طرح آزمایش به روش تاگوچی با کمک نرم‌افزار Minitab انجام شد.

#### مواد و روش‌ها

پلیمر PVA با وزن مولکولی  $72000 \text{ g/mol}$  و درجه هیدرولیز ۹۷/۵-۹۹/۵ درصد از شرکت سیگما آلدریج تهیه شد. از محلول گلو تار آل‌دهید با غلظت ۵۰ درصد محلول در آب دی‌یونیزه شرکت Daejungchem کره جنوبی، اسید هیدروکلریدریک ۳۷ درصد در آب و استن ۹۹/۹ درصد شرکت Merck استفاده شد. در این پژوهش از پودر خشک نانوکریستال‌های سلولزی تولیدشده با

تاگوچی انجام شد و جدول شماره ۱ به عنوان خروجی، آزمایش شد.

درصد PVA/آب اضافه شد. با توجه به پارامترهای الکتروریسی، طراحی آزمایش هایی برای تهیه نانوالیاف حاوی CNC با قطر کمتر از ۱۰۰ نانومتر بر اساس آزمون

جدول ۱- طرح آزمایش برای تولید نانوالیاف CNC/PVA با قطر کمتر از ۱۰۰ نانومتر

ولتاژ (کیلوولت)	میزان تزریق پلیمر (میلی لیتر بر ساعت)	فاصله جمع کننده تا سوزن (سانتی متر)	شماره تیمار
۱۸	۰/۲۵	۱۲	۱
۱۸	۰/۳	۱۶	۲
۱۸	۰/۳۵	۲۰	۳
۲۰	۰/۳	۱۲	۴
۲۲	۰/۲۵	۱۶	۵
۲۰	۰/۲۵	۲۰	۶
۲۲	۰/۳۵	۱۲	۷
۲۰	۰/۳۵	۱۶	۸
۲۲	۰/۳	۲۰	۹

در دمای اتاق در بوکال های استوانه ای قرار داده شدند. سپس برای خروج محلول اضافی از ساختار آنها، نمونه ها با استن چندین بار شسته شده و برای تبخیر استن باقی مانده، نمونه ها در محیط باز قرار گرفتند.

تعیین ویژگی های مرفولوژیکی نانوالیاف و نانوکامپوزیت برای اطمینان از یکنواختی و عدم وجود گره در الیاف الکتروریسی شده از میکروسکوپ نوری Dino-Lite ساخت تایوان با بزرگنمایی  $220\times$  استفاده شد. همچنین، مرفولوژی و قطر نانوالیاف با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) شرکت سرون کشور کره جنوبی مدل AIS2100 و میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی (FE-SEM) مدل MIRA3TESCAN-XMU شرکت TESCAN جمهوری چک، بررسی و اندازه گیری شدند. تعیین ابعاد نانوالیاف با استفاده از نرم افزار ImageJ انجام شد.

محلول های PVA حاوی CNC به مدت ۲۴ ساعت در دمای اتاق تحت همزن مغناطیسی قرار گرفتند و پس از آن برای حذف حباب های هوا و کلوخه های احتمالی، این محلول ها با همزن فراصوت مدل PARSONIC 15S شرکت مهندسی پارس نهاد ساخت ایران، به مدت ۱ ساعت تیمار شدند.

تهیه نانوکامپوزیت PVA/CNC مقاوم به آب مقاوم سازی نانوالیاف PVA/CNC در برابر آب بر اساس روش غوطه وری در محلول اسیدی گلو تار آلدهید در استن انجام شد. برای این منظور محلولی به حجم ۲۰۰ میلی لیتر شامل استن (۹۲ درصد حجمی)، گلو تار آلدهید ۰/۱ مولار (۷ درصد حجمی) و اسید هیدروکلریدریک ۰/۰۱ نرمال (۱ درصد حجمی) تهیه شد و لایه های نانولیفی الکتروریسی شده به مدت ۴۸ ساعت برای انجام واکنش و

بررسی مدول الاستیسیته، کرنش و استحکام کششی نانوکامپوزیت‌ها

با استفاده از دستگاه مقاومت کششی مدل H 1730 شرکت Instron آمریکا نمونه‌های نانوکامپوزیت با عرض ۵ میلی‌متر و طول ۲ سانتی‌متر مورد آزمون کششی قرار گرفتند و مدول الاستیسیته آنها محاسبه شد. سرعت بارگذاری ۵ میلی‌متر در دقیقه و مقدار حساسیت حسگر دستگاه ۵۰ نیوتن بود.

#### بررسی تغییرات شیمیایی

برای بررسی تغییرات شیمیایی در پلیمر، تشکیل پیوندهای عرضی و همچنین بررسی ساختار شیمیایی اولیه CNC و PVA از روش طیف‌سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز (FTIR) با دستگاه مدل Nexus شرکت Nicolet آمریکا استفاده شد. برای تحلیل طیف‌های حاصل از نرم‌افزار IRPal استفاده شد.

### نتایج

#### مرفولوژی نانوالیاف PVA

از مهمترین اصول فرایند الکتروریسی، تولید الیافی بدون گره، با قطر و ساختاری یکنواخت است. شکل ۱ تصاویر میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی (FESEM) الیاف سالم و با قطر یکنواخت حاصل از محلول PVA را با غلظت ۸ درصد نشان می‌دهد. پس از تولید نانوالیاف PVA بدون گره، رسیدن به نانوالیاف حاصل از ترکیب PVA و CNC با قطر کمتر از ۱۰۰ نانومتر اولویت بعدی این پژوهش بود؛ بنابراین، نانوالیاف از محلول ۸ درصد PVA با شرایط مندرج در جدول ۱ و با مقادیر صفر، ۰/۵، ۱، ۱/۵ و ۲ درصد CNC تولید شد که نتایج مربوط به قطر نانوالیاف حاصل در جدول ۲ ارائه شده است. مشخص است که با تغییر شرایط الکتروریسی، تغییرات قطر الیاف از روند مشخصی پیروی نمی‌کند. با کاربرد ۰/۵ درصد CNC، قطر الیاف حاصل در مقایسه با نمونه‌های بدون CNC کاهش یافته

بررسی عدم انحلال‌پذیری نانوکامپوزیت مقاوم شده برای بررسی عملکرد فرایند ایجاد پیوند عرضی، ظرفیت جذب آب و عدم انحلال‌پذیری نانوکامپوزیت‌ها، از روش وزن‌سنجی استفاده شد (Wang, 2005). برای توزین نمونه‌ها از ترازوی مدل GF-200 شرکت AND ژاپن استفاده شد. ابتدا تعداد ۵ نمونه از هر تیمار توزین ( $w_0$ ) و بعد به مدت ۴۸ ساعت در آب و در دمای اتاق قرار داده شد. پس از خروج از آب، نمونه‌ها با استفاده از کاغذ صافی به سرعت خشک‌شده و دوباره توزین گردیدند ( $w_s$ ) و به مدت ۲۴ ساعت تحت خلأ برای خروج آب اضافی قرار گرفته و بعد توزین شدند ( $w_d$ ). در نهایت با روابط ۱ و ۲ درصد افت وزن ( $r$ ) و ظرفیت جذب آب ( $q$ ) نانوکامپوزیت‌ها محاسبه شد:

$$r = \frac{w_0 - w_d}{w_0} \times 100 \quad \text{رابطه (۱)}$$

$$q = (w_s - w_d) / w \quad \text{رابطه (۲)}$$

#### اندازه‌گیری تخلخل نانوکامپوزیت‌ها

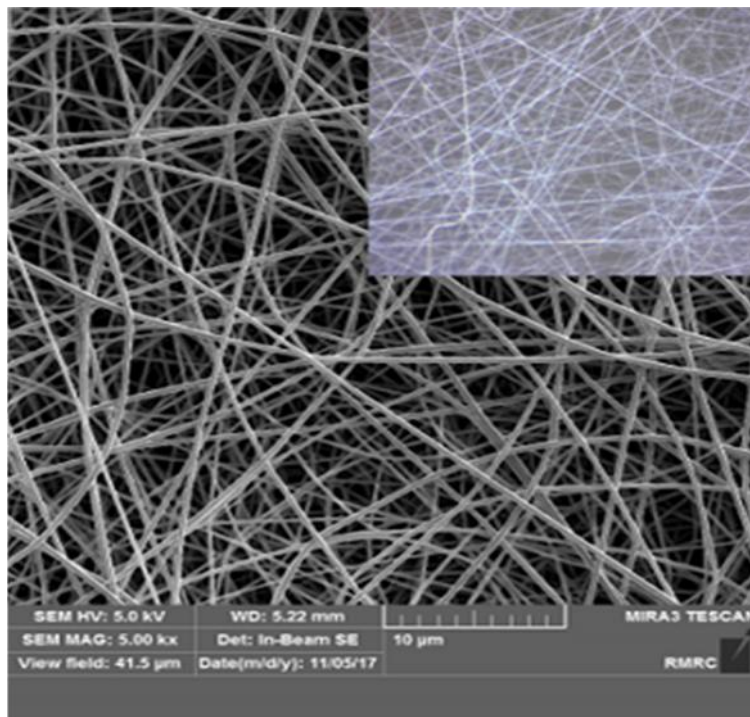
برای اندازه‌گیری تخلخل کامپوزیت‌های نانولیفی از رابطه ۳ استفاده شد (Wang, 2005):

$$Porosity = \left(1 - \frac{\rho}{\rho_0}\right) \times 100 \quad \text{رابطه (۳)}$$

که در آن  $\rho$  دانسیته ظاهری کامپوزیت‌ها و  $\rho_0$  دانسیته ذاتی PVA/CNC است که بر اساس درصد وزنی PVA و CNC در هر کامپوزیت بر اساس رابطه زیر محاسبه می‌شود. دانسیته ظاهری = {دانسیته CNC خالص (۱/۵) × درصد CNC در کامپوزیت} + {دانسیته PVA (۱/۲۶) × درصد PVA در کامپوزیت} تعیین حجم کامپوزیت‌ها بر اساس اندازه‌گیری طول، عرض و ضخامت نانوکامپوزیت‌ها انجام شد (Wang, 2005).

۸ و ۹ با کاربرد ۰/۵ درصد CNC منجر به تولید نانوالیافی با قطر کمتر از ۱۰۰ نانومتر شده‌اند (جدول ۲).

است، اما در درصدهای بیشتر CNC قطر نانوالیاف افزایش یافته است. همان‌طور که مشخص است تیمارهای

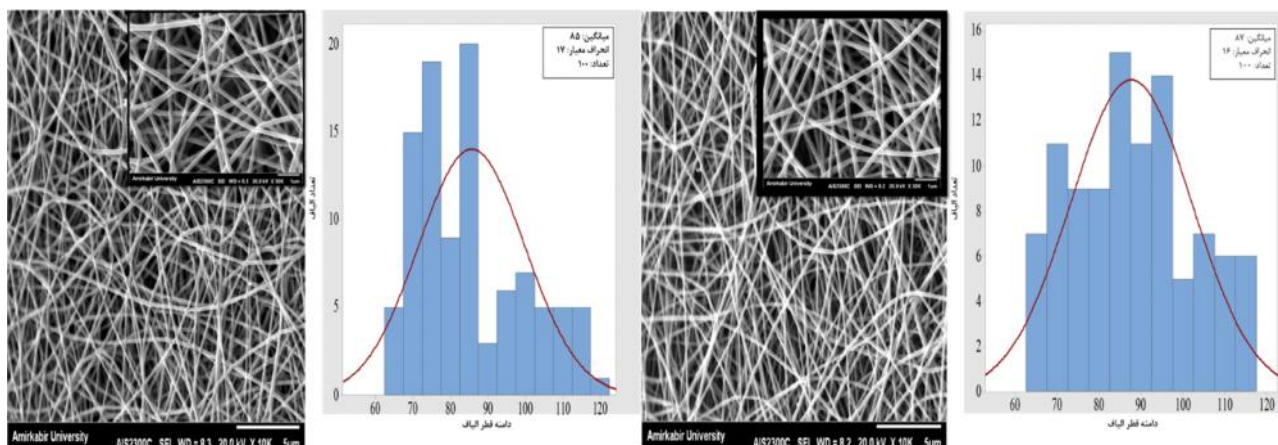


شکل ۱- تصویر میکروسکوپ نوری نانوالیاف بدون گره PVA با بزرگنمایی ۲۲۰ برابر و تصویر FESEM با بزرگنمایی ۵۰۰۰ برابر

جدول ۲- قطر نانوالیاف PVA/CNC حاصل از تیمارهای مختلف (نانومتر)

مقادیر CNC در نانوالیاف PVA/CNC (%)					شماره تیمار
۲	۱/۵	۱	۰/۵	۰	
۱۹۴±۲۴	۱۴۸±۲۰	۱۴۴±۱۷	۱۳۹±۲۳	۱۳۳±۱۹	۱
۱۶۲±۲۳	۱۳۷±۲۱	۱۵۱±۲۰	۱۱۵±۲۱	۱۴۵±۲۰	۲
۱۷۵±۲۲	۱۲۴±۲۰	۱۵۳±۱۹	۱۴۲±۲۱	۱۶۳±۲۳	۳
۱۴۰±۱۹	۱۴۴±۲۲	۱۲۵±۱۷	۱۲۹±۲۰	۱۱۴±۱۹	۴
۱۶۷±۱۸	۱۲۶±۲۱	۱۴۱±۲۲	۱۱۶±۱۹	۱۸۳±۲۲	۵
۱۶۱±۲۰	۱۳۲±۲۴	۱۳۱±۲۰	۱۱۸±۲۰	۱۲۶±۲۰	۶
۱۳۲±۲۱	۱۲۱±۲۱	۱۲۱±۲۰	۱۰۲±۲۲	۱۴۸±۱۹	۷
۱۳۶±۲۳	۱۱۵±۱۹	۱۱۷±۱۹	۸۵±۱۷	۱۰۹±۲۰	۸
۱۵۲±۱۷	۱۱۸±۲۳	۱۱۳±۲۰	۸۷±۱۶	۱۰۸±۲۳	۹

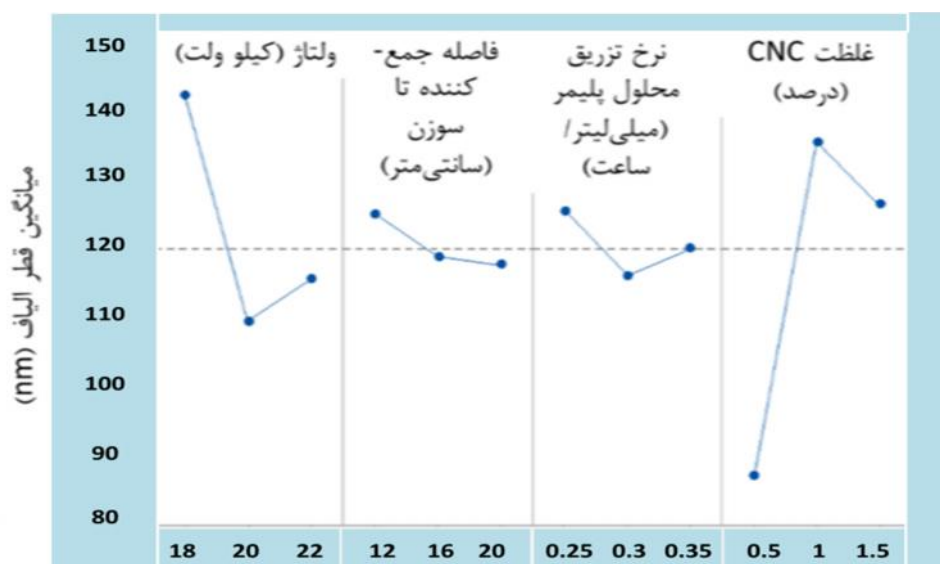
در شکل ۲ تصاویر SEM و نمودار توزیع فراوانی قطر نانوالیاف حاصل از تیمارهای شماره ۸ و ۹ حاوی ۰/۵ درصد CNC نشان داده شده است.



شکل ۲- تصاویر SEM در دو بزرگ‌نمایی ۱۰ هزار و ۳۰ هزار برابر و نمودار فراوانی قطر نانوالیاف در تیمار شماره ۹ (تصویر راست) و تیمار شماره ۸ (تصویر چپ)

در رتبه دوم ولتاژ قرار دارد و میزان تزریق پلیمر و فاصله جمع‌کننده تا سوزن کمترین اثر را بر روی قطر نانوالیاف دارد (شکل ۳).

بر اساس نتایج تحلیل تاگوجی بررسی اثر مستقل هر فاکتور بر قطر نانوالیاف بررسی شد و مشخص شد که مهمترین فاکتور اثرگذار بر قطر نانوالیاف مقدار CNC است و



شکل ۳- پارامترهای اثرگذار روی میانگین قطر نانوالیاف

مقاوم‌سازی نانوکامپوزیت‌ها در برابر آب  
 نانوالیاف تولیدشده بر اساس شرایط تیمار شماره ۸  
 جدول ۱ و مقادیر مختلف CNC با محلولی حاوی GA

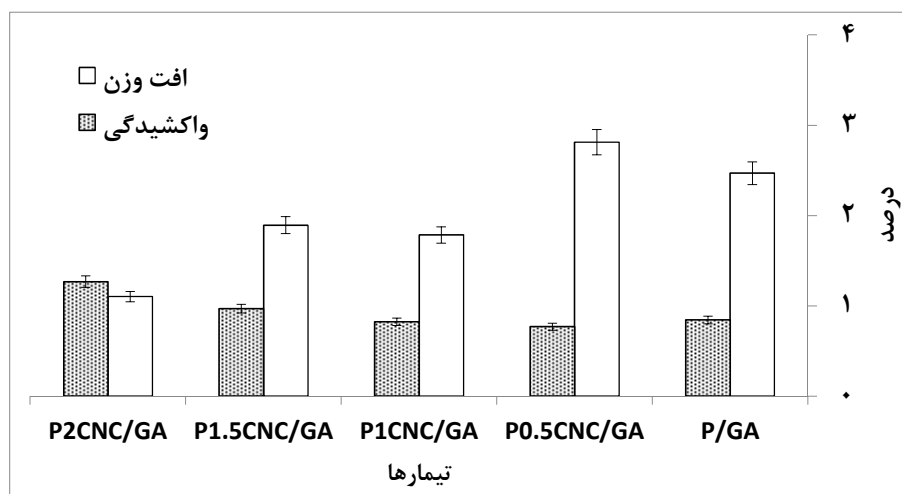
تیمار شدند. کدگذاری تیمارها برای نمونه‌های تیمارشده و  
 نشده با GA به صورت جدول شماره ۳ است.

جدول ۳- کدگذاری تیمارها

شرایط	کد تیمار
پلی‌وینیل الکل	P
پلی‌وینیل الکل + ۰/۵ درصد نانوکریستال	P0.5CNC
پلی‌وینیل الکل + ۱ درصد نانوکریستال	P1CNC
پلی‌وینیل الکل + ۱/۵ درصد نانوکریستال	P1.5CNC
پلی‌وینیل الکل + ۲ درصد نانوکریستال	P2CNC
پلی‌وینیل الکل تیمارشده با گلو تار آلدهید	P/GA
پلی‌وینیل الکل + ۰/۵ درصد نانوکریستال تیمارشده با گلو تار آلدهید	P0.5CNC/GA
پلی‌وینیل الکل + ۱ درصد نانوکریستال تیمارشده با گلو تار آلدهید	P1CNC/GA
پلی‌وینیل الکل + ۱/۵ درصد نانوکریستال تیمارشده با گلو تار آلدهید	P1.5CNC/GA
پلی‌وینیل الکل + ۲ درصد نانوکریستال تیمارشده با گلو تار آلدهید	P2CNC/GA

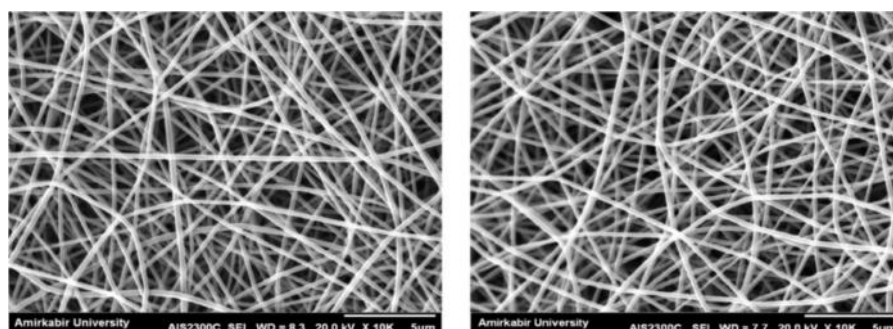
دادند (شکل ۴). همچنین، بررسی‌های تصاویر میکروسکوپ الکترونی (شکل ۵) نشان داد که غوطه‌ور کردن نانوالیاف در محلول گلو تار آلدهید سبب حفظ ساختار نانوالیاف و کاهش شدید واکنش‌دهی ساختاری شده است.

وقتی که نانوالیاف تیمارنشده با GA در معرض آب قرار داده شدند، در طی مدت زمان ۴۸ ساعت به طور کامل حل گردیدند؛ اما نانوالیافی که با GA تیمار شده بودند، درصد افت وزن (r) و ظرفیت جذب آب (q) بسیار کمتری را نشان



شکل ۴- نتایج حاصل از آزمون واکنش‌دهی و افت وزن نانوکامپوزیت‌ها





ب

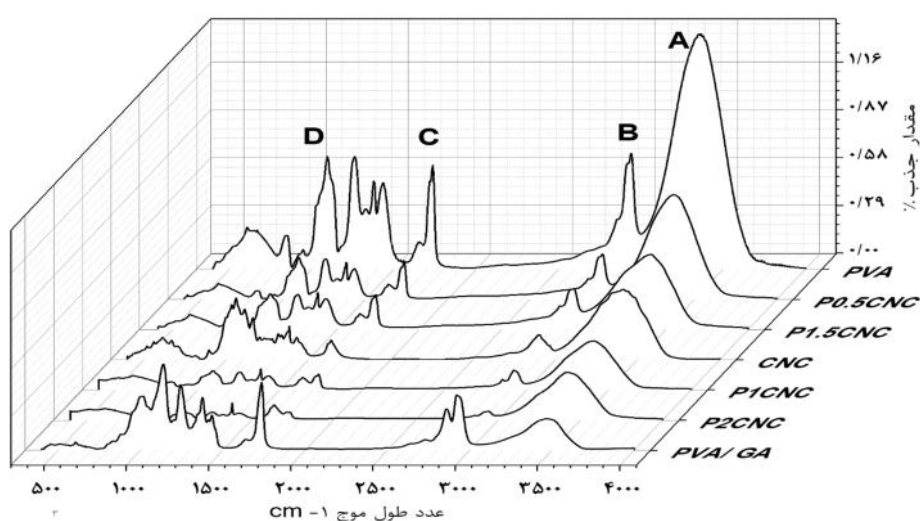
الف

شکل ۵- تصاویر FE-SEM و مقایسه مرفولوژی نانوالیاف تیمار شده با گلو تار آلدهید (الف) و نانوالیاف تیمار نشده (ب) با بزرگ‌نمایی ۳۰ هزار برابر

### طیف‌سنجی FTIR

همان‌طور که در شکل شماره ۶ مشاهده می‌شود، چهار ناحیه اصلی (A, B, C, D) در طیف FTIR نمونه‌ها دیده می‌شود. در بازه طول موج  $3200-3650 \text{ cm}^{-1}$  (ناحیه A) باند پهنی در اثر جذب توسط گروه‌های OH آزاد و پیوند یافته در PVA قابل مشاهده است که پس از تیمار با GA و ایجاد پیوندهای عرضی در PVA و اشغال گروه‌های هیدروکسیل آزاد از شدت جذب آن کاسته شده است. در بازه طول موج  $2730-2860 \text{ cm}^{-1}$  (ناحیه B) در طیف PVA ارتعاش کششی حاصل از C-H و در طیف

PVA/GA ارتعاش کششی ناشی از C-H و O=C-H گروه‌های آلدییدی دیده می‌شود. در بازه طول موج  $1700-1750 \text{ cm}^{-1}$  طیف PVA/GA کشش ناشی از جذب گروه‌های C=O انتهایی و اکشن نیافته آلیدی موجود بر روی پلیمر و در طیف PVA گروه‌های استات C-O پلیمر مشاهده می‌شود. در بازه طول موج  $1000-1140 \text{ cm}^{-1}$  (ناحیه D) در طیف PVA ارتعاش کششی مربوط به جذب گروه‌های O-C-O و در طیف PVA/GA ارتعاش کششی گروه‌های استالی دیده می‌شود.

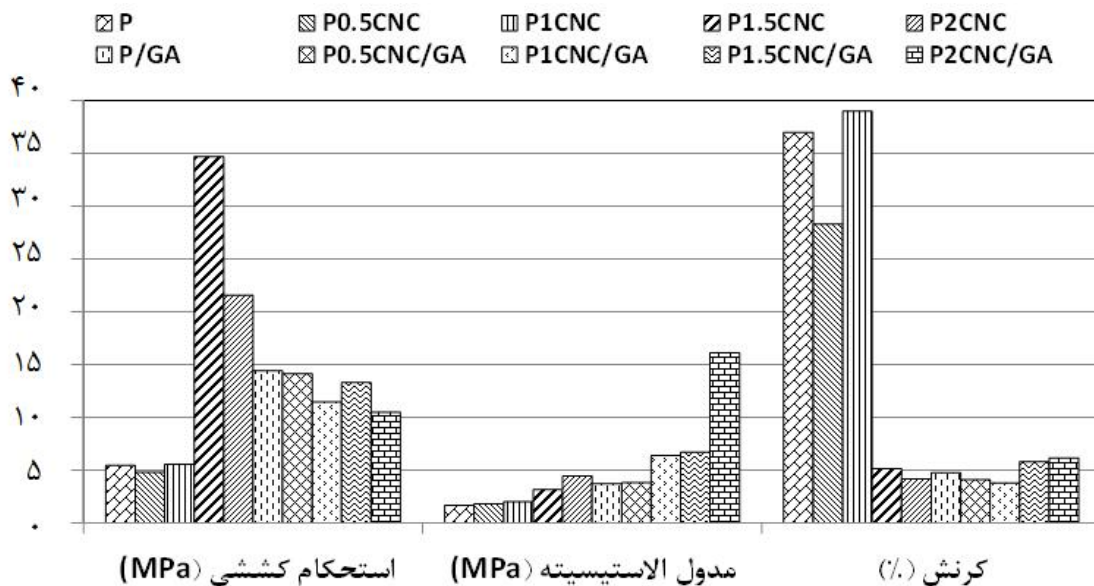


شکل ۶- طیف‌سنجی FTIR نانوکامپوزیت‌های حاصل از ترکیب PVA و CNC با و بدون GA

## ویژگی‌های مکانیکی نانوالیاف

نتایج (شکل ۷ تصویر راست) نشان می‌دهند با افزایش مدول الاستیسیته نانوالیاف الکترورسی شده افزایش یافته، به نحوی که بیشترین مقدار برای کامپوزیت با ۲ درصد نانوکریستال تیمار شده با گلو تار آلدهید و کمترین مقدار برای PVA خالص حاصل شده است. به طور کلی، با کاربرد و افزایش مقدار CNC و همچنین اعمال تیمار GA، استحکام کششی نمونه‌ها افزایش یافته است. همچنین، با اعمال تیمار GA، کرنش کششی نانوکامپوزیت‌ها کاهش یافته است. با ایجاد پیوندهای عرضی میان PVA و CNC

مدول الاستیسیته و استحکام کششی کامپوزیت‌ها، روندی افزایشی داشته‌اند. در شکل شماره ۷ (تصویر راست) کرنش کششی و استحکام کششی نانوکامپوزیت‌ها نشان داده شده است. استحکام کششی نانوکامپوزیت‌ها با افزایش CNC روندی افزایشی داشته و کرنش کششی روندی کاهشی داشته است. همان‌طور که مشاهده می‌شود با افزایش CNC و اعمال تیمار GA، کرنش کششی نانوکامپوزیت‌ها کاهش یافته است. به طوری که با اعمال تیمار GA، کرنش کششی کاهش معنی‌داری دارد.



شکل ۷- ویژگی‌های مکانیکی نانوکامپوزیت‌ها

## تخلخل نانوکامپوزیت‌ها

نتایج مربوط به تخلخل نانوکامپوزیت‌های محاسبه شده با استفاده از رابطه ۳ در جدول ۴ ارائه شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود با حضور و افزایش CNC دانسیته ظاهری

کامپوزیت‌ها افزایش یافته و در پی آن تخلخل کاهش یافته است. از سوی دیگر تیمار با گلو تار آلدهید باعث کاهش تخلخل شده است.

جدول ۴- تخلخل نانوکامپوزیت‌ها

تخلخل (%)	دانسیتته ذاتی کامپوزیت (g/cm <sup>3</sup> )	دانسیتته ظاهری کامپوزیت (g/cm <sup>3</sup> )	کد تیمار
۹۴/۰۵	۱/۲۶	۰/۰۸	PVA
۹۳/۵۹	۱/۲۶	۰/۰۸	PVA+0.5% CNC
۹۱/۸۹	۱/۲۶	۰/۱۰	PVA+1% CNC
۹۰/۹۹	۱/۲۶	۰/۱۱	PVA+1.5% CNC
۹۰/۴۷	۱/۲۶	۰/۱۲	PVA+2% CNC
۹۲/۸۳	۱/۲۶	۰/۰۹	PVA/GA
۹۱/۹۴	۱/۲۶	۰/۱۰	PVA/GA +0.5% CNC
۹۱/۸۷	۱/۲۶	۰/۱۰	PVA/GA +1% CNC
۹۰/۵۵	۱/۲۶	۰/۱۲	PVA/GA +1.5% CNC
۹۰/۰۲	۱/۲۶	۰/۱۳	PVA/GA +2% CNC

## بحث

در این پژوهش نانوکامپوزیت‌هایی با ساختار لیفی از پلیمر PVA با مقادیر مختلف وزنی از CNC با استفاده از فرایند الکتروریسی تولید و اثر وجود و مقدار CNC بر ویژگی‌های مرفولوژیکی، شیمیایی، انحلال‌پذیری، MOE، تخلخل، استحکام کششی و کرنش کششی نانوکامپوزیت‌های CNC/PVA بررسی شدند. بررسی‌های مرفولوژیک نشان داد در اثر افزودن نانوکریستال‌های سلولزی، در سطح ۰/۵ درصد قطر نانوالیاف کاهش یافته و با افزایش سطح نانوکریستال از ۰/۵ درصد، قطر نانوالیاف بیشتر شد. در اثر افزودن CNC، تخلخل نانوکامپوزیت‌ها کاهش یافت. حضور CNC باعث بهبود MOE، استحکام کششی و کاهش کرنش کششی نانوکامپوزیت‌ها شد. به منظور جلوگیری از انحلال نانوکامپوزیت‌ها از محلول گلو تار آلدئید و روش غوطه‌وری استفاده شد. غوطه‌ور کردن نانوکامپوزیت‌ها در محلول گلو تار آلدئید، تغییراتی در مرفولوژی نانوالیاف ایجاد نکرد ولی انحلال‌پذیری و واکنش‌پذیری و واکنش‌پذیری نانوکامپوزیت‌ها به علت تشکیل گروه‌های همی‌استالی به شدت بهبود یافت و مانع از انحلال نانوکامپوزیت‌ها شد. افزون بر این با اعمال تیمار

GA و افزودن CNC، MOE و استحکام کششی بهبود چشمگیری داشتند و کرنش کششی و تخلخل کاهش یافتند. در مورد تشکیل الیاف در فرایند الکتروریسی و بر اساس نتایج شکل ۱ باید اشاره کرد که مایعات نیوتنی در شرایطی خاص، به علت ویژگی‌های کشش سطحی و بر اساس قانون ناپایداری رایلی-تیلور<sup>۱</sup> تشکیل قطرات می‌دهند؛ اما در مایعات غیرنیوتنی جریان سیال در برابر تشکیل شدن قطره مقاومت کرده و در حالت اعمال نیرو یا میدان مغناطیسی، جت ویسکوالاستیکی تشکیل می‌شود که توانایی تقسیم شدن به چندین جت کوچک‌تر را دارد (Mun et al., 1998). در مورد مایعات غیرنیوتنی اگر از پتانسیل الکتریکی برای اعمال نیرو استفاده شود، جت‌های کوچک‌تر با یکنواختی-های بیشتری تشکیل می‌شوند. اگر مایع غیرنیوتنی یک محلول باشد و تبخیر حلال در زمان اعمال پتانسیل الکتریکی انجام شود، از جت کوچک، ساختارهای فیبری از جنس پلیمر حل شده بوجود می‌آید که ویژگی‌های آنها به شدت تحت تأثیر غلظت پلیمر و وزن مولکولی پلیمر هستند (Koski et al., 2004).

1- Rayleigh-Taylor instability

ایجاد شده است که بیانگر تشکیل شبکه پیوندهای هیدروژنی بین هر دو ماده است (Mansur *et al.*, 2008; Destaye *et al.*, 2013). در استحکام کششی نانو کامپوزیت‌ها با وجود CNC روندی افزایشی مشاهده می‌شود (شکل ۷) که ناشی از افزایش پیوندهای هیدروژنی در نانوالیاف و در ساختار کلی نانو کامپوزیت‌ها و برهم‌کنش‌های گروه‌های OH پلیمر و CNC است که باعث افزایش نقاط پیوند در ساختار مولکولی و سوپرا مولکولی می‌شود (Peresin *et al.*, 2010). از سوی دیگر، با افزودن CNC به دلیل افزایش پیوندهای بین مولکولی و برون مولکولی هیدروژنی در نانو کامپوزیت‌ها، سفتی نانو کامپوزیت‌ها افزایش می‌یابد (Huan *et al.*, 2016; Peresin *et al.*, 2010). در زنجیر خطی پلیمر در نانوالیاف بدون پیوندهای عرضی، نانوالیاف به راحتی در زمان اعمال نیروی کششی بر روی یکدیگر حرکت می‌کنند که در نهایت نانو کامپوزیت استحکام کششی کم و کرنش کششی زیادی خواهد داشت؛ اما زمانی که پیوندهای عرضی در نانوالیاف بوجود می‌آید، زنجیره‌های پلیمر در نانوالیاف به علت ایجاد پیوندهای کووالانسی محکم به هم چسبیده که در این حالت نانوالیاف بر روی هم به راحتی حرکت نمی‌کنند و نانو کامپوزیت سخت می‌گردد (Wang *et al.*, 2005). جدول ۴ نتایج مربوط به اندازه‌گیری تخلخل نانو کامپوزیت‌ها را نشان می‌دهد. تخلخل ظاهری نانو کامپوزیت‌ها تحت تأثیر نحوه قرارگیری و تراکم نانوالیاف است. به طور کلی تخلخل با افزایش پیوندهای میان الیاف و افزایش قطر الیاف کاهش می‌یابد (Krumova *et al.*, 2000). از جمله اثرهای افزودن CNC، افزایش قطر نانوالیاف است. این عامل در مقدار زیاد CNC است که موجب کاهش تخلخل کامپوزیت‌ها می‌شود (Clemons, 2016). تیمار نانو کامپوزیت‌ها با گلو تار آلدئید باعث کاهش تخلخل شده است که این امر می‌تواند به پرشدن نانو منافذ بین الیاف و رسوب GA بر روی الیاف و فشردگی بیشتر ساختار نانو کامپوزیت در اثر اتصالات عرضی مربوط باشد (Going *et al.*, 2015).

بر اساس نتایج جدول ۲ که تغییرات قطر نانو الیاف را در حضور CNC نشان داده است، نمی‌توان الگوی خاصی برای تغییرات در نظر گرفت. Peresin و همکاران (۲۰۱۰) در پژوهشی نشان دادند که با افزودن CNC به محلول PVA با درجات مختلف هیدرولیز، برای تولید کامپوزیت نانوالیاف، قطر الیاف به علت تغییرات در رسانایی الکتریکی در اثر حضور گروه‌های سولفور موجود در CNC کاهش یافته اما همزمان به علت افزایش ویسکوزیته محلول، قطر نانوالیاف افزایش یافته و الگوی مشخصی برای کاهش یا افزایش قطر الیاف گزارش نشده است. تحقیقات متعددی بیانگر این موضوع هستند که غلظت پلیمر و اجزای تشکیل دهنده آن بیشترین اثر را بر روی قطر نانوالیاف دارند (Horuz & Beliba I, 2017; Albetran *et al.*, 2016). نتایج شکل ۳ خروجی نرم افزار Minitab بوده و بیانگر حدود بهینه پارامترهای مورد نظر در فرایند الکتروریسی هستند. بر اساس نتایج شکل ۴ مشاهده می‌شود که حضور GA سبب کاهش آب دوستی نانو کامپوزیت‌ها شده است که حاصل کاهش گروه‌های آزاد هیدروکسیل موجود در زنجیر پلیمری و ایجاد پیوندهای همی استتالی مقاوم در برابر آب است (Mansur *et al.*, 2008; Lama *et al.*, 2017). از سوی دیگر، واکنشیدگی نانو کامپوزیت‌ها با افزایش CNC افزایش یافته است که این موضوع می‌تواند ناشی از اثر گروه‌های هیدروکسیل فراوان CNC باشد. البته پایداری مرفولوژی نانو الیاف تیمار شده با GA در هنگام تماس آنها با آب (شکل ۵) به علت تشکیل پیوندهای عرضی بیشتر در ساختار نانو الیاف قابل توجیه است. به طوری که گلو تار آلدئید سبب پایداری الیاف و عدم تغییر مرفولوژی آنها در تماس با آب می‌شود (Cortez *et al.*, 2015; Destaye *et al.*, 2013).

همان‌طور که در شکل ۶ مشاهده می‌شود کاهش جذب IR در محدوده A بیانگر این موضوع است که بخشی از گروه‌های آزاد هیدروکسیل PVA در تشکیل پیوندهای استتالی شرکت داشته‌اند (Destaye *et al.*, 2013; Mansur *et al.*, 2009; Bolto *et al.*, 2009). در نواحی B و D در اثر ترکیب PVA و CNC در شدت و ساختار پیک‌ها تغییراتی

## منابع مورد استفاده

- nanofibrous mats with enhanced properties through controlling fibers arrangement and microstructure. *Polymer*, 92(1), 25-35.
- Jawaid, M., Boufi, S., and Khalil, H. P.S.A., 2017. Cellulose-reinforced Nanofibre Composites Production, Properties and Applications-Wood, Elsevier, (1st Ed), India, 548p.
- Kaborani, A. and Riedl, B., 2015. Surface modification of cellulose nanocrystals (cnc) by a cationic surfactant. *Industrial Crops Production*, 65(1), 45- 55.
- Kamoun, E.A., Chen, X., Mohy Eldin, M.S. and Kenawy, E.R.S., 2015. Crosslinked poly (vinyl alcohol) hydrogels for wound dressing applications: a review of remarkably blended polymers elbadawy. *Arabian Journal of Chemistry*, 8(1), 1-14.
- Kimura, Y., Tsuchida, A. and Katsuraya, K., 2016. High-Performance and Specialty Fibers Concepts, Technology and Modern Applications of Man-Made Fibers for the Future, Springer, (1st Ed), Tokyo, 441p.
- Koski, A., Yim, K. and Shivkumar, S., 2004. Effect of molecular weight on fibrous pva produced by electrospinning. *Materials Letters*, 58(3-4), 267-542.
- Krumova, M., López, D., Benavente, R., Mijangos, C. and Peren, J.M., 2000. Effect of crosslinking on the mechanical and thermal properties of poly (vinyl alcohol). *Polymer*, 41(26), 9265-9272.
- Lama, N.T., Chollakupb, R., Smitthipongc, W., Nimchud, Th. and Sukyai, P., 2017. Utilizing cellulose from sugarcane bagasse mixed with poly (vinylalcohol) for tissue engineering scaffold fabrication. *Industrial Crops and Products*, 100(1), 183- 197.
- Lee, J. and Deng, Y., 2012. Increased mechanical properties of aligned and isotropic electrospun pva nanofiber webs by cellulose nanowhisker reinforcement. *Macromolecule Research*, 20(1), 76-83.
- Lee, K.H., Kim, H.Y., Khil, M.S., Lam, Y.M. and Lee, D.R., 2003. Characterization of nanostructured poly ( -caprolactone) nonwoven mats via electrospinning. *Polymer*, 44(4), 1287-1294.
- Lin, T., 2011. Nanofibers- Production, Properties and Functional Applications, InTech, (1st Ed), Croatia, 468p.
- Liu, J. and Kumar, S., 2005. Microscopic polymer cups by electrospinning. *Polymer*, 46(10), 3211-3214.
- Mansur, H.S., Sadahira, C.M., Souza, A.N. and Mansur, A.A.P., 2008. FTIR spectroscopy characterization of poly (vinyl alcohol) hydrogel with different hydrolysis degree and chemically crosslinked with glutaraldehyde. *Material Science Engineering C*, 28(24), 539- 548.
- Mun, R.P., Byars, A.J., Boger, D.V. (1998). The effects of polymer concentration and molecular weight on
- Afshari, M., 2016. *Electrospun Nanofibers*, Elsevier Science, (1st Ed), India, 622p.
- Albetran, H., Dong, Y. and Low, I.M., 2016. Characterization and optimization of electrospun tio2/pvp nanofibers using taguchi design of experiment method. *Journal of Asian Ceramic Societies*, 3(1), 292-300.
- Bolto, B., Tran, Th., Hoang, M. and Xie, Z., 2009. Crosslinked poly (vinyl alcohol) membranes. *Progress in Polymer Science*, 34(9), 969-981.
- Camargo, P.H.C., Satyanarayana, K.G. and Wypych, F., 2009. Nanocomposites: synthesis, structure, properties and new application opportunities. *Material Research*, 12(1): 1- 39.
- Chang, W.N., 2009. *Nanofibers: Fabrication, Performance, and Applications*, Nova Science, (1st Ed), New Yourk, 465p.
- Clemons, C., 2016. Nanocellulose in spun continuous fibers: a review and future outlook. *Journal of Renewable Materials*, 4(5), 327-339.
- Cortez, I.E.M., García, J.R., González, V.J., Domin Gutierrez, D.I.G., Navarro, M.A.G. and Silva, R.C., 2015. Encapsulation and immobilization of papain in electrospun nanofibrous membranes of pva cross-linked with glutaraldehyde vapor. *Matererila Science Engineering, C*, 52(1), 306- 314.
- Dasari, A. and Njuguna, J., 2016. *Functional and Physical Properties of Polymer Nanocomposites*, Wiley, (1st Ed), London, 265p.
- Deitzel, J.M., Kleinmeyer, J., Harris, D. and Beck Tan, N.C., 2001. The effect of processing variables on the morphology of electrospun nanofibers and textiles. *Polymer*, 42(1), 261-272.
- Destaye, A.G., Lin, Ch.K. and Lee, Ch.K., 2013. Glutaraldehyde vapor cross-linked nanofibrous pva mat with in situ formed silver nanoparticles. *ACS Applied Material Interfaces*, 5(11), 4745- 4752.
- Fong, H. and Reneker, D.H., 1999. Elastomeric nanofibres of styrene-butadiene-styrene triblock copolymer. *Journal of Polymer Science B Polymer Physics*, 37(24), 3488-3493.
- Going, R.J., Sameoto, D.E. and Ayranci, C., 2015. Cellulose nanocrystals: dispersion in co-solvent systems and effects on electrospun polyvinylpyrrolidone fiber mats. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics Abbreviation*, 10(3), 155-163.
- Horuz, T.I. and Beliba I, K.B., 2017. Production of electrospun gelatin nanofibers: an optimization study by using taguchi's methodology. *Materials Research Express*, 4(1), 292-300.
- Huan, S., Bai, L., Cheng, W. and Han, G., 2016. Manufacture of electrospun all-aqueous poly (vinyl alcohol)/cellulose nanocrystal composite

- Science, 109(2), 951-956.
- Song, T., Tanpichai, S. and Oksman, K., 2016. Cross-linked polyvinyl alcohol (pva) foams reinforced with cellulose nanocrystals (CNC). *Cellulose*, 23(3), 1925–1938.
- Thomas, D. and Cebe, P., 2017. Self-nucleation and crystallization of polyvinyl alcohol. *Journal of Thermal Analysis Calorimetry*, 127(1), 885–894.
- Wang, X., Chen, X., Yoon, K., Fang, D., Hsiao B.S. and Chu, B., 2005. High flux filtration medium based on nanofibrous substrate with hydrophilic nanocomposite coating. *Environmental Science Technology*, 39(19), 7684–7691.
- the breakup of laminar capillary jets. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 74(1-3), 285-297.
- Pandey, J.K., Takagi, H., Nakagaito, A.N. and Kim, H.J., 2015. *Handbook of Polymer Nanocomposites. Processing, Performance and Application Volume C: Polymer Nanocomposites of Cellulose Nanoparticles*, Springer, (1st Ed), Japan, 518p.
- Peresin, M.S., Habibi, Y., Zoppe, J.O, Pawlak, J.J. and Rojas, O.J., 2010. Nanofiber composites of polyvinyl alcohol and cellulose nanocrystals: manufacture and characterization. *Biomacromolecules*, 11(3), 674–681.
- Qin, X.H. and Wang, Sh.Y., 2008. Electrospun nanofibers from crosslinked poly (vinyl alcohol) and its filtration efficiency. *Journal of Applied Polymer*

## Preparation and characterization of electrospun nanofiber of poly (vinyl alcohol) and cellulose nanocrystals

H. Ashtari<sup>1</sup>, M. Jonooni<sup>2</sup>, M.Yousefzadeh<sup>3</sup> and Y. Hamzeh<sup>4\*</sup>

1-PhD student of Pulp and Paper Engineering, Department of Wood and Paper Sciences and Technology, Faculty of Natural Resources, University of Tehran, Shahid Chamran Blvd., 31585-4314, Karaj, Iran

2-Associate Professor, Department of Wood and Paper Sciences and Technology, Faculty of Natural Resources, University of Tehran, Shahid Chamran Blvd., 31585-4314, Karaj, Iran

3-Assistant Professor, Department of Textile Engineering, Amirkabir University of Technology, Hafez Ave., Tehran, Iran

4\*-Corresponding Author, Professor, Department of Wood and Paper Sciences and Technology, Faculty of Natural Resources, University of Tehran, Shahid Chamran Blvd., Karaj, Iran, E-mail: hamzeh@ut.ac.ir

Received: June, 2017

Accepted: Nov., 2017

### Abstract

In this study Poly vinyl alcohol (PVA) and cellulose nanocrystals (CNC) composite nanofibers were prepared by electrospinning process. To dissolve PVA, the deionized water was used. The design of experiments (DOE) was based on Taguchi method using the Minitab for optimization of electrospinning. Polymer concentration was determined in 4, 6, 8 and 10% by solvent weight. Bead-free fibers were produced in 8% PVA concentration. CNC were added to polymer in 0.5, 1, 1.5 and 2% by PVA weight and DOE was applied for Needle to collector distance (cm), polymer concentration (%), polymer feed rate (ml/hr.) and applied voltage (KV) were defined as variables, again to reach the thinnest fibers. Nanocomposites were soaked in GA 50% concentration for 48 hrs. to prevent nanocomposites decomposition. SEM and FESEM were used for morphological characterization. Diameter of the fibers was analyzed by Image software. Tensile, Modulus of Elasticity (MOE), Tension, Porosity, swelling and dissolving of nanocomposites were examined. Chemical reactions were traced by FTIR. Fibers with  $87\pm 16$  nm in diameter were achieved in 0.5% CNC, 22 KV, 0.3 ml/hr. and 20 cm. Swelling and solubility of nanocomposites were significantly improved by GA. FTIR spectra shows hemiacetal bounds produced during GA soaking. MOE and tensile were improved by CNC addition meanwhile tension and porosity were decreased. Same results were obtained for GA soaked nanocomposites.

**Keywords:** Nanocomposites, polyvinyl alcohol, cellulose nanocrystal, nanofibers, electrospinning.