

FUNDAMENTALS OF ELECTROSPINNING: EFFECT OF SOLVENTS

Mr. Teeradech Jarusuwannapoom

A Thesis Submitted in Partial Fulfilment of the Requirements
for the Degree of Master of Science
The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkron University
in Academic Partnership with
Case Western Reserve University, The University of Michigan,
The University of Oklahoma, and Institut Français du Pétrole
2004
ISBN 974-9651-66-9

I 21616085

Thesis Title: Fundamentals of Electrospinning: Effect of Solvents
By: Teeradech Jarusuwannapoom
Program: Polymer Science
Thesis Advisors: Asst. Prof. Pitt Supaphol
Dr. Manit Nithitanakul
Dr. Ratthapol Rangkupan

Accepted by the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, in partial fulfilment of the requirements for the Degree of Master of Science.

K. Bunyakiat.

.....College Director
(Assoc. Prof. Kunchana Bunyakiat)

Thesis Committee:

Pitt Supaphol

.....
(Asst. Prof. Pitt Supaphol)

Manit Nithitanakul

.....
(Dr. Manit Nithitanakul)

Ratthapol Rangkupan

.....
(Dr. Ratthapol Rangkupan)

Nantaya Yanumet

.....
(Assoc. Prof. Nantaya Yanumet)

Anuvat Sirivat

.....
(Assoc. Prof. Anuvat Sirivat)

ABSTRACT

4572022063: POLYMER SCIENCE PROGRAM

Teeradech Jarusuwannapoom: Fundamentals of electrospinning:
effect of solvents

Thesis Advisors: Asst. Prof. Pitt Supapol, Dr.Manit Nitithanakul
and Dr.Ratthapol Rangkupan 95pp, ISBN 974-9651-66-9

Keywords: Electrospinning / Polystyrene

Electrospinning is a process by which polymer nanofibers (with diameter lower than thousands of nanometer and lengths up to kilometers) can be produced from an electrostatically driven jet. Various polymers have been successfully electrospun into ultrafine fibers in recent years, mostly from polymer solutions or melts. When diameters of polymer fiber materials are shrunk from micrometers to nanometers in size, there appear several interesting characteristics such as very large surface area to volume ratio (this ratio for a nanofiber can be as large as 10^3 times of that of a microfiber), flexibility in surface functionalities, and superiority in mechanical performance. Significant progress has been made in this area in the past few years and this technology has been exploited in a wide range of applications. The main objective of this work is to try to understand fundamental of influence of polystyrene in various solvent on the morphological appearance of the as-spun fibers

บทคัดย่อ

ธีระเดช จารุสุวรรณภูมิ : ผลกระทบของตัวทำละลายต่อการผลิตเส้นใยโดยใช้ไฟฟ้าเป็นตัวขับเคลื่อน (Fundamentals of electrospinning: effect of solvents) อ. ที่ปรึกษา : ผศ. ดร. พิชญ์ สุภผล ดร.มานิตย์ นิธิธนากุล และ ดร.รัฐพล รังกุพันธุ์ 95หน้า ISBN 974-9651-66-9

การผลิตเส้นใยโดยใช้ไฟฟ้าเป็นตัวขับเคลื่อนเป็นวิธีหนึ่งที่ใช้ในการผลิตเส้นใยที่มีขนาดเล็ก (เส้นผ่านศูนย์กลาง ประมาณ 100-1000 นาโนเมตร) การผลิตมีหลักการโดยใช้กระแสไฟฟ้าเป็นหลักในการขับเคลื่อน ในช่วง10ปีที่ผ่านมาโพลิเมอร์หลายชนิดได้ถูกปั่นเป็นเส้นใยขนาดเล็ก ในรูปของสารละลาย และ โพลิเมอร์หลอมเหลว เมื่อเราได้เส้นใยที่มีขนาดเล็กจึงทำให้มีข้อได้เปรียบทางด้านนำไปใช้งาน ใน2-3 ปีที่ผ่านมาเส้นใยขนาดเล็กนี้ได้ถูกนำไปใช้งานในหลายๆด้าน จากการที่เราได้ทำการทดสอบเพื่อศึกษาผลกระทบ ของตัวทำละลาย18 ชนิดกับโพลิสไตรีนพบว่า ไคคลอโรอีเทน ไคเมทิลฟอมาไมด์ เมทิลเอทิลอะซิเตท และ เอทิลอะซิเตท เป็นตัวทำละลายที่ให้ ผลการผลิตเส้นใยที่ดี ซึ่งปัจจัย ทางด้านคุณสมบัติของเส้นใยที่ทำให้ได้ผลผลิตที่ดีนั้นควรมีคุณสมบัติดังนี้ ค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย มากกว่า 0 ไมโครซีเมนท์ ค่าความหนืดอยู่ระหว่าง 140-1600 เซนติพอยน์ และ ค่าแรงตึงผิวของสารละลายควรต่ำกว่า 35 ดินต่อเซนติเมตร นอกจากนี้ยังพบว่าลักษณะรูปร่างของเส้นใยที่ได้ขึ้นอยู่กับพฤติกรรมในการแข็งตัวของเส้นใยซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของตัวทำละลาย

ACKNOWLEDGEMENTS

The author would like to express his sincere thanks to all instructors who have imparted invaluable knowledge to him especially Asst. Prof. Pitt Supaphol ,Dr. Manit Nitithanakul, and Dr. Rattapol Rangkupan, his advisors, who always advised and provided suggestions throughout this work and also, Miss Walaiporn Hongrojjanawiwat, and Dr. Cattaleeya Pattamaporn from Department of Chemical Engineering Thammasat University, and Dr. Piyawit Koombhongse from MTEC, his thesis co-workers, who gave kind help and useful suggestions throughout this work

Also; he would like to express his special thanks to his entire friends at the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn Univerisity, for their help, suggestions, and encouragement. Furthermore, he would like to acknowledge all Ph.D. students for their kind help, useful suggestions, and interesting ideas, for his thesis work, especially Ms. Chidchanok Mit-uppatham, Ms. Sujinda Jitjaichum and, Mr.Jirawut Junkasem. In addition, cordial and sincere thanks are also extended to all staff members at the Petroleum and Petrochemical College for providing the indispensable equipment, instrumental training, and superb inventions.

The author is grateful for the partial scholarship and partial funding of the thesis work provided by Postgraduate Education and Research Programs in Petroleum and Petrochemical Technology(PPT Consortium).

Finally, the sincerest appreciation is expressed to his family for the love, care, understanding and encouragement throughout his life.

TABLE OF CONTENTS

	PAGE
Title Page	i
Abstract (in English)	iii
Abstract (in Thai)	iv
Acknowledgements	v
Table of Contents	vi
List of Tables	ix
List of Figures	x
CHAPTER	
I INTRODUCTION	1
II LITERATURE REVIEWS	3
2.1 Electrospinning	3
2.1.1 Experimental Set-up	3
2.1.2 Polymer Types	4
2.1.3 Microstructure and Morphology	5
2.1.4 Applications	6
III EXPERIMENTAL	8
3.1 Materials	8
3.1.1 Polymer	8
3.1.2 Solvents	8
3.2 Experimental Equipment	8
3.3 Experimental Methods	9
3.3.1 Sample Preparation	9
3.3.2 Electrospinning Process	9
3.3.2.1 Effect of applied voltage	10

CHAPTER	PAGE
3.3.2.2 Effect of distance between tip of nozzle and collecting screen	10
3.3.3 Characterization	10
3.3.3.1 GPC chromatography	10
3.3.3.2 Viscometer	11
3.3.3.3 Tensiometer	11
3.3.3.4 Conductivity meter	12
3.3.3.5 Scanning electron microscopy	12
IV FUNDAMENTALS OF ELECTROSPINNING: EFFECT OF SOLVENTS	13
Abstract	13
Introduction	14
Experimental	15
Results and Discussion	17
Conclusions	28
Acknowledgements	29
References	30
V CONCLUSIONS	38
REFERENCES	39
APPENDICES	41
Appendix A	41
Appendix B	52
Appendix C	65
Appendix D	66
Appendix E	89
Appendix F	93

CHAPTER	PAGE
Appendix G	94
CURRICULUM VITAE	95

LIST OF TABLES

TABLE		PAGE
CHAPTER IV		
1	Properties of solvents used in this work	31
2	Viscosity of solvents and as-prepared polystyrene solutions.	32
3	Surface tension of solvents and as-prepared polystyrene solutions.	33
4	Conductivity of solvents and as-prepared polystyrene solutions.	34
5	Some scanning electron micrographs (at 200×) of as-spun polystyrene fibers from solutions of polystyrene in 1,2-dichloroethane, dimethylformamide (DMF), ethylacetate, methylethylketone (MEK), and tetrahydrofuran (THF).	35
6	Some scanning electron micrographs (at 2000×) of as-spun polystyrene fibers from solutions of polystyrene in 1,2-dichloroethane, dimethylformamide (DMF), ethylacetate, methylethylketone (MEK), and tetrahydrofuran (THF). The applied potential and the collection distance were 20 kV and 10 cm.	36

LIST OF FIGURES

FIGURE		PAGE
CHAPTER II		
2.1	Schematic diagram to show polymer Nanofibers by electrospinning	6
2.2	Application fields targeted by US patents on Electrospun nanofibers.	7
2.3	Potential applications of Electrospun polymer nanofibers.	7
CHAPTER III		
3.1	Chemical structure of polystyrene	8
3.2	Experimental set up	9
3.3	Waters Division of MILLIPORE (solvent system), Waters 150CV	10
3.4	Brookfield digital viscometer (model LVTDCP)	11
3.5	Drop shape analysis system KRUSS (model DSA10 MK)	11
3.6	Conductivity meter	12
3.7	Scanning Electron Microscope JEOL JSM6310F	12
CHAPTER IV		
I	Basic scheme of apparatus for the electrospinning process	37