

Детектирование токов в процессе электроформования на электроды, разделённые зазором

А. А. Блохин, И. Е. Ребров, В. А. Ямщиков

Разработан датчик регистрирующий наноамперные токи с осадительных электродов в процессе смены точки осаждения полимерного волокна. Осуществлено измерение тока с электродов, разделённых зазором, в процессе электроформования. Показана корреляция между положением точки осаждения волокна и токами коллекторов с помощью одновременной записи показаний датчика тока и видеосъёмки. Получены данные, совпадающие с теоретическим описанием, о временной задержке старта процесса электроформования в зависимости от питающего напряжения и концентрации раствора.

Ключевые слова: электроспиннинг, детектирование токов, полимеры.

DOI: 10.51368/1996-0948-2022-2-56-61

Введение

Электроформование – процесс получения ультратонких волокон из полимерного раствора при воздействии на него высокого напряжения. Высокое отношение поверхности к объёму определяет эффективность применения электроформованного материала в медицине, электронике и создании фильтров. Относительно бездефектная структура на молекулярном уровне – открывает возможности создания композитных материалов с высокими механическими характеристиками [1, 2].

Большинство электроформованных нетканых полимерных материалов состоят из хаотично уложенных волокон. Однако, в широком спектре применений требуется наличие строго заданной ориентации [3–5]. Возможные способы получения направленных волокон: использование коллекторов волокна состоящих из двух разделённых зазором электродов, подключаемых к двухканальному генератору высоковольтных прямоугольных импульсов, использование внешних отклоняющих электродов и таких же, но заземлённых коллекторов [6–8]. Электрогидродинамическая струя полимерного раствора благодаря изменяющейся электростатической силе между электродами поочередно осаждаётся на коллекторы, формируя между ними высокоориентированный материал. Эти системы обладают широким диапазоном настраиваемых параметров (напряжение, частота, скважность высоковольтного импульсного сигнала, скорость подачи полимерного раствора), однако, не имеют обратной связи для определения момента касания волокна. Таким образом, они не могут подстроиться под растворы с разной вязкостью за счёт изменения напряжения питания, расстояния между капилляром и коллекторами.

Блохин Антон Андреевич¹, студент.

E-mail: blokhin.aa17@physics.msu.ru

Ребров Игорь Евгеньевич², зав. лаб., к.т.н.

E-mail: rbrv.igor@gmail.com

Ямщиков Владимир Александрович², директор филиала ИЭЭ РАН, д.т.н.

E-mail: yamschikov52@mail.ru

¹ Физический факультет МГУ имени М. В. Ломоносова. Россия, 119991, Москва, Ленинские горы, 1, стр. 2.

² ИЭЭ РАН.

Россия, 191186, Санкт-Петербург, Дворцовая набережная, 18.

Статья поступила в редакцию 11 марта 2022 г.

© Блохин А. А., Ребров И. Е., Ямщиков В. А., 2022

Для повышения эффективности выхода готового материала и скорости процесса электроформования необходимо изменять точку осаждения полимерного волокна путём изменения прикладываемого напряжения, в момент касания им одного из электродов. Для этого в работе предложена установка реализующая возможность детектирования тока ЭГД струи, а также движение волокна между коллекторами и момент его осаждения, путём одновременного измерения тока наноамперного диапазона на двух электродах. Детектирование токов малой величины при наличии импульсных помех, а также создание на этой основе систем обратной связи важно и для ряда других задач электрогидродинамики: для определения тока электрогидродинамического потока в многоразрядных актуаторных системах, в системах с третьим вытягивающим электродом и ускоряющими секциями [9, 10].

Экспериментальная установка

Экспериментальная установка (рис. 1а) состоит из шприца (1) с полимерным раствором, закреплённого над электродами на расстоянии 10 см, скоростной камеры (2), регистрирующей положение струи. В шприце создавалось избыточное давление воздушным

компрессором (3) с тонкой регулировкой, обеспечивающей постоянный расход полимерного раствора. На иглу шприца (1) подавалось напряжение от источника питания (4) (Spellman UM20N4) посредством высоковольтного ключа с большой длительностью открытия [11–13]. Коллекторами выступали две алюминиевые пластинки (5) с расстоянием между ними 6 см. Ток регистрировался с двух электродов наноамперметром (6), который включает в себя (рис. 1б) операционный усилитель (AD825), резистор $R1 = 1 \text{ МОм}$, конденсатор $C1$ равный 1 пФ. Наноамперметр питался от двух батареек типа 6F22 9В. Область измерения токов лежит в пределах 1–1500 нА с коэффициентом преобразования 1 В/мкА. Перегрузка наноамперметра по входу токами смещения, возникающими при подаче на шприц высокого напряжения с резким фронтом нарастания (для уменьшения влияния времени нарастания на процесс формирования волокна) и достигающих 1А решалась применением диодов D1, D2 (1N4148) с подобранной ВАХ. В ходе исследования варьировались следующие параметры: прикладываемое к игле шприца (фильере) электрическое напряжение (5–7 кВ), процентное содержание поликапролактона (ПКЛ) в растворе для электроформования (7–11 %).

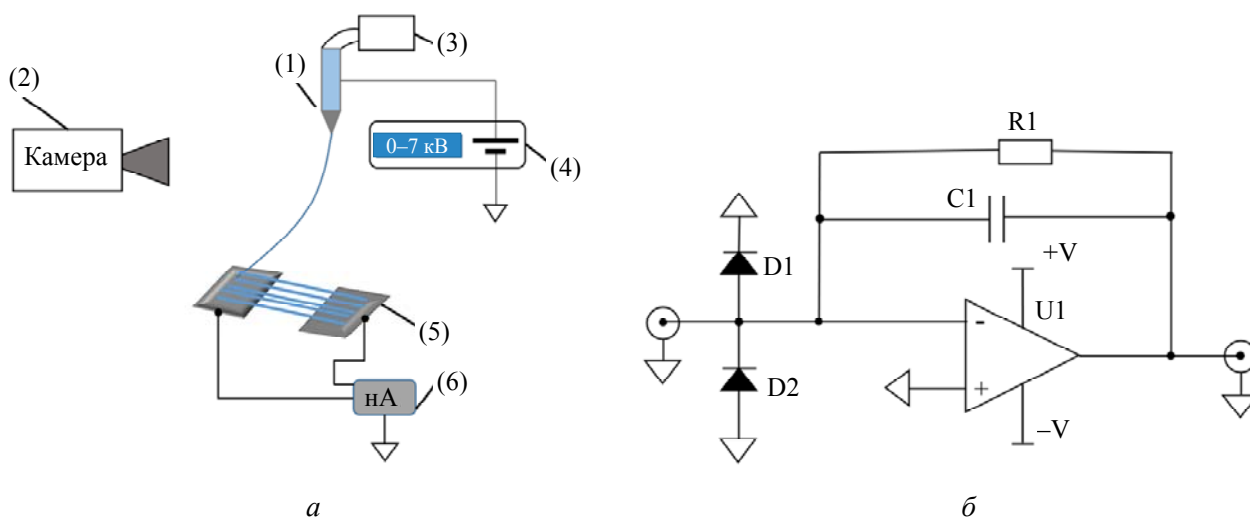


Рис. 1. а – экспериментальная установка; б – электрическая схема наноамперметра

Результаты исследований

Типичная осциллограмма регистрируемого тока на одном из коллекторов показана на рис. 2. В начальный промежуток времени I напряжение на фильере отсутствует, движения раствора полимера не происходит и ток равен 0. Во втором интервале II, в момент времени $t_1 = 5$ мс происходит подача напряжения на фильеру и наноамперметр переходит в режимы насыщения, при котором открывается диод D1 или D2. Через ~ 5 мс амперметр выходит из насыщения и начинает регистрировать ток коллектора. Одновременно в полимерном растворе начинается дрейф зарядов в область высокой напряжённости поля у края иглы. Образование заряда происходит за счёт процессов диссоциации, идущих в объеме жидкости, а также – униполярной эмиссии ионов, вблизи стенок иглы [14]. По мере увеличения избыточного заряда на свободной поверхности раствора на конце иглы начинает образовываться конус Тейлора. Со временем электростатические силы преодолевают поверхностное натяжение, струя вытягивается из раствора и начинает движение к коллектору, что сопровождается резким повышением тока. Этому процессу соответствует область III. [15] В области IV ток выходит на стационарное значение и далее происходит равномерный перенос заряда на электрод с осаждающегося волокна.

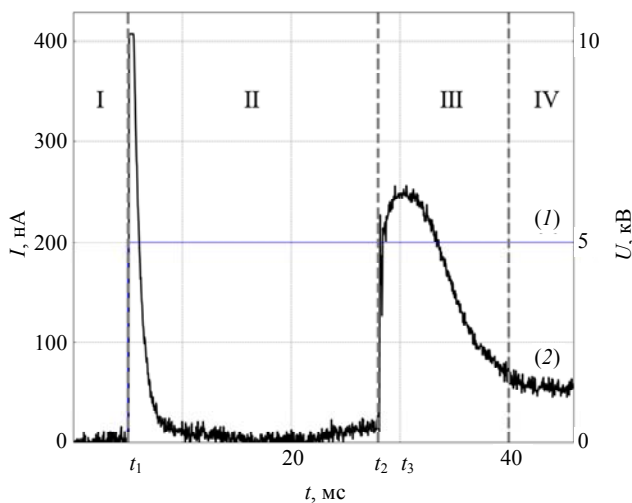


Рис. 2. Осциллограммы подаваемого на иглу шприца напряжения $U = 5$ кВ (1) и регистрируемого тока (2) с одного коллектора при 7 % концентрации ПКЛ

Максимальный ток, достигаемый в процессе электроформования при подаче высокового напряжения с прямоугольным фронтом нарастания, происходит в момент $t_3 = 30$ мс и составляет 250 нА. Далее он снижается до тока установившегося режима и составляет 10–50 нА. Из рис. 2 следует, что появление конуса Тейлора и вытягивание струи происходит с задержкой относительно подачи высоковольтного импульса. В ходе исследований были получены экспериментальные зависимости (рис. 3) временной задержки старта процесса электроформования (промежуток времени $t_2 - t_1$) от амплитуды прикладываемого напряжения U и процентного содержания ПКЛ в растворе.

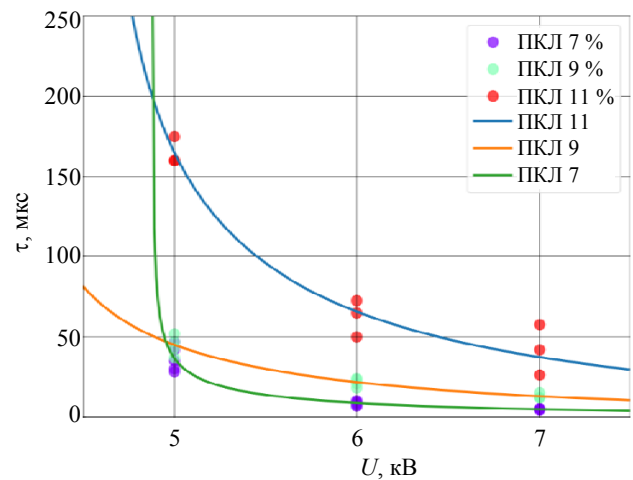


Рис. 3. Зависимость временной задержки процесса электроформования τ от подаваемого на иглу шприца напряжения U

Из рис. 3 видно, что для 11%-го раствора ПКЛ максимальная временная задержка составила 175 мкс при напряжении 5 кВ, минимальная – 26 мкс при напряжении 7 кВ. Для 7%-го раствора ПКЛ максимальная – 47 мкс, минимальная – 4,25 мкс при 7 кВ соответственно. Явно заметна зависимость снижения временной задержки при повышении подаваемого напряжения, а также при снижении плотности раствора. Зависимость между временной задержкой и напряжением может быть описана формулой [16]:

$$\tau = \sqrt{\frac{a}{g}} \times \sqrt{\frac{3}{2K(K\Gamma - 1)}}. \quad (1)$$

Где $K = \frac{2}{3}(\Gamma + \sqrt{\Gamma^2 - 3/4})$ – безразмерное

волновое число, $\Gamma = \frac{a\epsilon_0 E_0^2}{2\gamma}$ – безразмерное

число электроспиннинга, $a = \sqrt{\frac{\gamma}{\rho g}}$ – капил-

лярная длина, γ – коэффициент поверхностного натяжения, ϵ_0 – электрическая постоянная, g – ускорение свободного падения, ρ – плотность раствора, E_0 – напряжённость электрического поля. Если считать, что E_0 прямо пропорциональна подаваемому напряжению U , то при такой аппроксимации коэффициент детерминации R^2 по формуле 2 получился 0,92 для 7% раствора ПКЛ. Зависимости полученные по формуле 1 представлены сплошными кривыми на рис. 3.

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - f_i)^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}, \quad (2)$$

где y_i – экспериментальное значение, f_i – расчётное значение, \bar{y} – среднее арифметическое экспериментальных значений.

После касания волокна коллектора оно случайно или под действием внешних электростатических сил начинает менять точку осаждения между двумя коллекторами. Данные одновременной регистрации тока с двух коллекторов с соответствующими кадрами синхронизированной видеозаписи приведены на рис. 4.

В области I волокно осаждается на левый электрод, что соответствует протеканию через него тока $I_L(t) \approx 10$ нА. На правом электроде ток отсутствует $I_R(t) \approx 0$ нА. В области II происходит активное изменение электрода, на который осаждается волокно. Каждый процесс перескока волокна с коллектора на коллектор сопровождается согласованной сменой уровня токов I_L, I_R . Максимум тока определяет касание волокном соответствующего электрода. В области III волокно начинает осаждаться исключительно на правый электрод, что соответствует $I_R(t) \approx 10$ нА.

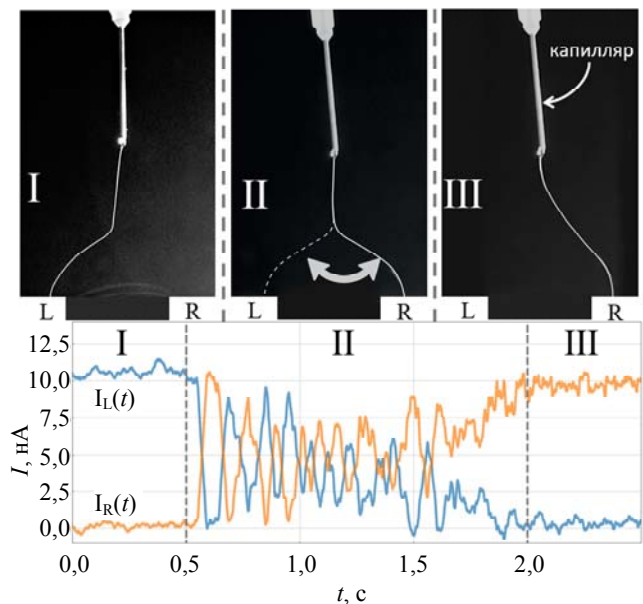


Рис. 4. Зависимости силы тока I на коллекторах от времени t

Заключение

В работе был применен наноамперный датчик для регистрации токов в процессе смены точки осаждения полимерного волокна. Получены данные о временной задержке старта процесса электроформования в зависимости от концентрации раствора и питающего напряжения. Произведена регистрация тока на системе двух коллекторов, разделённых зазором, показана корреляция между токами коллекторов и положением точки осаждения волокна с помощью одновременной регистрации электрофизических параметров и видеосъёмки.

Созданная система при использовании отклоняющих электродов позволит активно управлять точкой осаждения волокна в режиме реального времени, а следовательно, повысить скорость и эффективность выхода получаемого ориентированного материала. По показаниям токов с электродов возможно контролировать процесс осаждения волокна в автоматизированном режиме за счёт смены перераспределения напряжений в системе или механического изменения положения фильеры.

Работа выполнена при поддержке РФФИ
18-29-17066 мк.

ЛИТЕРАТУРА

1. Stanger J. J. Charge transfer mechanisms in electrospinning. – University of Canterbury, 2008.
2. Мамвеев А. Т., Афанасов И. М. Получение нано-волокон методом электроформования. – М.: Изд-во МГУ, 2010.
3. Lukanina K., Budyka A., Rebrov I., Antipova K., Malakhov S., Shepelev A. D., Grigoriev T., Yamshchikov V., Chvalun S. // Nanobiotechnology Reports. 2021. Vol. 16. № 1. P. 69.
4. Bakhshandeh B., Soleimani M., Ghaemi N., Shabani I. // Acta Pharmacologica Sinica. 2011. Vol. 32. № 5. P. 626.
5. Liao H. Q., Wu Y. Q., Wu M. Y., Zhan X. R., Liu H. Q. // Cellulose. 2012. Vol. 19. № 1. P. 111.
6. Rebrov I. E., Lukanina K. I., Grigoriev T. E., Bakirov A. V., Krashennnikov S. V., Dmitryakov P. V., Kamyshtinsky R. A., Antipova C. G., Chvalun S. N., Khomich V. Yu. // Chemical Engineering Journal. 2021. Vol. 418. P. 126561.
7. Arras M. M. L., Grasl C., Bergmeister H., Schima H. // Science and technology of advanced materials. 2012. Vol. 13 (3). P. 035008.
8. Lei T., Xu Z., Cai X., Xu L., Sun D. // Langmuir. 2018. Vol. 34. № 45. P. 13788.
9. Gamirullin M. D., Kuryachii A. P., Rebrov I. E., Khomich V. Y., Chernyshev S. L., Yamshchikov V. A. // Applied Physics. 2015. № 5. P. 95 [in Russian].
10. Aleshin B. S. et al. // Technical Physics Letters. 2017. Vol. 43. № 1. P. 64.
11. Khomich V. Y. et al. High voltage IGBT switch with capability of pulse width control // International Symposium on Power Electronics Power Electronics, Electrical Drives, Automation and Motion. IEEE, 2012. С. 1512-1514.
12. Мошкунев С. И., Хомич В. Ю. Генераторы высоковольтных импульсов на основе составных твердотельных коммутаторов. – М.: Издательская фирма «Физико-математическая литература», 2018.
13. Иванов Е. В., Мошкунев С. И., Хомич В. Ю. // Прикладная физика. 2006. № 2. С. 122.
14. Collins G. et al. // Journal of Applied Physics. 2012. Vol. 111. № 4. P. 044701.
15. Kalayci V. E. et al. // Polymer. 2005. Vol. 46. № 18. P. 7191.
16. Lukas D., Sarkar A., Pokorny P. // Journal of Applied Physics. 2008. Vol. 103. P. 084309.

PACS: 07.50.Ek

Detection of currents during electrospinning on two collector systems with a gap

A. A. Blokhin¹, I. E. Rebrov², and V. A. Yamshchikov²

¹ Department of Physics, Moscow State University
1 – 2 Leninskie gory, Moscow, 111991, Russia

² Institute for Electrophysics and Electric Power of the Russian Academy of Sciences
18 Dvortsovaya naberezhnaya, St. Petersburg, 191186, Russia
E-mail: blokhin.aa17@physics.msu.ru

Received March 11, 2022

A sensor has been developed that registers nanoampere currents from collecting electrodes in the process of changing the point of deposition of a polymer fiber. The current was measured on a system of two collectors separated by a gap, the correlation between the position of the fiber deposition point and the collector currents was shown by simultaneously recording the readings of the current sensor and video recording. Data were obtained, which coincide with the theoretical description of the process, on the time delay in the start of the electrospinning process depending on the supply voltage and solution concentration.

Keywords: electrospinning, current detection, polymers.

DOI: 10.51368/1996-0948-2022-2-56-61

REFERENCES

1. J. J. Stanger, *Charge transfer mechanisms in electrospinning* (University of Canterbury, 2008).
2. A. T. Matveev and I. M. Afanasov, *Obtaining nanofibers by electrospinning* (Publishing House of Moscow State University, 2010).
3. K. Lukanina, A. Budyka, I. Rebrov, K. Antipova, S. Malakhov, A. D. Shepelev, T. Grigoriev, V. Yamshchikov, and S. Chvalun, *Nanobiotechnology Reports* **16** (1), 69 (2021).
4. B. Bakhshandeh, M. Soleimani, N. Ghaemi, and I. Shabani, *Acta Pharmacologica Sinica* **32** (5), 626 (2011).
5. H. Q. Liao, Y. Q. Wu, M. Y. Wu, X. R. Zhan, and H. Q. Liu, *Cellulose* **19** (1), 111 (2012).
6. I. E. Rebrov, K. I. Lukanina, T. E. Grigoriev, A. V. Bakirov, S. V. Krasheninnikov, P. V. Dmitryakov, R. A. Kamyshinsky, C. G. Antipova, S. N. Chvalun, and V. Yu. Khomich, *Chemical Engineering Journal* **418**, 126561 (2021).
7. M. M. L. Arras, C. Grasl, H. Bergmeister, and H. Schima, *Science and technology of advanced materials* **13** (3), 035008 (2012).
8. T. Lei, Z. Xu, X. Cai, L. Xu, and D. Sun, *Langmuir* **34** (45), 13788 (2018).
9. M. D. Gamirullin, A. P. Kuryachii, I. E. Rebrov, V. Y. Khomich, S. L. Chernyshev, and V. A. Yamshchikov, *Applied Physics*, No. 5, 95 (2015) [in Russian].
10. B. S. Aleshin et al., *Technical Physics Letters* **43** (1), 64 (2017).
11. V. Y. Khomich et al., *International Symposium on Power Electronics Power Electronics, Electrical Drives, Automation and Motion. IEEE*, (2012).
12. S. I. Moshkunov and V. Yu. Khomich, *Generatory vysokovol'tnykh impul'sov na osnove sostavnykh tverdotel'nykh kommutatorov* (Izdatel'skaya firma "Fiziko-matematicheskaya literatura", Moscow, 2018).
13. E. V. Ivanov, S. I. Moshkunov, and V. Yu. Khomich, *Applied Physics*, No. 2, 122 (2006) [in Russian].
14. G. Collins et al., *Journal of Applied Physics* **111** (4), 044701 (2012).
15. V. E. Kalayci et al., *Polymer* **46** (18), 7191 (2005).
16. D. Lukas, A. Sarkar, and P. Pokorny, *J. Appl Phys.* **103**, 084309 (2008).