

전기방사-전기분사 공정을 통한 PMIA-SiO₂ 복합 멤브레인의 제조와 흡착 및 고온 안정성 평가

김희진* · 이민욱*†

PMIA-SiO₂ Composite Membranes Prepared by Electrospinning-Electrospraying: Adsorption Performance and High-Temperature Stability

Heejin Kim*, Min Wook Lee*†

ABSTRACT: In this study, a PMIA-SiO₂ composite membrane was fabricated via a simultaneous electrospinning-electrospray process to realize an adsorption system operable at elevated temperatures with solvent-free regeneration. The membrane exhibited a uniform nanofiber-aerogel dispersion structure with a specific surface area of 158 m²/g and maintained thermal stability, as PMIA decomposition began above 400°C while SiO₂ aerogel remained stable up to 800°C. Adsorption of methylene blue (MB) achieved a maximum removal efficiency of 67% at pH 7, and complete regeneration was demonstrated by thermal treatment at 200°C for 1 h. These results highlight the potential of the proposed membrane as a platform for selective adsorption and repeated regeneration under high-temperature wastewater conditions.

초 록: 본 연구에서는 고온 운전과 무용매 열재생이 가능한 흡착 시스템을 제안하기 위하여, 전기방사-전기분사 동시 공정으로 PMIA-SiO₂ 복합 멤브레인을 제작하였다. 전기방사 유량 조절을 통해 균일한 나노섬유-에어로젤 분산 구조와 158 m²/g의 비표면적을 확보하였다. TGA/DTG 분석에서 PMIA는 약 400°C 이상에서 분해가 시작되었고, SiO₂ 에어로젤은 800°C까지 잔류하여 무기 성분의 열적 안정성이 확인되었다. 메틸렌 블루(MB) 흡착 실험에서는 pH 7 조건에서 최대 67% 제거율을 보였으며, 200°C 열처리로 무용매 재생의 유효성이 입증되었다. 이러한 결과는 본 복합 멤브레인이 고온 조건에서 선택적 흡착과 반복 재생이 가능한 기초 플랫폼으로 활용될 수 있음을 시사한다.

Key Words: PMIA-SiO₂ 복합 멤브레인(PMIA-SiO₂ composite membrane), 전기방사-전기분사 동시 공정(Electrospinning/electrospray combined process), 메틸렌 블루 흡착(Methylene blue adsorption), 무용매 재생(Solvent-free regeneration)

1. 서 론

현대 제조 공정에서 배출되는 산업 폐수에는 염료, 계면 활성제, 용매 유래 유기종, 금속 이온 등 난분해성 오염물

이 혼재하며, 이는 색도 상승, 광차단, 독성 부하 증가 등 수질·생태계 영향을 야기한다. 이러한 복합 오염원을 효율적으로 저감하기 위해서는 높은 제거율과 공정 연계성을 동시에 만족하는 처리 기술이 요구된다.

Received 30 September 2025, received in revised form 27 October 2025, accepted 30 October 2025

*Institute of Advanced Composite Materials, Korea Institute of Science and Technology, Chudong-ro, Bongdong-eup, Jeonbuk 55324, Korea

†Corresponding author (E-mail: mwlee0713@kist.re.kr)

이러한 배경에서 산업 폐수의 정화에는 전통적으로 생물학적(미생물 분해), 화학적(응집·산화), 물리화학적(흡착) 방법이 폭넓게 적용되어 왔다. 생물학적 처리는 공정이 친환경적이지만 반응속도가 느리고 고농도·복합 오염원에 취약한 한계를 가진다. 화학적 처리는 빠른 처리 속도와 높은 제거율을 달성할 수 있으나 응집제·산화제 투입으로 인한 2차 오염 위험과 운영비 상승 문제가 뒤따른다. 이에 비해 흡착법은 공정이 단순하고 초기 설비·운영이 상대적으로 경제적이다. 또한 고탁도·다성분 계에서도 일관된 성능을 확보하기 용이하다는 장점이 있어 산업 현장에서 선호된다[1,2]. 다만, 전통적인 흡착 공정은 대체로 상온 기반으로 설계되어, 실제 공정수가 100-200°C 수준의 고온으로 배출되는 경우에는 냉각 단계를 선행해야 한다. 이 냉각 단계는 추가 에너지 소모, 처리 시간 증가, 열교환기 오염·스케일링에 따른 효율 저하 등 운영상 부담을 유발한다.

한편, 포화된 흡착제의 재생은 통상 화학세정(용매, pH 스윙) 혹은 물리적 여과/역세에 의존하며, 공정이 복잡하고 용매성 폐수 발생 등 환경·경제성 측면의 부담이 있다. 이에 대한 대안으로 열처리 기반 무용매(thermal, solvent-free) 재생이 주목받고 있으며, 공정 단계의 단순화와 2차 오염 저감이 가능한 점에서 산업 적용성이 크다[3]. 이러한 맥락에서 냉각 없이 고온 영역에서 바로 작동하고, 포화 후에는 단순 열처리만으로 재생 가능한 고온 안정 흡착 필터에 대한 수요가 빠르게 확대되고 있다.

그럼에도 현용 고온용 여과·흡착 매질에는 뚜렷한 재료적 한계가 존재한다. 스테인리스 스틸 필터는 내열성은 우수하지만, 부식성 환경에서의 수명 저하와 반복 사용 시 오염·스케일링에 따른 재사용성 저하가 지적된다. 세라믹 필터는 내열·내화학성 측면에서 탁월하나 본질적 취성으로 인해 충격·진동 하에서 파손 위험이 높고, 일부 공정에서는 파손 시 파편 유출에 따른 2차 오염 가능성이 있다. 한편 내열성 고분자는 경량·가공 이점에도 불구하고 소재·공정 비용과 대면적·대량 생산의 난이도가 상용화의 제약으로 작용한다. 따라서 내열·내화학성, 기계적 안정성, 흡착 가능성을 동시에 충족하면서도 경량화와 대면적 구현이 가능한 복합 멤브레인 접근이 요구된다.

그럼에도 불구하고, 기존 전기방사 기반 복합 멤브레인 연구들은 대부분 상온 또는 중온($\leq 150^{\circ}\text{C}$) 영역에서의 흡착 및 여과 성능에 초점을 맞추고 있다. 이러한 연구들은 일반적으로 고온 환경에서의 내열성을 확보하기 위해 고분자 기지에 SiO_2 , TiO_2 , Al_2O_3 등의 세라믹 입자를 도입한 고분자-세라믹 복합 멤브레인 형태로 설계된다. 이들 무기 층 진재는 고분자 사슬 이동을 억제하여 고온에서의 수축과 연화를 지연시키고[4], 섬유 네트워크의 기계적 안정성을 보강하며[5], 친수성 또는 광촉매 활성 등 표면 기능을 부여함으로써 염료나 중금속 이온에 대한 흡착·분해 성능을 향상시키는 역할을 한다[6]. 그러나 사용 가능한 온도 범위

가 여전히 제한적이며, 무용매 열재생 가능성을 실증한 연구는 부족한 실정이다.

따라서 본 연구에서는 고온 운전에 필요한 열적 안정성과 흡착 기능을 동시에 충족하기 위해, 전기분사-전기방사 동시 공정을 활용하여 PMIA- SiO_2 에어로젤 복합 멤브레인을 설계하였다. SiO_2 에어로젤은 일반 SiO_2 입자 대비 초다공성 3차원 골격 구조와 높은 비표면적을 가지며, 이를 PMIA 나노웹 위에 균일하게 정착시켜 기계적 지지력과 열적 안정성을 강화하였다. 또한 섬유 직경, 웹 밀도 및 기공 분포를 조절하여 구조를 최적화하였으며, 모델 오염물인 메틸렌 블루(MB)를 대상으로 흡착 거동을 평가하고, 열처리를 통한 무용매 재생 가능성을 검토하였다.

2. 실험

2.1 전기방사 및 전기분사 용액 제조

본 연구에서는 Poly(m-phenylene isophthalamide) (PMIA, $M_w = 150,000$, Sigma-Aldrich), N,N-dimethylacetamide (DMAc, $\geq 95\%$, Sigma-Aldrich), calcium chloride (CaCl_2 , anhydrous, $\geq 96\%$, 삼전순약), 실리카 에어로젤 분말 (비표면적 $460 \text{ m}^2/\text{g}$ 공급사: 광장인더스)을 사용하였다. 모든 시약은 추가 정제 과정 없이 사용하였다.

전기방사용 PMIA 용액을 준비하기 위해 먼저 CaCl_2 를 전체 용액 대비 6 wt%가 되도록 DMAc에 40°C 에서 3시간 교반시켜 용해하였다. 이후, PMIA를 최종 농도가 10 wt%가 되도록 첨가하고 90°C 에서 24시간 이상 교반하여 제조하였다.

실리카 에어로젤 분산액은 DMF(10 g)에 에어로젤 파우더를 첨가한 뒤, probe-type sonicator (Vibra-Cell VCX 750, 500 W, 20 kHz, 13 mm 티타늄 팁, 미국)를 이용하여 제조하였다. 먼저 DMF 대비 2 wt%(0.2 g)의 에어로젤을 첨가하여 1분간 초음파 분산을 수행한 후, 나머지 6 wt%(0.6 g)는 1 wt%(0.1 g)씩 단계적으로 투입하고 각 단계마다 동일하게 1분간 sonication을 실시하였다. 모든 과정은 30% 진폭의 조건으로 진행되었으며, 펄스 모드(5 s on / 5 s off)를 적용하여 온도 상승을 억제하였다. 최종적으로 DMF 대비 총 8 wt%의 농도를 갖는 균일한 에어로젤 분산액을 확보하였다.

2.2 PMIA- SiO_2 복합 멤브레인 제작

PMIA- SiO_2 복합 멤브레인은 Fig. 1과 같이 두 개의 고전압 발생장치를 이용하여 PMIA 용액의 전기방사와 실리카 에어로젤 분산액의 전기분사를 동시에 수행함으로써 제작되었다. 양극은 각각 주사기 바늘에, 음극은 드럼형 집전체에 연결하였으며, 집전체 표면에는 알루미늄 호일을 감아나노섬유 웹의 회수를 용이하게 하였다. 인가 전압, 노즐-기판 거리, 노즐 직경 및 유량은 전기방사 및 전기분사 구체적인 조건은 Table 1에 제시하였다.

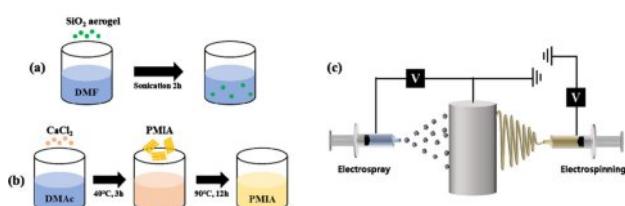


Fig. 1. Schematic of the PMIA-SiO₂ composite membrane fabrication process: solution preparation for (a) electrospinning, (b) electrospraying, and (c) combined electrospinning-electrospraying

Table 1. Experimental parameters for electrospinning and electrospraying processes

	Electrospinning	Electrospraying
Working solution	SiO ₂ aerogel dispersion (8wt%, DMF)	PMIA solution (10wt%, DMAc/CaCl ₂)
Applied voltage (kV)	20	13
Nozzle-collector distance (cm)	10	8
Nozzle diameter (OD/ID, mm)	0.90/0.60	1.27/0.84
Flow rate (ml/h)	0.3	0.5

2.3 분석 방법

제작된 PMIA-SiO₂ 복합 맴브레인의 형태학적 특성은 주사전자현미경(SEM, Nova NanoSEM 450, 미국)을 이용하여 관찰하였으며, 이를 통해 SiO₂ 에어로젤의 분포와 나노섬유 직경을 분석하였다. 사용된 SiO₂ 에어로젤의 화학적 조성은 푸리에 변환 적외선 분광법(FT-IR, FTIR-7600, 미국)으로 확인하였다. 또한, 에어로젤을 수분산시킨 후 제타 전위(zeta potential, Zetasizer Nano ZS, 영국)를 pH 조건에 따라 측정하여 수용액 내에서의 이온 흡착 가능성을 평가하였다.

PMIA-SiO₂ 복합 맴브레인의 MB 흡착 성능을 확인하기 위해, 5-50 ppm 메틸렌 블루 수용액 10 ml에 25 × 40 cm² 크기의 복합 맴브레인을 투입하고 200 rpm에서 교반하였다. MB 수용액의 pH와 교반 시간은 시험 조건에 따라 달리하였다. 흡착 전후 용액의 농도 변화는 자외-가시광선 분광기(UV-Vis, Jasco V-670, 미국)를 이용하여 분석하였다. 용액 농도를 바탕으로 MB 제거 효율(Re)을 계산하였으며, 계산식은 다음과 같다.

$$Re(\%) = \frac{C_0 - C_e}{C_0} \times 100 \quad (1)$$

여기서 C₀와 C_e는 각각 흡착 시험 전과 후의 MB 농도를 나타낸다.

PMIA-SiO₂ 복합 맴브레인의 비표면적 및 평균 기공 직경은 질소 흡착-탈착 등온선으로부터 Brunauer-Emmett-Teller(BET) 분석(BELSOPR-max, 일본)을 통해 산출하였으며, 열적 안정성은 열중량분석기(Thermogravimetric Analysis, TGA; Q50, 미국)로 평가하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 SiO₂ 에어로젤의 화학적 특성

본 연구에서 사용된 에어로젤은 SiO₂ 기반 물질로, Fig. 2(a) FT-IR 스펙트럼에서 1054 cm⁻¹ (Si-O-Si 비대칭 신축), 833/794 cm⁻¹ (Si-O-Si 대칭 신축), 444 cm⁻¹ (Si-O-Si 굽힘) 피크가 확인되었다. 특히 950 cm⁻¹ 부근에 나타나는 어깨(shoulder)는 Si-OH 신축 진동으로, 에어로젤 표면에 실라놀기(= Si-OH)가 존재함을 뚜렷이 시사한다[7,8]. 이러한 표면 특성을 고려하여 pH를 변화시키며 측정한 수분산 용액의 제타 전위(Fig. 2(b))는 전 pH 구간에서 음전하 값을 유지하며, pH 상승과 함께 절대값이 커지는 경향을 보였다. 이는 표면 실라놀기의 해리 반응 Si-OH ⇌ Si-O⁻ + H⁺에 의해 음전하가 부여된 결과로 해석되며[9], 따라서 본 에어로젤은 양전하를 띠는 물질의 흡착에 활용될 수 있는 잠재력을 지님을 확인하였다.

3.2 PMIA-SiO₂ 복합 맴브레인의 구조적 특성

본 연구에서는 복합 맴브레인 내에서 PMIA 지지체와 SiO₂ 에어로젤의 비율을 조절하여 구조적 안정성과 흡착 기능을 동시에 최적화하고자 하였다. 이를 위해 전기분사 조건은 일정하게 유지하여 에어로젤의 주입 안정성을 확보하고, 전기방사 공정에서 PMIA 용액의 유량을 0.1, 0.3, 0.5 mL/h로 변화시켜 섬유 분율을 유도하였다. 이러한 조건 설계를 통해 전기방사 유량이 복합체의 형태학적 및 표면적 특성에 미치는 영향을 체계적으로 평가하였다.

유량 변화에 따른 형태학적 응답은 Fig. 3(a-c)와 같다. 0.1 mL/h의 조건에서 에어로젤 입자의 표면 노출은 용이하였으나, 섬유 네트워크가 저밀도로 형성되어 입자의 결착 안정성이 낮은 한계가 관찰되었다. 반면 0.5 mL/h의 조건에서는 유량 증가로 제트가 굽어져 국소 전기장이 분사 입

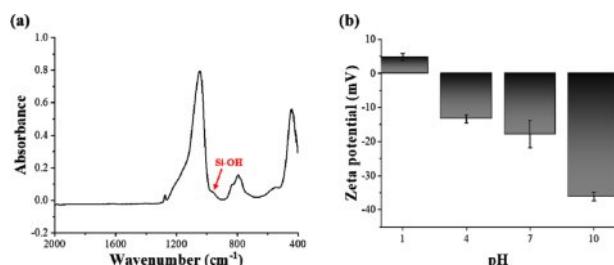


Fig. 2. (a) FT-IR spectrum of SiO₂ aerogel, and (b) zeta potential of SiO₂ aqueous solution

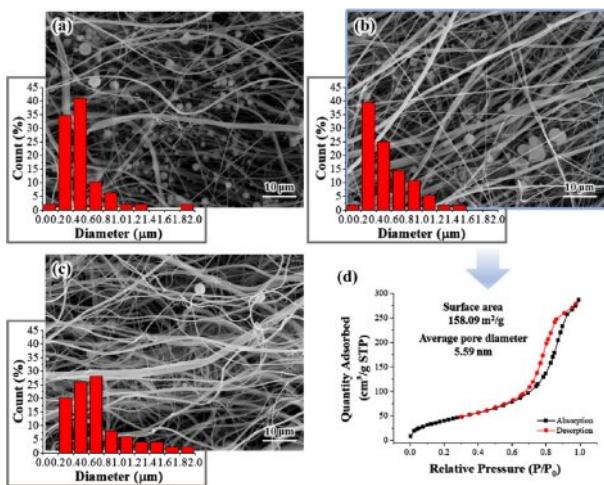


Fig. 3. Morphology and surface characteristics of PMIA–SiO₂ composite membranes at different electrospinning flow rates: SEM images at (a) 0.1, (b) 0.3, and (c) 0.5 mL/h; (d) N₂ adsorption–desorption isotherm and BET analysis of the membrane prepared at 0.3 mL/h

자에 충분히 작용하지 못해 섬유의 직경이 증가하고 불균일하다. 동시에 섬유 부피가 커지면서 입자가 내부로 매립되고, 강한 제트로 인해 주변 기류가 교란되어 분사된 입자의 궤적도 영향을 받는다[10]. 이러한 복합적 요인으로 인해 0.5 mL/h 조건에서는 에어로젤 입자가 표면에 덜 노출되어 SEM 관찰에서 잘 드러나지 않았다. 이에 비해 0.3 mL/h에서는 평균 직경 0.55 μm의 균일한 섬유 구조와 적절한 에어로젤 분산이 확보되어, 안정적인 복합체가 형성되었다.

따라서 전기방사용 PMIA 용액의 유량 조건은 0.3 mL/h가 최적임이 확인되었으며, 이후 분석은 이 조건에서 제조된 PMIA–SiO₂ 멤브레인을 대상으로 수행하였다. 이때 비표면적은 158 m²/g, 평균 기공 직경은 5.29 nm로 나타났다.

3.3 PMIA–SiO₂ 복합 멤브레인의 흡착 성능

흡착 거동은 흡착제의 특성뿐만 아니라 용액 조건과 운전 인자에 따라 달라진다. 본 연구에서는 PMIA–SiO₂ 복합 멤브레인의 흡착 성능을 평가하기 위해 습윤성, 초기 농도, pH, 접촉 시간에 따른 변화를 단계적으로 고찰하였다.

복합 멤브레인의 습윤성은 접촉각 비교를 통해 분석하였다. 접촉각은 PMIA 나노웹 34°에서 PMIA–SiO₂ 복합 멤브레인 27°로 감소하여, SiO₂ 에어로젤 도입에 의한 친수성 향상을 보여준다. 이는 에어로젤의 Si-OH 기반 표면기가 물 분자와 수소결합을 형성하여 표면 자유에너지를 증가시킨 결과로 해석되며, 수처리용 여과 지지체로서 초기 습윤성과 젖은 안정성 확보에 유리하다.

Fig. 4(b)는 초기 농도에 따른 흡착 성능을 나타낸 것이다. 이때 용액의 pH는 7로 고정하였으며, 6시간동안 흡착을 진행하였다. 초기 MB 농도를 5, 30, 50 ppm으로 높일수록 제

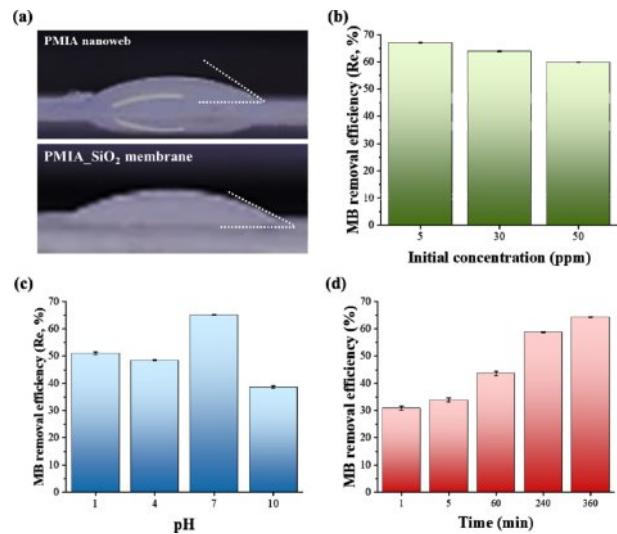


Fig. 4. MB removal performance of PMIA–SiO₂ composite membranes: (a) contact angle, (b) effect of initial MB concentration (pH 7, 6 h), (c) effect of pH (50 ppm, 6 h), and (d) effect of contact time (50 ppm, pH 7)

거율은 각각 67%, 64%, 60%로 감소하였다. 이때 단위 질량 당 흡착량은 각각 5.5 mg/g, 36.0 mg/g, 48.3 mg/g이었다. 이러한 양은 이는 동일한 흡착제 투입량에서 MB 분자의 수가 많아져 활성 흡착 자리가 빠르게 포화되었기 때문이다[11].

Fig. 4(c)에서는 용액의 pH 변화에 따른 흡착 성능을 비교하였다. 초기 MB 농도는 50 ppm, 흡착 과정은 6시간 동안 진행하였다. 제거율은 pH 7에서 가장 높았으며, 이를 제외한 조건에서는 pH가 증가할수록 감소하는 경향을 보였다. 단위 질량당 흡착량은 32.1–55.3 mg/g 범위이다. 이는 높은 pH 조건에서 발생하는 MB의 부분적 응집과 -OH기의 경쟁적 상호작용으로 인해 흡착 접근이 제한되기 때문으로 해석된다. 음전하 표면과 양이온 MB 간 전기적 상호작용을 주요 메커니즘으로 제시한 기존 연구에서도 중성 조건 (pH 7)에서 최대 흡착 효율을 보고한 바 있다[12,13].

Fig. 4(d)는 시간에 따른 흡착 거동을 보여준다. 초기 단위 질량당 흡착량은 약 25.5 mg/g으로, 흡착 시작 1분 이내에 전체의 약 30%가 급속히 진행되었으며, 이후 점진적으로 증가하여 약 6시간 내에 평형(54.6 mg/g)에 도달하였다. 이러한 양상은 초기의 빠른 표면 접촉 단계 이후 내부 확산 지배 단계로 전환되는 전형적인 2단계 흡착 거동으로 해석되며, 이는 기존 연구에서 보고된 MB 흡착 메커니즘과도 부합한다[14,15].

3.4 PMIA–SiO₂ 복합 멤브레인의 열적 특성

고온 공정 배출수/흡착제 재생에서는 최근 열처리 기반 무용매 재생이 대안으로 검토되고 있으며, 공정 단순화와 2차 오염 저감 측면의 이점이 보고되고 있다. 이에 본 연구는 열 재생의 실효성을 검증하고자 PMIA–SiO₂ 복합 멤브레

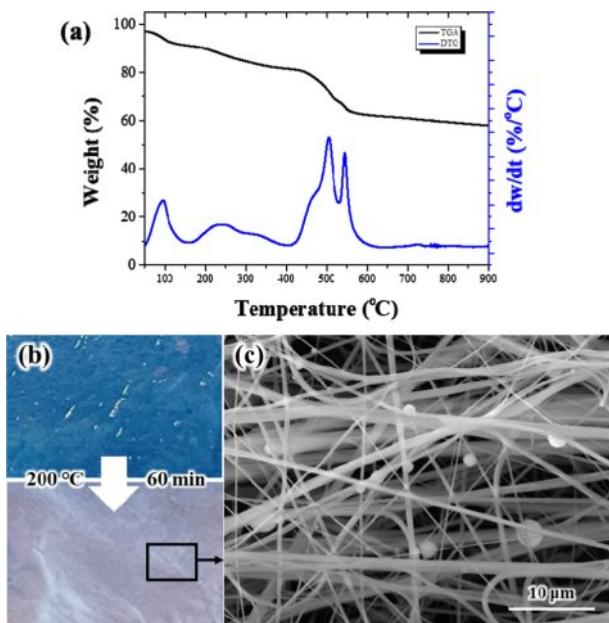


Fig. 5. Thermal stability and structural changes of PMIA–SiO₂ composite membranes: (a) TGA/DTG curves, (b) photographs after MB adsorption (50 ppm, 6 h, pH 7) and heat treatment (200°C, 1 h), and (c) SEM image after heat treatment

인의 열적 안정성을 우선 평가하였다(Fig. 5(a)). TGA/DTG 분석에서 100–200°C 구간은 잔류 CaCl₂ 수화물의 탈수·분해에 기인하였고[16], 약 400°C 이상에서는 PMIA의 주 분해가 시작되었다[17]. 반면, 800°C까지 약 58 %의 잔류 질량이 유지된 것은 SiO₂ 에어로젤의 무기 성분이 열적으로 안정하게 남아 있음을 의미한다.

또한 MB가 약 200°C에서 분해·퇴색한다는 보고를 고려하여[18], 200°C에서 60 min 조건으로 열처리 재생을 수행하였다. 그 결과, 시편의 착색이 소실되어 MB 제거가 확인되었다. Fig. 5(c)는 200°C, 60 min 열처리 후 시편의 SEM 이미지로, 섬유 지지체의 연속성과 섬유 직경이 유지되었으며 섬유 간 융착이나 유의한 수축·균열은 관찰되지 않았다. 다만 표면 노출부에서는 SiO₂ 에어로젤의 국소적 이탈이 관찰되었고, 이는 열적 분해보다는 흡착 과정에서의 고전단교반에 따른 물리적 계면 약화에 기인한 현상으로 해석된다. 그럼에도 불구하고 200°C 조건에서 재생 후에도 멤브레인은 구조적 안정성을 유지하였으며, 이는 PMIA-SiO₂ 복합 멤브레인이 고온 환경에서 반복 재생 가능한 흡착 필터로 활용될 수 있음을 시사한다.

4. 결 론

전기방사-전기분사 동시 공정으로 제작한 PMIA-SiO₂ 복합 멤브레인은 PMIA 나노웹 위에 SiO₂ 에어로젤이 균일하게 정착된 미세다공성 구조를 나타냈으며, 섬유 네트워크

와 입자 분산의 균형이 잘 확보되었다. 이러한 형태학적 특성을 바탕으로, TGA/DTG 분석을 통해 고온 운전에 필요한 열적 안정성을 확인하였다. 이어 수행한 MB 흡착 실험에서는 초기 농도 5 ppm, pH 7, 6시간 흡착 조건에서 최대 67% 제거율을 달성하였다. 또한, 200°C에서 1시간 열처리만으로 잔류 오염물을 제거함으로써 무용매 재생 전략의 실효성을 입증하였다. 종합하면, 제안된 복합 멤브레인은 열적 안정성을 기반으로 고온 공정에서 적용 가능성이 있으며, 양전하성 오염원에 대한 흡착 및 재생 성능을 동시에 갖춘 기초 플랫폼임을 시사한다. 아울러, 연속 운전에서의 처리 지속성 평가, 다회 열재생 내구성 검증, 표면 작용기 조절을 통한 선택성 고도화가 수행된다면, 본 기술의 산업 적용성과 활용 범위는 한층 확대될 것으로 판단된다.

후 기

본 연구는 한국과학기술연구원(KIST) 기관고유사업의 지원으로 수행된 결과이며, 이에 진심으로 감사드립니다.

본 연구는 대한민국 정부 산업통상자원부 및 방위사업청 재원으로 민군협력진흥원에서 수행하는 민군기술협력 사업의 연구비 지원으로 수행되었습니다. (협약번호 23-SN-FM-02)

REFERENCES

1. Satyam, S., and Patra, S., "Innovations and challenges in adsorption-based wastewater remediation: A comprehensive review," *Helijon*, Vol. 10, No. 9, 2024, e29573.
2. Kumar, A., Indhur, R., Sheik, A.G., Krishna, S.B.N., Kumari, S., and Bux, F., "A review on conventional and novel adsorbents to boost the sorption capacity of heavy metals: current status, challenges and future outlook," *Environmental Technology Reviews*, Vol. 13, No. 1, 2024, pp. 521-543.
3. Wang, Y., Wu, G., Zhang, Y., Su, Y., and Zhang, H., "The deactivation mechanisms, regeneration methods and devices of activated carbon in applications," *Journal of Cleaner Production*, Vol. 476, 2024, pp. 143751.
4. Kim, Y.-G., Jeong, B.G., Park, B.J., Kim, H., Lee, M.W., and Jo, S.M., "Electrospun silicon dioxide/poly (vinylidene fluoride) nanofibrous membrane comprising a skin multicore-shell nanostructure as a new high-heat-resistant separator for lithium-ion polymer batteries," *Polymers*, Vol. 16, No. 13, 2024, pp. 1810.
5. Lu, X., Lin, P., Huang, Y., He, X., Yi, C., Sun, J., Farid, M.U., An, A.K., and Guo, J., "Advances in Electrospun Nanofibrous Aerogels: Pioneering Methods, Versatile Applications, and Future Horizons," *Advanced Fiber Materials*, Vol. 7, 2025, pp. 1350-1382.
6. Hassan, H.M., Alsohaimi, I.H., El-Aassar, M., El-Hashemy, M.A., El-Sayed, M.Y., Alotaibi, N., Betiha, M.A., Alsuhybani, M., and Alenazi, R.A., "Electrospun TiO₂-GO/PAN-CA nano-

- fiber mats: A novel material for remediation of organic contaminants and nitrophenol reduction," *Environmental Research*, Vol. 234, 2023, pp. 116587.
7. Liu, H., Kaya, H., Lin, Y.T., Ogrinc, A., and Kim, S.H., "Vibrational spectroscopy analysis of silica and silicate glass networks," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 105, No. 4, 2022, pp. 2355-2384.
 8. Innocenzi, P., "Infrared spectroscopy of sol-gel derived silica-based films: a spectra-microstructure overview," *Journal of non-crystalline solids*, Vol. 316, No. 2-3, 2003, pp. 309-319.
 9. Marchioro, A., Bischoff, M., Lütgebaucks, C., Biriukov, D., Předota, M., and Roke, S., "Surface characterization of colloidal silica nanoparticles by second harmonic scattering: Quantifying the surface potential and interfacial water order," *The Journal of Physical Chemistry C*, Vol. 123, No. 33, 2019, pp. 20393-20404.
 10. Munawar, M., Nilsson, F., and Schubert, D., "Tunable diameter of electrospun fibers using empirical scaling laws of electrospinning parameters," *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 329, 2025, pp. 130009.
 11. Al-Saeedi, S.I., Areej, A., Qamar, M.T., Alhujaily, A., Iqbal, S., Alotaibi, M.T., Aslam, M., Qayyum, M.A., Bahadur, A., and Awwad, N.S., "Isotherm and kinetic studies for the adsorption of methylene blue onto a novel Mn_3O_4 - Bi_2O_3 composite and their antifungal performance," *Frontiers in Environmental Science*, Vol. 11, 2023, pp. 1156475.
 12. Mustapha, O.R., Osobamiro, T.M., Sanyaolu, N.O., and Alabi, O.M., "Adsorption study of Methylene blue dye: an effluents from local textile industry using *Pennisetum purpureum* (elephant grass)," *International Journal of Phytoremediation*, Vol. 25, No. 10, 2023, pp. 1348-1358.
 13. Dinh, N.T., Vo, L.N.H., Tran, N.T.T., Phan, T.D., and Nguyen, D.B., "Enhancing the removal efficiency of methylene blue in water by fly ash via a modified adsorbent with alkaline thermal hydrolysis treatment," *RSC advances*, Vol. 11, No. 33, 2021, pp. 20292-20302.
 14. Mohammadzadeh, F., Golshan, M., Haddadi-Asl, V., and Salami-Kalajahi, M., "Adsorption kinetics of methylene blue from wastewater using pH-sensitive starch-based hydrogels," *Scientific Reports*, Vol. 13, No. 1, 2023, pp. 11900.
 15. Hkiri, K., Mohamed, H.E.A., Abodouh, M.M., and Maaza, M., "Experimental and theoretical insights into the adsorption mechanism of methylene blue on the (002) WO_3 surface," *Scientific Reports*, Vol. 14, No. 1, 2024, pp. 26991.
 16. Karunadasa, K.S., Manoratne, C., Pitawala, H., and Rajapakse, R., "Relative stability of hydrated/anhydrous products of calcium chloride during complete dehydration as examined by high-temperature X-ray powder diffraction," *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, Vol. 120, 2018, pp. 167-172.
 17. Zhang, X., Tang, X., Wang, R., Wang, R., Yan, X., and Shi, M., "Thermal degradation behaviors and fire retardant properties of poly(1, 3, 4-oxadiazole)s (POD) and poly(m-phenylene isophthalamide)(PMIA) fibers," *Fibers and Polymers*, Vol. 18, No. 8, 2017, pp. 1421-1430.
 18. Delgado, B., Carrêlo, H., Loureiro, M.V., Marques, A.C., Borges, J.P., and Cidade, M.T., "Injectable hydrogels with two different rates of drug release based on pluronic/water system filled with poly(ϵ -caprolactone) microcapsules," *Journal of Materials Science*, Vol. 56, No. 23, 2021, pp. 13416-13428.