



KOMBINACE VÝROBY VLÁKENNÝCH VRSTEV TECHNOLOGIÍ MELT BLOWN A STŘÍDAVÉHO ELEKTROSTATICKÉHO ZVLÁKŇOVÁNÍ

Diplomová práce

Studijní program: N3106 – Textilní inženýrství
Studijní obor: 3106T018 – Netkané a nanovláknenné materiály
Autor práce: **Bc. Jan Kovačičin**
Vedoucí práce: Ing. Ondřej Novák, Ph.D.





TECHNICAL UNIVERSITY OF LIBEREC
Faculty of Textile Engineering ■

COMBINATION OF TWO NONWOVEN PROCESSES, MELT BLOWN TECHNOLOGY AND AC ELECTROSPINNING

Diploma thesis

Study programme: N3106 – Textile Engineering
Study branch: 3106T018 – Nonwoven and Nanomaterials
Author: **Bc. Jan Kovačičin**
Supervisor: Ing. Ondřej Novák, Ph.D.



ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Jan Kovačičin**
Osobní číslo: **T13000129**
Studijní program: **N3106 Textilní inženýrství**
Studijní obor: **Netkané a nanovláknenné materiály**
Název tématu: **Kombinace výroby vláknenných vrstev technologií melt blown a střídavého elektrostatického zvlákňování**
Zadávací katedra: **Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

- 1) Seznamte se s problematikou technologie výroby melt blown a elektrostatického zvlákňování s důrazem na střídavé elektrostatické zvlákňování a vypracujte literární rešerši na toto téma.
- 2) Seznamte se s praktickou přípravou vláknenných vrstev pomocí obou metod.
- 3) Navrhněte vhodné uspořádání technologií (melt blown a střídavého elektrostatického zvlákňování) umožňující současnou produkci mikro a nanovláken a na základě získaných výsledků jej vhodně optimalizujte.
- 4) Připravte vláknenné materiály kombinující obě technologie a analyzujte jejich vybrané vlastnosti.
- 5) Diskutujte získané výsledky.

Rozsah grafických prací:

Rozsah pracovní zprávy:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

- 1) Ziabicki Andrzej: **Fundamentals of fibre formation. A Wiley-Interscience Publication, 1976, ISBN 0 471 98220 2**
- 2) Anthony L. Andrady: **Science and Technology of Polymer Nanofibers. John Wiley & Sons publication, 2008, ISBN 978-0-471-79059-4, (kapitola 1 a 2)**
- 3) Ramakrishna S.: **Electrospinning and nanofibers. World Scientific Publishing, 2005, ISBN 981-256-415-2**
- 4) Hsueh-Chia Chang: **Assembly of multi-stranded nanofiber threads through AC electrospinning. Advanced materials, pp. 349-354, 2009.**
- 5) Pokorný P., Kostáková E., Saneterník F., Mikes P., Chvojka J., Kalous T., Bílek M., Pejchar K., Valtera J., Lukáš D.: **Effective AC needleless and collectorless electrospinning for yarn production. Physical Chemistry Chemical Physics, 16 (48), pp. 26816-26822, 2014.**

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Ondřej Novák, Ph.D.

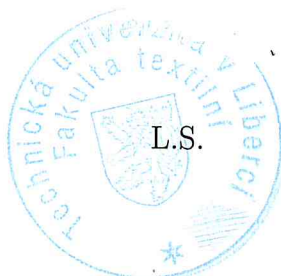
Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů

Datum zadání diplomové práce: **17. června 2014**

Termín odevzdání diplomové práce: **14. května 2015**



Ing. Jana Drašarová, Ph.D.
děkanka



prof. RNDr. David Lukáš, CSc.
vedoucí katedry

V Liberci dne 17. června 2014

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé diplomové práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že tištěná verze práce se shoduje s elektronickou verzí, vloženou do IS STAG.

Datum: 14. 05. 2015

Podpis: Bc. Jan KOVAČIČIN

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji především vedoucímu práce, doktoru Novákovi, za jeho pomoc s tvorbou diplomové práce, dále pak doktoru Pokornému za pomoc s technologií střídavého elektrostatického zvlákňování a Filipovi Sanetrníkovi za pomoc při praktických provedeních experimentů v poloprovozu KNT. Obrovské poděkování patří mé rodině za trpělivost a podporu, které se mi od ní při tvorbě této práce velkoryse dostávalo. Další díky patří kolektivu KNT za pomoc při měřeních a konzultacích.

ANOTACE

Diplomová práce se zabývá výzkumem a vývojem dvou klasických metod výroby netkaných vlákněných struktur, konkrétně jejich kombinací. Těmito metodami jsou melt blown a střídavým proudem modifikovaná metoda elektrostatického zvlákňování. Každá z těchto metod má svá specifika a výhody. Přínos z kombinace těchto metod by v ideálním případě měl být synergetickým efektem kombinujícím vlastnosti stávající ve vlastnosti nové. Očekávané zlepšení by mělo být především v porózitě – filtračních vlastnostech takto vytvořené struktury.

ANOTTATION

This thesis describes the development method combines two classical nonwoven fiber forming method. Those method are melt blown and by AC current modified electrospinning. Each of those methods has specific properties and advantages. In case of success we expect final fiber material with combination of properties of both methods, in best there will be synergetic effect of combination two elements. We expect enhanced features in porosity and filtration.

KLÍČOVÁ SLOVA

Melt blown, střídavé elektrostatické zvlákňování, elektrostatické zvlákňování, mikrovlákna, nanovlákna, zvlákňování.

KEY WORDS

Melt blown, electro spinning, AC electro spinning, micro fibre, nano fibre, spinning.

Obsah

ÚVOD A CÍLE PRÁCE	- 9 -
I. REŠERŠNÍ ČÁST	- 10 -
1. Úvod do polymerů	- 10 -
1.1. Definice polymeru	- 10 -
2. Fyzikální veličiny a sledované parametry	- 11 -
2.1. Molární hmotnost.....	- 11 -
2.2. Koncentrace roztoku	- 12 -
2.3. Průměr vláken	- 12 -
2.4. Zvlákňovací metoda MELT BLOWN	- 13 -
2.5. Zvlákňovací metoda elektrospinning – elektrostatické zvlákňování.....	- 17 -
2.6. Zvlákňovací metoda střídavého elektrostatického zvlákňování	- 19 -
3. Literární rešerše článků, patentů a publikací s podobným tématem.....	- 20 -
3.1. Metody založené na střídavém elektrostatickém zvlákňování.....	- 20 -
3.2. Metody založené na asymetrickém střídavém elektrospinningu	- 25 -
3.3. Metody využívající střídavého napětí při elektrospřádání.....	- 27 -
II. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	- 30 -
4. Použité materiály a příprava zařízení	- 31 -
4.1. PCL – Polykaprolakton.....	- 31 -
4.2. PVB - Polyvinyl butyral	- 32 -
4.3. Příprava zařízení melt blown	- 32 -
4.4. Příprava zařízení pro střídavé elektrostatické zvlákňování	- 35 -
4.5. Navržení metody kombinování zvlákňovacích metod.....	- 40 -
4.6. Metoda 1 – Střídavé elektrostatické zvlákňování v podmínkách melt blownu ..	- 40 -
4.7. Metoda 2 – melt blown s elektrostatickým zařízením	- 46 -
4.8. Metoda 3 – melt blown s elektrostatickým zařízením varianta A a B pod osou -	50 -
4.9. Metoda 4 – melt blown s elektrostatickým zařízením v ochranném krytu	- 53 -
4.10. Metoda 5 – melt blown s elektrostatickým zařízením s ochrannou zástěnou ..	- 56 -
5. Testování vytvořených materiálů	- 60 -
5.1. Obrazová analýza.....	- 61 -
5.1.1. Výsledky stanovení průměru mikrovláken v kompozitu	- 61 -
5.1.2. Stanovení průměru submikronových vláken v kompozitu.....	- 63 -
5.1.3. Výsledky stanovení průměru vláken kompozitní vrstvy.....	- 64 -
5.2. Stanovení hmotnostního poměru vláken.....	- 68 -
5.2.1. Stanovení poměru pomocí vymývání jedné složky.....	- 68 -
5.2.2. Stanovení poměru pomocí výpočtu produktivity	- 69 -

5.3. Výsledky stanovení pevnosti vlákenných svazků v tahu	- 71 -
5.4. Smáčivost.....	- 74 -
5.5. Filtrační vlastnosti.....	- 76 -
III. DISKUZE	- 78 -
IV. ZÁVĚR A DOPORUČENÍ	- 80 -
CITOVANÁ LITERATURA	- 84 -
SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A VÝRAZŮ:.....	- 86 -

ÚVOD A CÍLE PRÁCE

Cílem této práce bylo provedení výzkumu a vývoje zařízení kombinujícího metodu výroby vlákenných vrstev s vývojovým zařízením na výrobu nanovláken pomocí střídavého elektrostatického zvlákňování. K tomu byl proveden rešeršní přehled literatury a shrnuty poznatky zejména z oblasti střídavého elektrostatického zvlákňování, popřípadě již provedených pokusů obdobných či podobných principů. Byl zde shrnut princip použitých metod a aplikovaných parametrů. Přehled o již publikovaném výzkumu byl zhotoven z důvodu ujištění, že se bude pracovat s novými a relevantními poznatky. Bylo navázáno na již vyvinuté či vyvíjené metody, jakou je v podstatě i celá metoda střídavého elektrostatického zvlákňování, kde bylo navázáno na aktuální výzkum, přičemž použitá metoda střídavého elektrostatického zvlákňování je v současné době ve fázi výzkumu a vývoje. Proto bylo důležité pečlivě tuto oblast sledovat a aplikovat při této práci všechna vhodná řešení, která jsou k dispozici. Při snaze o zkombinování dvou odlišných metod výroby netkaných vlákenných vrstev jsme zvolili jako základní metodu strojově relativně náročnou a rozměrnou technologii melt blown, jež produkuje mikrovláknou vrstvu v proudu horkého vzduchu, která se následně zachytává na kolektoru. Právě do tohoto základu matice z nanovláken byla zakomponována nanovlákná vytvořená za pomoci střídavého elektrostatického zvlákňování. Vzhledem k velikostem, poměru velikostí a složitosti aparatur byla snaha o začlenění aparatury elektrostatického zvlákňování tak, aby byla zakomponována do vyzkoušené a funkční konfigurace zařízení melt blown. Snaha tedy byla nalézt vhodnou kombinaci dvou odlišných technologií vytvářejících jeden produkt sestávající z mikro a nanovláken. Na takovou metodu byly kladeny nároky na její funkčnost a opakovatelnost. Důležitá byla také nenáročnost nastavení a provozování. Snaha byla co nejvíce se těmito požadavkům přiblížit, aby získané poznatky mohly položit základ pro budoucí průmyslové uplatnění. V průběhu vývoje byly sledovány parametry vznikající vrstvy, zejména stupeň promísení vláken a jejich vzájemné zastoupení. Dokonalé promísení a velké procentuální zastoupení nanovláken je příslibem pro nové aplikace v různých odvětvích průmyslu a v lékařství, a může přinést výrazné zlepšení nabídky stávajících produktů.

I. REŠERŠNÍ ČÁST

Rešeršní část je zaměřena na získání přehledu, upřesnění pojmů a především na zmapování jak teoretického tak aplikovaného výzkumu v oblasti melt blownu, elektrostatického zvlákňování a fyzikálních principů s těmito způsoby výroby vláknenných struktur spojených. V rešeršní části tedy poskytneme náhled na základní principy a problémy spojené s tématem této diplomové práce.

1. Úvod do polymerů

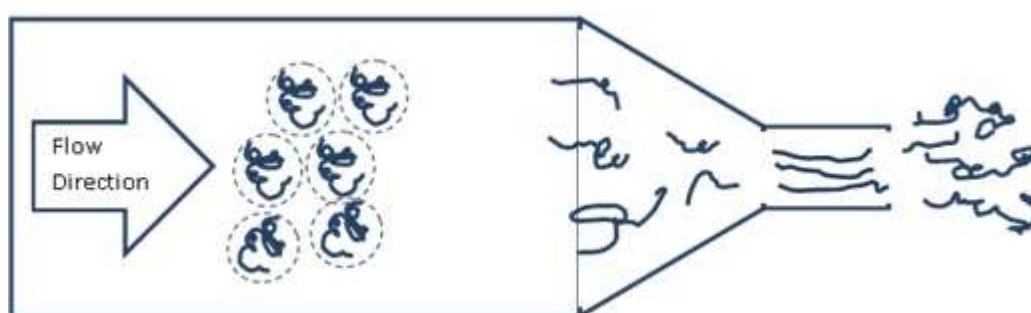
Polymer není jenom mnoho monomerů spojených dohromady, je to především chemická sloučenina, materiál, který umožňuje život v takové podobě v jaké ho známe. Právě polymer nám umožňuje život jako takový, ale zároveň nám nenahraditelným způsobem život usnadňuje a pomáhá při vylepšování jeho kvalit. Příkladem je polymerní řetězec DNA, ze kterého vznikají další polymerní „součástky“ jako kůže, vlasy, srst. V podstatě lze říci, že „všude kam se podíváme, vidíme polymery“. Dnešní doba je dobou polymerní, vyrábíme a zpracováváme takové objemy polymerů, že si jenom těžko lze představit něco, co by je mohlo nahradit. Dokonce lze říci, že se současným trendem konzumního života, rozvojem průmyslových aplikací polymerů do nových odvětví a nahrazováním klasických materiálů jako je kov, dřevo a sklo za polymery, rozhodně nebude polymerních materiálů ubývat, ba naopak. S jistotou lze říci, že objemy polymerů vyrobených i zpracovaných budou nadále růst, a jejich množství na každého obyvatele planety bude stále stoupat. To, co odlišuje naši planetu v poměrně pustém a nepolymerním vesmíru, není jenom záliba obyvatel v násilí a lásce, ale také v polymerech. Lze tedy doufat, že nás případné rozumné bytosti nenazvou nějak hanlivě podle našich vlastností, ale třeba bytostmi polymerními čili „ontos polymer“ či „homo polymer“.

1.1. Definice polymeru

Polymery mohou být definovány např. takto: „Polymery jsou makromolekulární látky složené z dlouhých řetězců molekul s opakujícími se jednotkami monomerů“. Jednotlivé segmenty jsou většinou vzájemně vázány kovalentními vazbami [1]. Jsou to tedy dlouhé lineární útvary složené ze stejných či různých avšak podobných stavebních prvků. Právě jejich délka jim dává jejich specifické tak unikátní vlastnosti. Tyto makromolekuly nemusí být pouze napřímené nebo paralelní. Vyskytují se mnohdy v útvarech podobných klubku, přičemž se tyto útvary mohou vzájemně proplétat. Často se také vytvářejí různé pravidelné struktury - monokrystaly. Právě vnitřní uspořádání makromolekul polymeru může zásadně změnit vlastnosti, to znamená, že pokud je ze stejného materiálu vyrobeno vlákno

- s paralelně uspořádanými makromolekulami,
- s makromolekulami ve tvaru propletených klubek,
- s převahou monokrystalů ve formě lamel,

budou mít všechny tři chemicky totožné materiály odlišné mechanické, chemické a fyzikální vlastnosti. Proto je velmi důležitá i struktura polymeru, která je ovlivnitelná zejména podmínkami procesu zvlákňování a bezprostředně následujícími procesy. Uveďme například dloužení, jehož prvotním účelem není získání delšího vlákna, nýbrž doslova natáhnutí, roztáhnutí „klubka“ makromolekuly polymeru, a tím vytvoření paralelních makromolekulárních řetězců napřímených ve směru podélné osy vlákna.



Obr. 1 – Princip dloužení při zvlákňování polymeru. Obrázek převzat [2]

Jak je patrné z *Obr. 1*, při samotném zvlákňování polymeru dochází k napřimování a paralelizaci makromolekul. Výsledkem procesů zvlákňování a dloužení jsou tedy více či méně orientované vnitřní struktury.

2. Fyzikální veličiny a sledované parametry

V této části budou popsány fyzikální veličiny a parametry, které jsou používány pro popis chemických, strukturních či fyzikálních vlastností používaných materiálů. Jedná se o veličiny, které jsou pro tuto práci významné, a setkáváme se s nimi při praktické výzkumné části.

2.1. Molární hmotnost

Molární hmotnost M je fyzikální veličina, která udává hmotnost jednoho molu. Je to tedy poměr hmotnosti m [Kg] a látkového množství n [mol]. Látkové množství n vychází z počtu částic, které má právě 12 g izotopu uhlíku ^{12}C (přibližně $6,022 \cdot 10^{23}$). Tedy kolik váží $6,022 \cdot 10^{23}$ elementárních částic dané látky

$$M = \frac{m}{n} \left[\frac{g}{mol} \right] \quad (1).$$

2.2. Koncentrace roztoku

Koncentrace roztoku je veličina, která významně ovlivňuje určité parametry, např. viskozitu a povrchové napětí, s nimiž dále souvisí zpracovatelnost a zvláknitelnost. Koncentrace může být hmotnostní nebo objemová. Koncentrace se stanoví jako poměr hmotnosti dané látky k hmotnosti jejího rozpouštědla. Níže uvedený vztah je pro koncentraci hmotnostní, tedy koncentraci vyjádřenou poměrem hmotnosti složky polymeru k hmotnosti jejího rozpouštědla. V případě vynásobení číslem 100 získáme hodnotu koncentrace v procentech.

$$c_{hm.} = \frac{m_{pol.}}{m_{rozp.}} [-] * 100 [\%]$$

Další vzorec je znázorněním vztahu pro určení koncentrace na základě objemů, tj. objemu polymeru k objemu rozpouštědla. Po vynásobení číslem sto získáme koncentraci v procentech.

$$c_{obj.} = \frac{V_{pol.}}{V_{rozp.}} [-] * 100 [\%]$$

S koncentrací makromolekul na jednotku objemu, tedy hustotou makromolekul, poroste také viskozita roztoku. Je jasné, že vzájemná interakce a proplétání makromolekul bude intenzivnější se vzrůstající koncentrací. Je známo, že při nízkých koncentracích nedochází ke zvláknování, neboť makromolekuly jsou příliš vzdáleny, tudíž při procesu zvláknování a odpařování rozpouštědla nejsou schopny držet při sobě, jsou překonány silami povrchového napětí a vlákno se rozpadá na malé kapičky. Naopak příliš vysoká koncentrace (viskozita) neumožní s roztokem pracovat, protože síly mezi makromolekulami jsou tak velké, že nedovolí efektivní zvláknování.

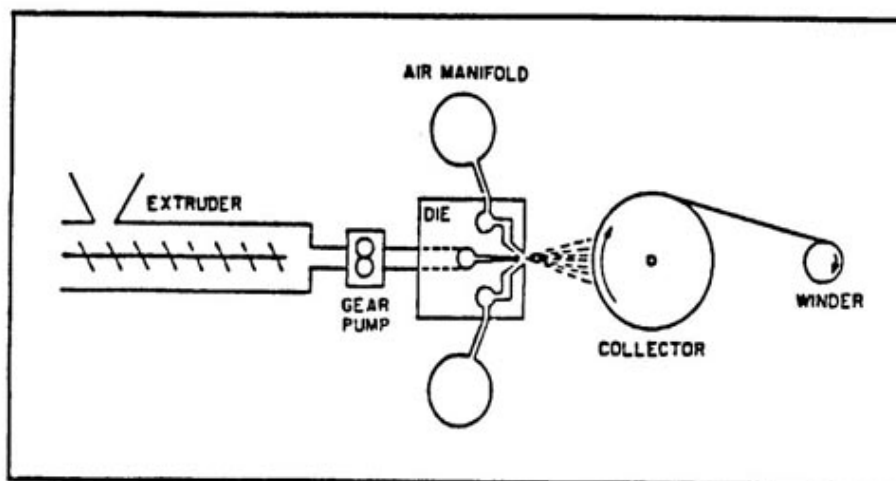
2.3. Průměr vláken

Průměr vláken je jeden z velmi často používaných pojmů. V podstatě nám průměr vláknenných útvarů zařazuje vlákno do kategorie mikro či nano atd. Od velikosti průměru

vlákna se odvíjí mnoho dalších velmi důležitých parametrů. Např. průměr vláken ve vlákenné vrstvě určuje takové vlastnosti, jakými jsou velikost póru a měrný povrch. Platí, že se zmenšujícím se průřezem (průměrem) vlákna roste velikost plochy vlákenného útvaru na jednotku hmotnosti, tzv. měrný povrch, a také klesá střední velikost póru. Průměr vláken tedy ovlivní např. filtrační vlastnosti, transportní vlastnosti apod. Velké plocha povrchu u malých vláken se také ukazuje jako výhodná pro aplikace v tkáňovém inženýrství při vytváření tzv. scaffoldů, na kterých se množí buňky pro biologické náhrady tkání. Zde obdobně jako u filtrace zajistí velký měrný povrch místo pro zachycení rostoucích buněk a tedy vyplnění objemu požadovanou biologickou hmotou. Průměry vláken pro tyto účely lze s výhodou zjišťovat obrazovou analýzou snímků pořízených skenovací elektronovou mikroskopií (SEM), kde se za pomoci vhodného softwaru jednoduchým postupem změří průměry. Výsledky měření je možno exportovat a následně statisticky zpracovat. Pro účely této práce byl použit software ImageJ, který výsledky ukládá do formátu tabulkového procesoru. Tyto výsledky nám ovšem nevypovídají o profilu vlákna, tj. pokud nejsou jejich průřezy kružnice nebo alespoň kružnicím podobné nelze přesně odvodit jejich obvod.

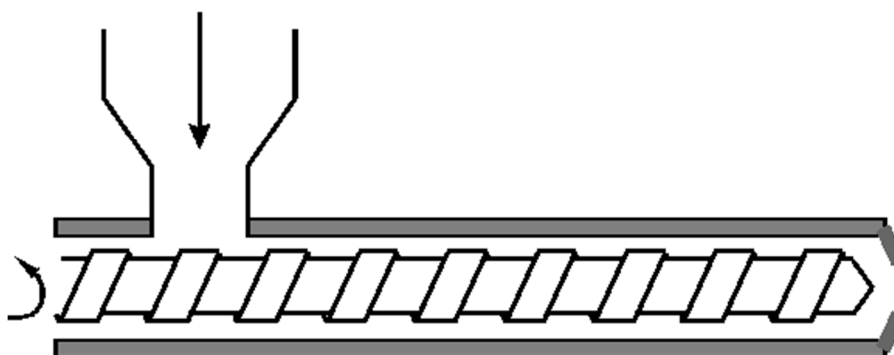
2.4. Zvlákňovací metoda MELT BLOWN

Melt blown je velmi rozšířená a populární metoda výroby netkaných textilních vrstev, zejména díky její vysoké produktivitě a vysoké jemnosti vláken. Touto metodou se dají vyrábět vrstvy s průměry vláken řádově v jednotkách až desítkách mikrometru, ale při jisté modifikaci zařízení lze produkovat také submikronová vlákna. Tato relativně nová metoda byla vyvinuta v roce 1950. Do dnešní doby je intenzivně zdokonalována a zkoumána na mnoha vědeckých pracovištích. Princip metody spočívá v přivádění polymeru ve formě prostřednictvím extrudéru do zvlákňovací trysky, kde je vytlačován, následně unášen a dlužen proudem horkého vzduchu, který jej unáší až ke sběrnému kolektoru (bubnu, pásu, dopravníku), ze kterého je vyrobená vrstva odebírána. V případě trysek o velké šíři jsou pro zajištění rovnoměrného tlaku používána zubová čerpadla pro jednotlivé sekce trysky.



Obr. 2 – Schematické znázornění principu procesu melt blown. Granulovaný polymer je odebírán ze zásobníku nalevo směrem dolů do šnekového podavače – extrudéru, kde je bez přítomnosti vzduchu taven a vlačován do trysky, za kterou je po zvláknění pomocí proudu vzduchu unášen a dlužen, následně zachycen na rotujícím kolektoru a odváděn k dalšímu zpracování. Obrázek převzat [3]

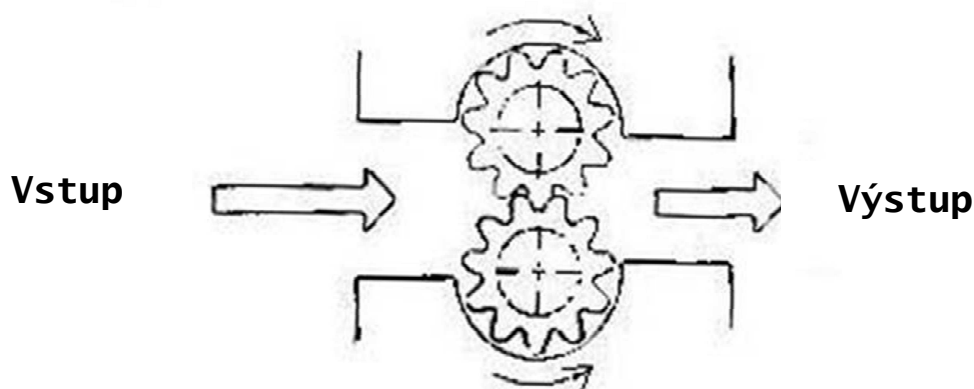
Výrobní cesta při procesu melt blown začíná v zásobníku, který zajišťuje plynulé dávkování granulami polymeru. Dále pokračuje extrudérem (viz Obr. 3), což je šnekový podavač vodící tavený materiál. Při působení tepla a tlaku je přirozeně vytlačován a odstraňován vzduch z polymeru.



Obr. 3 – Princip extrudéru. Obrázek převzat [4]

Za extrudérem obvykle následuje čerpadlo nebo soustava čerpadel zajišťující konstantní průtok polymeru na celou šíři trysky, která může dosahovat až několika metrů. Zpravidla se používá tzv. zubové čerpadlo (viz Obr. 4). Zubové čerpadlo žene polymer ve

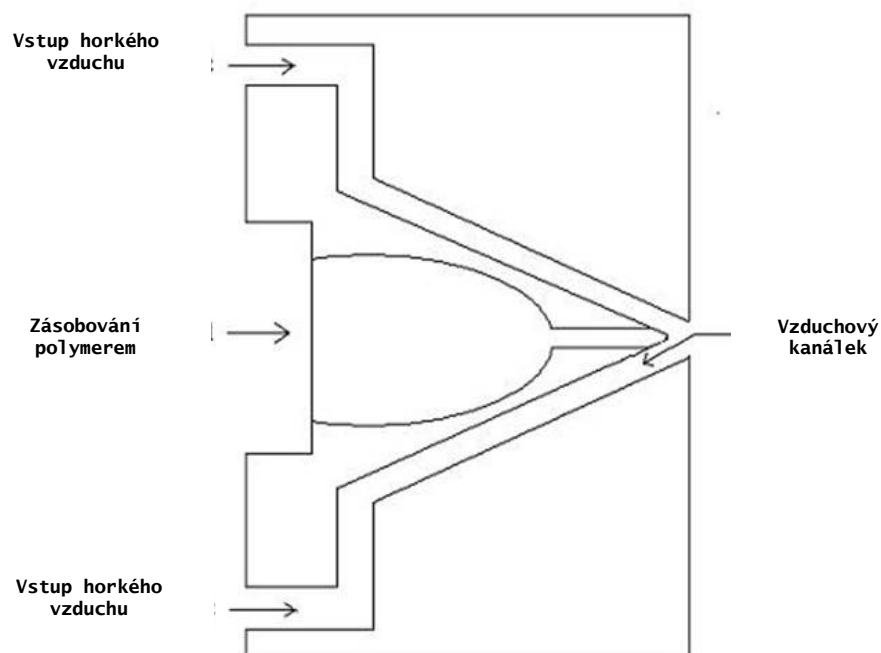
volném prostoru mezi jednotlivými zuby ve směru otáčení kol, zpátky se již nedostane, protože volný prostor mezi zuby je vyplněn zuby druhého z hnacích ozubených kol.



Obr. 4 - Princip zubového čerpadla, jenž zajišťuje konstantní průtok taveniny po celé šíři rozměrných trysek. Obrázek převzat [5]

Za čerpadlem by již neměl být v polymeru žádný vzduch ani nehomogenní části taveniny. Pro odstranění případného vzduchu může být do cesty polymeru přidáno síto, které pomůže odstranit vzduch a případné nečistoty.

Následuje vtlačování polymeru do trysky, která má na konci zvlákňovací otvory. Schematicky je tryska naznačena na *Obr. 5*. Zvlákňovací otvory jsou obvykle v řádech desetin milimetru, což dělá z trysky vzhledem k velkému počtu otvorů a tedy i náročnosti výroby velmi nákladnou záležitost.



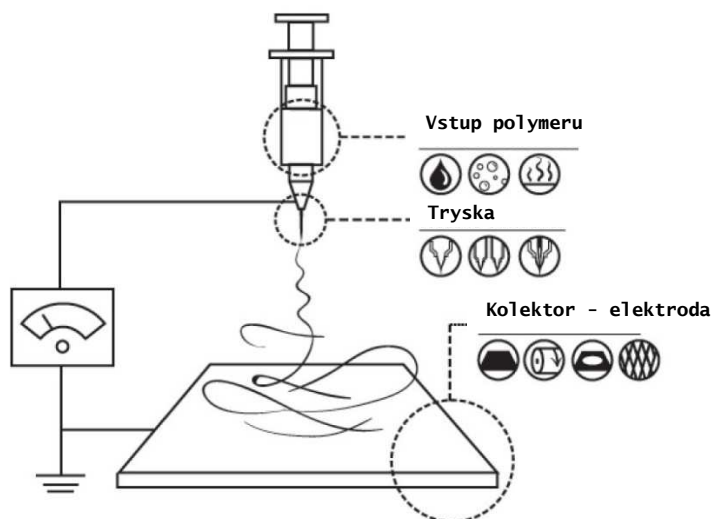
Obr. 5 – Zvlákňovací tryska systému melt blown. Obrázek převzat [5]

Bezprostředně ke zvlákňovacím otvorům je přiváděn vysokou rychlostí vzduch z obou stran trysky. Tento vzduch v podstatě zachytává cokoli, co se octne za tryskou, a unáší to směrem od trysky. Takto vytvořený vzduchový proud uděluje již zvlákňnému polymeru velké zrychlení, které vlákna dluží. Prodloužení a tedy určení výsledného průměru vláken je nejmarkantnější zejména hned za tryskou, kdy se vláknům udělí právě největší zrychlení. Dloužení ovšem pokračuje i po této fázi při vzájemných interakcích mezi vlákny, jakými jsou srážky a následné odrazy nebo spojování jednotlivých fibril. [6]

Proud vláken unášených vzduchem je ještě nutné převést do vhodné formy pro další zpracování. Toto se nejčastěji děje zachycováním na podsávaném dopravníku. Následně se aplikuje kalandrování pro zajištění požadované pevnosti vrstvy jako celku, tj. vzájemné soudržnosti jednotlivých vláken ve vrstvě. Meltblownová vlákna mohou být kombinována s další technologií, např. SpunBond, s následným zpevněním kalandrem. Vrstva je poté navíjena a dále formátována na požadovaný rozměr. Na stejném principu funguje zvlákňování na podklad, např. na vrstvu textilie. Ta se zvlákňuje a společně se odvádí. Obě vrstvy již mohou tvořit výsledný produkt nebo meziprodukt, který je dále zpracováván dalšími textilními procesy.

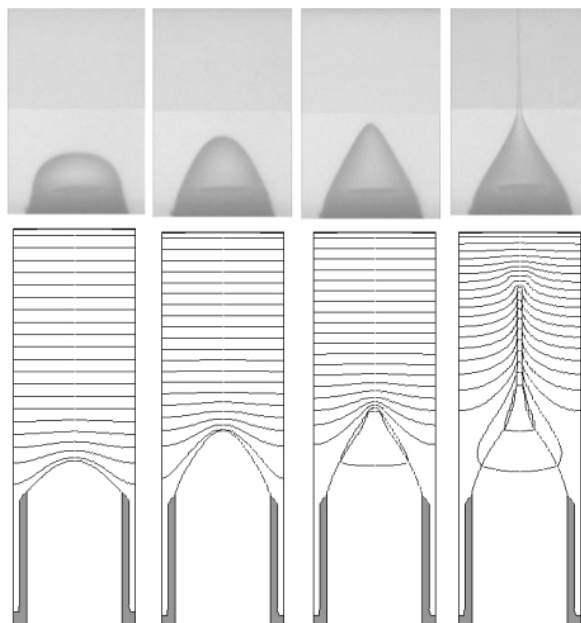
2.5. Zvlákňovací metoda elektrospinning – elektrostatické zvlákňování

Elektrospinning neboli elektrostatické zvlákňování je metoda výroby ultra jemných vláken pomocí přitažlivých sil elektrického náboje. Průměry vláken se mohou pohybovat v rozsahu 10 až 100 nanometrů. Tato metoda je principiálně jednoduchá, s malými energetickými nároky umožňuje vytváření vrstev nanovláken. Při modifikaci této laboratorní metody, například Nanospider™ [7], lze vytvářet nanovláčkové vrstvy pro průmyslové aplikace.



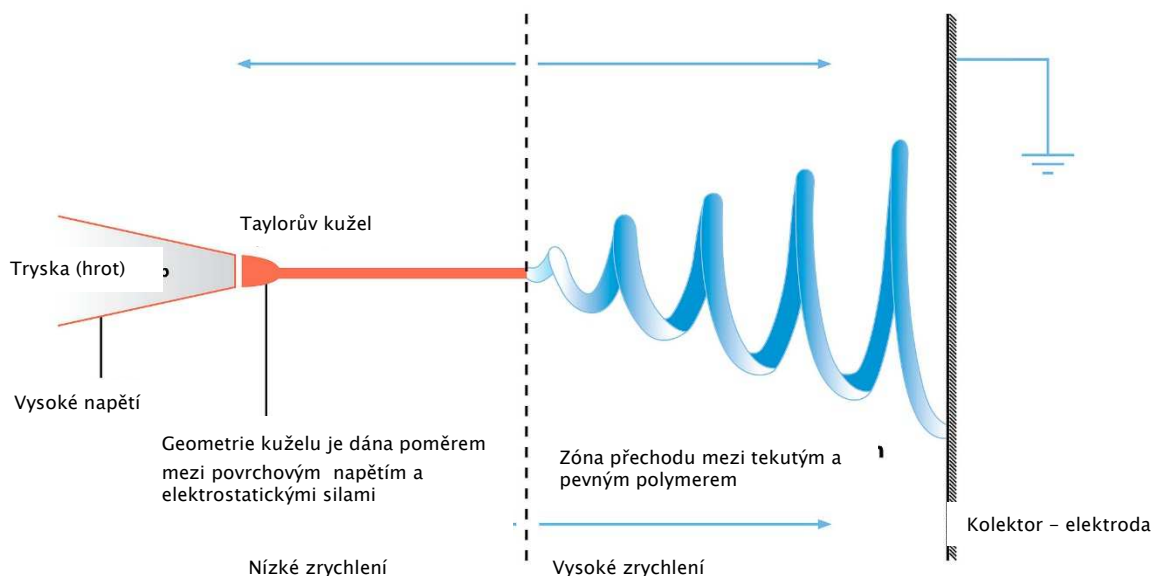
Obr. 6 – Schematické zobrazení elektrostatického zvlákňování (elektrospinningu). Obrázek převzat [8]

Tímto způsobem lze zpracovávat širokou škálu polymerních materiálů, jak z roztoku, tak z taveniny. Schematicky je princip elektrostatického zvlákňování znázorněn na Obr. 6. V principu se jedná o elektrický obvod, kde ke zdroji vysokého stejnosměrného napětí připojíme na jedné straně zvlákňovací trysku se zdrojem polymeru a na straně druhého pólu připojíme kolektor. Zde nám obrovský rozdíl potenciálů vytvoří elektrostatické pole o vysoké intenzitě, které musí překonat síly povrchového napětí samotného polymeru. V případě, že hodnota elektrostatického potenciálu přesáhne všechny kritické síly držící polymer na svém místě, vytvoří se tzv. Taylorův kužel (viz Obr. 8 a Obr. 9).



Obr. 7 – Formování Taylorova kuželu. Nahoře je ukázán skutečný proces, dole počítačová simulace. Obrázek převzat [9]

V případě, že soudržnost molekul v polymeru není dostatečná, za Taylorovým kuželem nevznikne vlákno, ale proud se začne vlivem Rayleighovy nestability rozpadat do malých kapiček. Tento proces se pak nazývá elektro spraying. Pokud jsou vzájemné síly mezi molekulami dostačující, za zformovaným Taylorovým kuželem vznikne zóna, kde se vlákna dále protahují - dlouží. Tato poslední fáze se nazývá zónou bičování podle typického pohybu vláken. Vlákna se pohybují prostorem nejen směrem ke kolektoru, ale i v kolmém směru, přičemž takzvaně šlehají prostorem. Zóna bičování je vidět na Obr. 8 v pravé části.



Obr. 8 – Taylorův kužel a formování vlákna při elektrostatickém zvlákňování. Obrázek převzat [8]

2.6. Zvlákňovací metoda střídavého elektrostatického zvlákňování

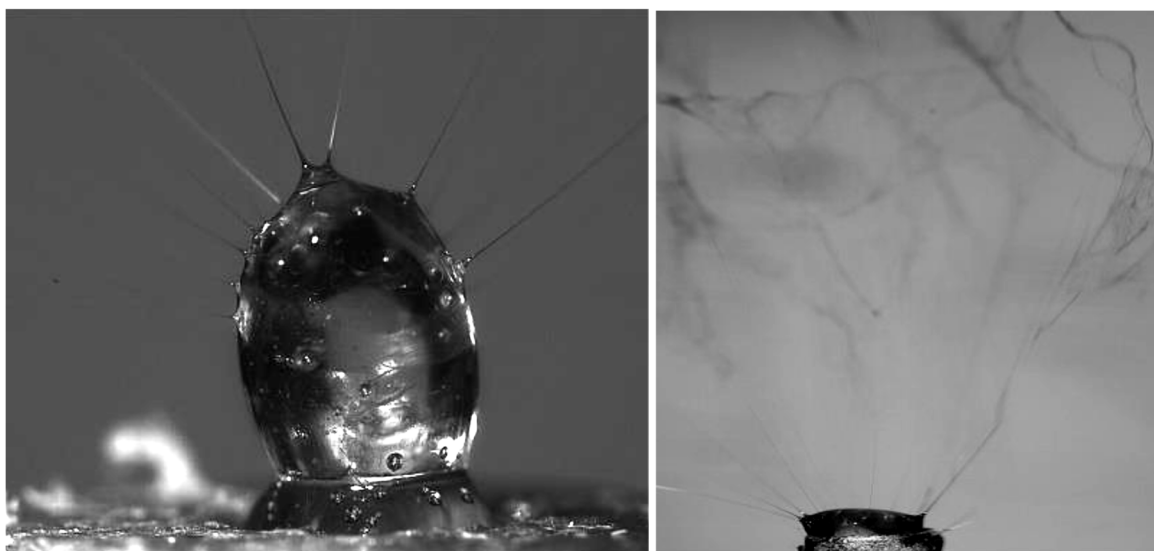
Tato metoda je principiálně shodná se stejnosměrným elektrostatickým zvlákňováním, rozdíl spočívá v použití střídavého (AC) zdroje napětí namísto stejnosměrného (DC). Tato metoda se vyznačuje zejména absencí fáze bičování. Některé modifikace umožňují tvorbu přesně směřovaného vlákna [10] [11] nebo vlákna vycházejícího z elektrody a následně tvořícího jakýsi oblak, který nepotřebuje opačně polarizovanou elektrodu na straně kolektoru [12]. Střídavé elektrostatické zvlákňování je metoda, která se neustále vyvíjí a modifikuje. Je rozvíjena především na Technické univerzitě v Liberci [12], ve vědeckých člancích je zmiňována jen velmi málo. Tato metoda byla použita pro kombinaci s melt blown technologií. Podstatou tohoto vyvíjeného systému je použití vysokonapěťového transformátoru, jehož jeden pól je ukostřen a sveden do země, druhý je přiveden na trysku s polymerem. Na trysce s volnou hladinou polymerů vzniká množství Taylorových kuželů, z nichž se vytváří nanovlákna, a proud vznikajících nanovláken vytváří útvar připomínající dým.

3. Literární rešerše článků, patentů a publikací s podobným tématem

V rešeršní části jsou zpracovány vědecké zdroje zabývající se tématy souvisejícími s předmětem diplomové práce. Cílem je nejen získání uceleného přehledu v dané oblasti, ale i zdroje informací základních principů potřebných pro výzkum v této oblasti, a též možnosti navázat na již stávající poznatky výzkumu.

3.1. Metody založené na střídavém elektrostatickém zvlákňování

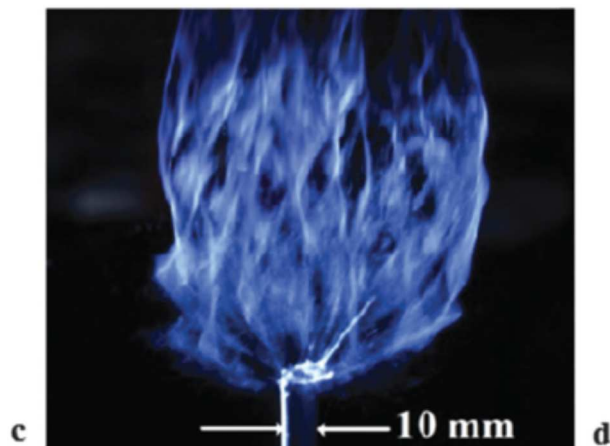
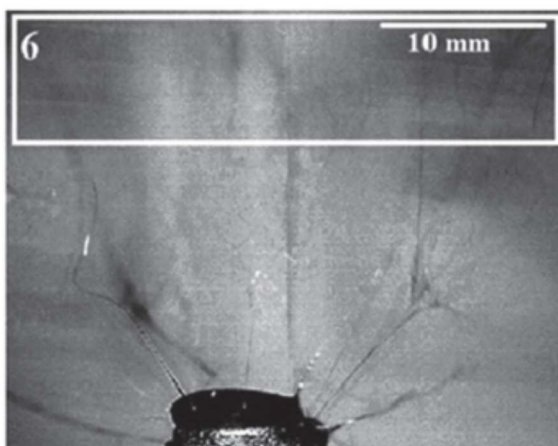
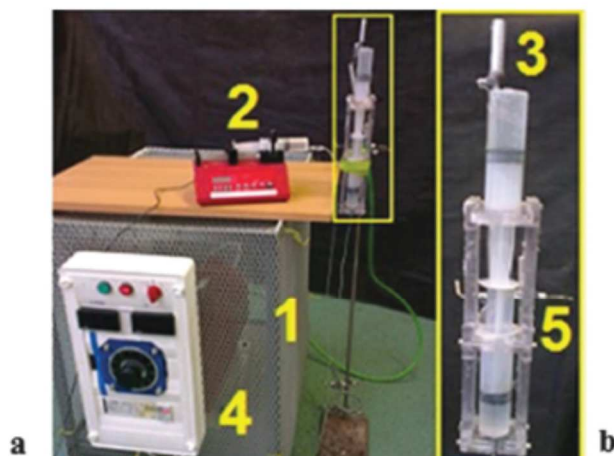
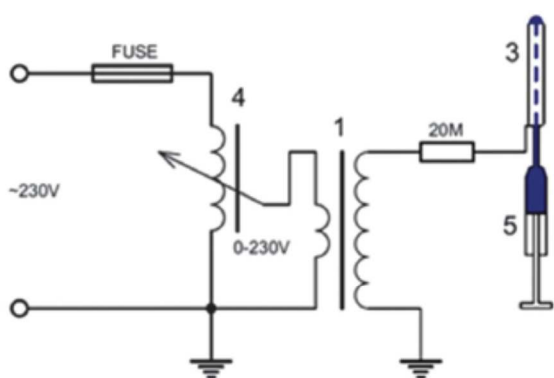
V článku [12] z konference Nanocon 2013 autoři velmi stručně popisují metodu střídavého elektrostatického zvlákňování a výsledné struktury. Při této metodě [12] není zapotřebí opačně nabitý kolektor, vzhledem k jinému působení elektrického pole. Jiná je i výsledná struktura vlákenné vrstvy. Uvádí se [12], že zvlákňování za pomoci střídavého elektrostatického zařízení je až desetinásobně kvantitativně účinnější než stejnosměrné elektrostatické metody. Taková produktivita by byla pro průmyslové použití obrovským přínosem. Společně s jednodušším uspořádáním a strukturou nabízí tato metoda velký potenciál pro další rozvoj. Při experimentech používal výzkumný tým 10% roztok PVB v etanolu. Roztok zvlákňovali za pomoci vysokého napětí 18-36 kV při frekvenci 50 Hz.



Obr. 9 – Fotografie zachycující vytvoření Taylorova kužele při AC elektrospinning. Obrázek převzat [12]

Článek s názvem „Efektivní střídavý elektrospinning, bez použití kolektoru a zvláknovacích trysek (jehel) pro produkci příze“ [13] navazuje na článek z předchozího odstavce, „Metody založené na střídavém elektrostatickém zvláknování“

Zařízení a princip je totožný s tím, na kterém je prováděn výzkum a vývoj v rámci diplomové práce. V tomto článku je velmi dobře popsána metoda a zároveň vybavení. Autoři článku [13] pracují na metodě střídavého elektrostatického zvláknování. Vznikající nanovlákenou strukturu popisují jako kouři podobný shluk vláken. Principiálně lze metodu rozdělit na jehlové a bezjehlové zvláknování. Právě kombinací střídavého elektrostatického zvláknování a bezjehlové technologie autoři dosahují vyšší produktivity [13]. Toto je způsobeno vznikem většího počtu Taylorových kuželů na plochu zvláknovací elektrody u střídavého elektrostatického zařízení oproti stejnosměrné variantě. Srovnání produktivity střídavé a stejnosměrné technologie je patrné z tabulky Tab. 1. Při zvolené konfiguraci se osvědčilo napětí 30 kV jak pro roztoky PVB tak pro PAN.



Obr. 10 – a) konfigurace AC spinningu, b) fotografie hlavních komponent s očíslováním, c) detail vrcholu elektrody a tvořených vláken, d) vlákněný shluk. Obrázek převzat [13]

Konfigurace střídavého elektrostatického zařízení dle autorů je znázorněna na *Obr. 10 – a*; reálné zapojení a detail zvláknovací elektrody jsou viditelné na *Obr. 10 – b* číslo 3, tato elektroda je složena ze stříkačky (viz *Obr. 10 – a, b* číslo 5). Další dvě kapacitní stříkačky slouží jako hydraulický pohon a zároveň jako elektrické oddělení mezi roztokem polymeru a pumpou. Nanovlákněný shluk, jak je patrné na *Obr. 10 – d*, se vznáší nad elektrodou a lze s ním mechanicky manipulovat. Vlákněný útvar má vlastní soudržnost a v případě odtahu, ať už mechanického nebo aerodynamického, se odtahuje celý vytvořený vlákněný útvar. Zároveň je stále v jednotlivých vlákněch zbytek rozpouštědla a při kontaktu s jinými povrchy jsou schopná se s nimi pojit.

Tab. 1 – Srovnání objemů polymeru, které jsou jednotlivé metody schopny zvláknit za jednotku času (ml/h). Zdroj [13]

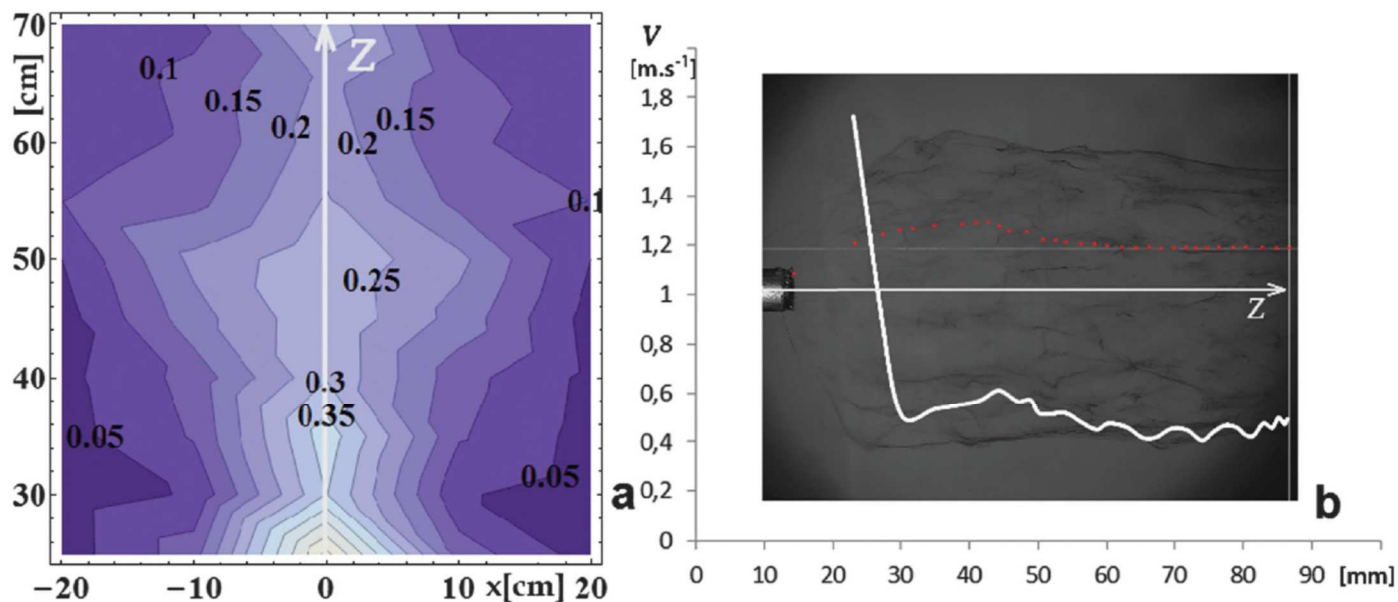
Druh elektrody	AC elektrospinning (ml/h)	DC elektrospinning (ml/h)
Jehlová Ø 0,7 mm	80	1-3
Bezjehlová Ø 10 mm	180	30

Pro získání elektrického potenciálu byl použit vysokonapěťový transformátor ABB 36 000/230 V - *Obr. 10 – a, b* číslo 1; regulační transformátor 0 - 230 V ESS 104 - *Obr. 10 – a, b* číslo 4; pro dávkování polymeru byla použita pumpa NE-1000X *Obr. 10 – a, b* číslo 2. Zvlákněvaný polymer byl PVB o molekulové hmotnosti molární hmotnosti 60 000. 10% roztok v 9:1 etanol/voda, a PAN byl 15% roztok v dimethylformamidu. Z praktických zkušeností se ukazuje, že kolektor s opačným nábojem nejenže není potřeba, ale ani nemá žádný význam, protože střídavý zvlákněvací proces jeho přítomností nebyl nijak ovlivněn. Na základě tohoto efektu byla vytvořena hypotéza o jakémisi virtuálním kolektoru, který se sám vytvoří (opakovaně vytváří při střídání amplitudy střídavého napětí) v blízkosti zvlákněvací elektrody. Vlákně se tvoří a dále se pohybují ve směru osy zvlákněvací elektrody. Pohybují se rychlostí 0,25 - 0,6 m/s viz

Obr. 11 a to díky elektrickému větru z elektrody [14]. Když se vlákněný útvar dostane do vzdálenosti 20-50 mm od elektrody je stálý, bez vzájemných pohybů mezi jednotlivými vlákně. Pohyb vlákněného útvaru od trysky způsobený právě elektrickým větrem je velmi důležitým faktorem v procesu střídavého elektrostatického zvlákněvaní. Elektrický vítr nedovoluje vytvořeným nanovlákněm aby byly přitáhnuty zpět ke zvlákněvací elektrodě během další střídavé půlvlny v okamžiku, kdy se mění polarita napětí. Místo toho jsou

přitahována nanovlákna mezi sebou v prostoru vláknenného útvaru díky přitažlivým kolumbovským silám.

Elektrické, iontové a koronové větry jsou výsledkem proudění plynů, způsobeného ionty vytvořenými při vybíjení korony a urychleného působením elektrického pole [14] [15].



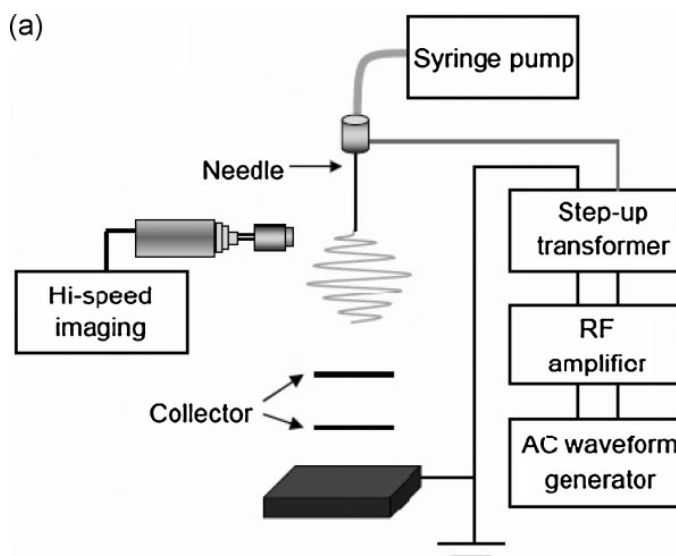
Obr. 11 – (a) Vykreslení rychlosti elektrického větru v prostoru podél osy trysky (osa Z). Maximální rychlost 0,35 m/s je značena bílou barvou, nejmenší rychlost 0,05 m/s je značena nejtmaší modrou barvou. (b) Znáznornění typického průběhu rychlosti vláken ve směru od trysky (podél osy Z). Červené tečky znázorňují bod měření dráhy.

Obrázek převzat [13]

Na základě dosažených výsledků autoři dále konstatují, že tato metoda je v kombinaci s bezjehlovou zvlákňovací elektrodou efektivní způsob výroby hustého vláknenného útvaru. To je docíleno přítomností virtuálního kolektoru – proti elektrody, který se tvoří a zaniká s každou půlvlnou periody průběhu střídavého napětí. Ve stejných polovinách se formují i Taylorovy kužele na zvlákňovaném polymeru. Elektrický vítr zajišťuje formování vláknenného útvaru ve volném prostoru. Právě formování ve volném prostoru dává metodě značnou výhodu v možnosti manipulace a dalším zpracování vláknenného útvaru, který není nijak omezován fyzickým spojením s reálnou protielektrodou či kolektorem. [13]

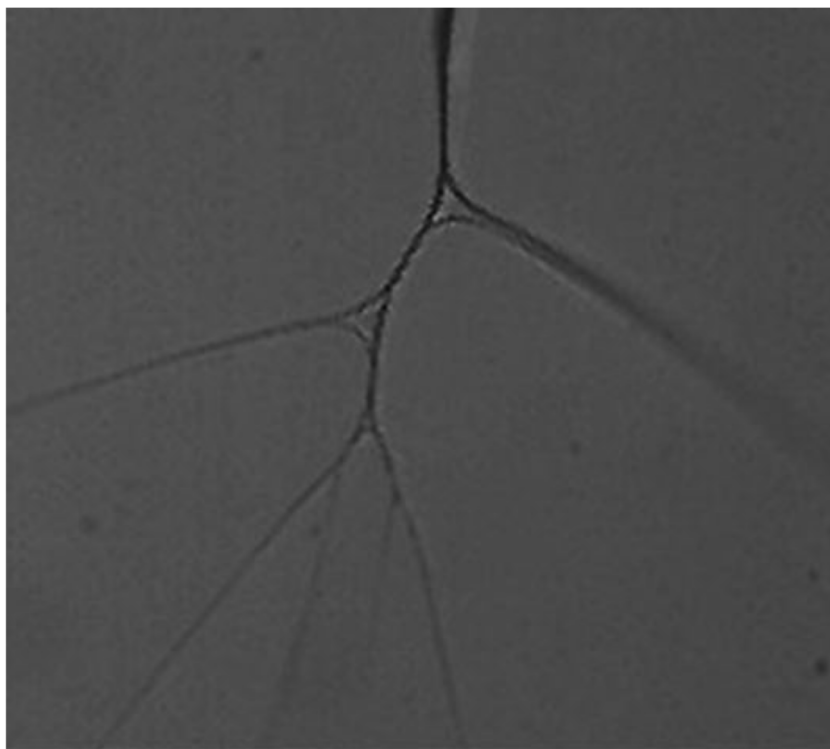
Další článek s názvem „Vytváření přízových útvarů z nanovláknenných struktur, vyrobených pomocí střídavého elektrospinningu“ [16] popisuje základní parametry a principy DC elektrospinningu. Na základě odkazů na jiné články o střídavém elektrostatickém

zvlákňování a elektrosprejování autoři řeší dané téma a očekávají závislost produkce nanovlákných struktur na frekvenci střídavého proudu. Na blokovém schématu *Obr. 12* je patrné jakým způsobem autoři sestavili konfiguraci zařízení, zejména střídavé vysokonapěťové části, skládající se z generátoru střídavého napětí, RF zesilovače a zesilovacího transformátoru. Dané schéma je až na střídavou napěťovou část v podstatě totožné se základním schématem elektrostatické metody. Právě kombinací střídavého elektrostatického zvlákňování a bezjehlové technologie autoři dosahují zajímavých výsledků při tvorbě délkových nanovlákných útvarů.



Obr. 12 – Znáznornění blokového schématu tvorby nanovlákných délkových útvarů pomocí AC elektrosponingu. Obrázek převzat [16]

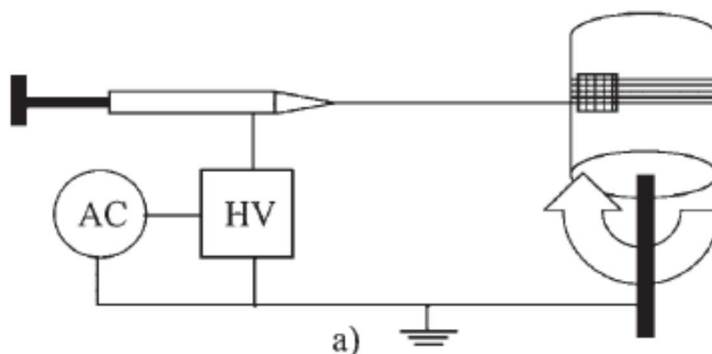
Autoři zde popisují zajímavý jev, kdy nanovlákná po zvlákňování (již bezprostředně za tryskou), na rozdíl od stejnosměrného elektrostatického principu, nevykazují žádné známky kolumbovské přitažlivosti, a je tedy velmi snadné je mechanicky odtahovat či s nimi manipulovat například i slabým proudem vzduchu. Zajímavý je jev rozdělování paprsku Taylorova kužele do více menších kuželů. Tyto nové kužely vznikají v půlperiodách amplitudy napětí. Přítomnost kladných i záporných částic ve vláknech má za následek zvýšení stability při zvlákňování, lze také docílit větší pravidelnosti vytvořeného svazku. [16]



Obr. 13 – Rozvětvení Taylorova kuželu na více menších částí. Obrázek převzat [16]

3.2. Metody založené na asymetrickém střídavém elektrospinningu

Použití této metody popisují autoři v článku „*Asymetrický střídavý elektrospinning pro výrobu ojednocených polymerních vláken*“. [17] Asymetrické střídavé elektrostatické zvlákňování je založeno na kombinaci zdroje střídavého a stejnosměrného napětí, čímž lze střídavému napětí změnit vyrovnaný poměr kladné vůči záporné složce. Dle autorů má toto vychýlení spolu s dalšími parametry, jako například se změnou frekvence, za následek lepší ojednocenost výsledných struktur. Dále autoři provedli základní testování frekvenčních rozsahů vhodných pro zvlákňování jimi zvolených skupin polymerů, včetně testování a stanovení vhodných fyzikálních parametrů roztoku. V článku jsou stanoveny základní podmínky: stejnosměrná výchylka nesmí překročit polovinu střídavé amplitudy a zároveň by střídavá frekvence měla být v rozmezí 500 – 1 000 Hz.



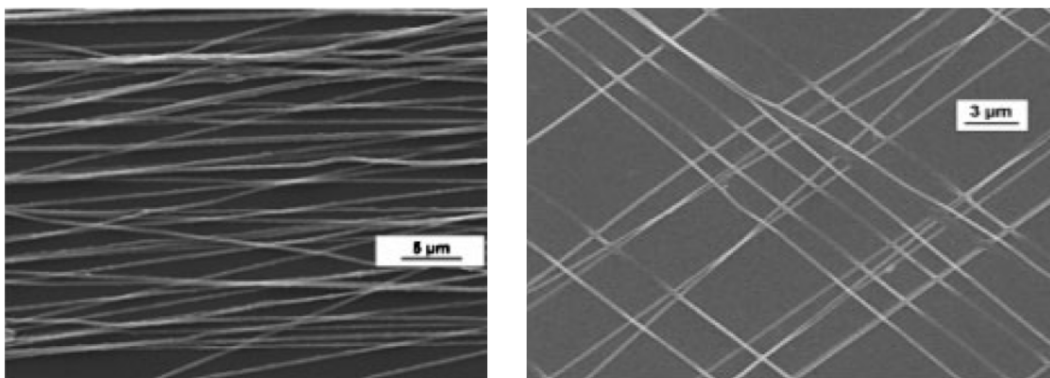
Obr. 14 – Základní schéma asymetrického AC elektrosponingu. AC složka je nesymetrická, převládá kladný nebo záporný náboj. Obrázek převzat [17]

V tabulce Tab. 2 jsou uvedeny polymery, jejich základní parametry v roztoku a experimentálně zjištěné podmínky zvláknění.

Tab. 2 – Přehled parametrů různých polymerních roztoků a experimentálně zjištěných podmínek procesu zvláknování. [17]

Polymer/polymer nanocomposite	Polymer concentration	AC voltage	DC biased value	Frequency	Flowrate	Needle to target distance
	wt.-%	kV _{p-p}	kV	Hz	μL · min ⁻¹	cm
PEO	8	9.5	4	400–1000	0.8	7.0
PEO + Single-walled carbon nanotubes	8	9.3	4.1	500–1000	0.8	7.0
PEO + Au nanoparticles	10	9.3	4.2	500–1000	1.0	7.0
PEO + FeAl nanoparticles	6	9.5	3.8	550–1000	0.7	7.0
PS	20	11	5.2	300–700	0.6	7.0
PIB	15	12	5.5	400–700	1.2	7.0

Autorům se podařilo pomocí navíjecího zařízení, změny frekvence a asymetričnosti elektrického napětí, vytvořit orientované vlákenné struktury, jak paralelní tak se dvěma náviny proti sobě pootočenými o 90° struktury (tvořící čtverce). Dle výsledného produktu na Obr. 15 je vidět, že se autorům podařilo velmi dobře pracovat s vlákny, v podstatě až do úrovně jednotlivých fibril, a ovlivňovat jejich přesné umístění. [17]

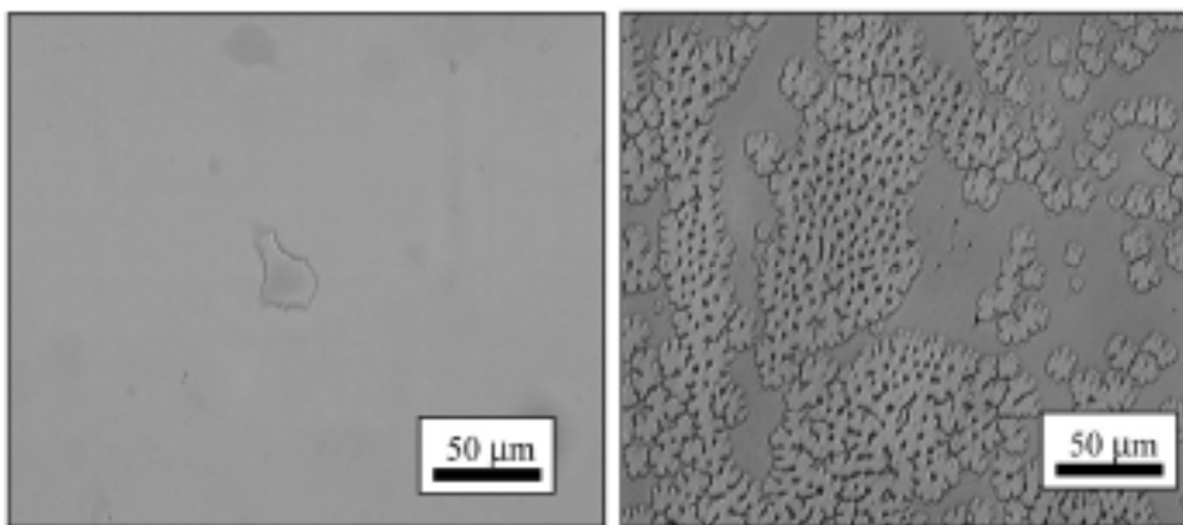


Obr. 15 – Vlevo paralelní struktura vytvořená AC spinningem za pomoci návínu. Vpravo čtvercová struktura vytvořená AC spinningem za pomoci návínového zařízení s následným natočením o 90°. Obrázek převzat [17]

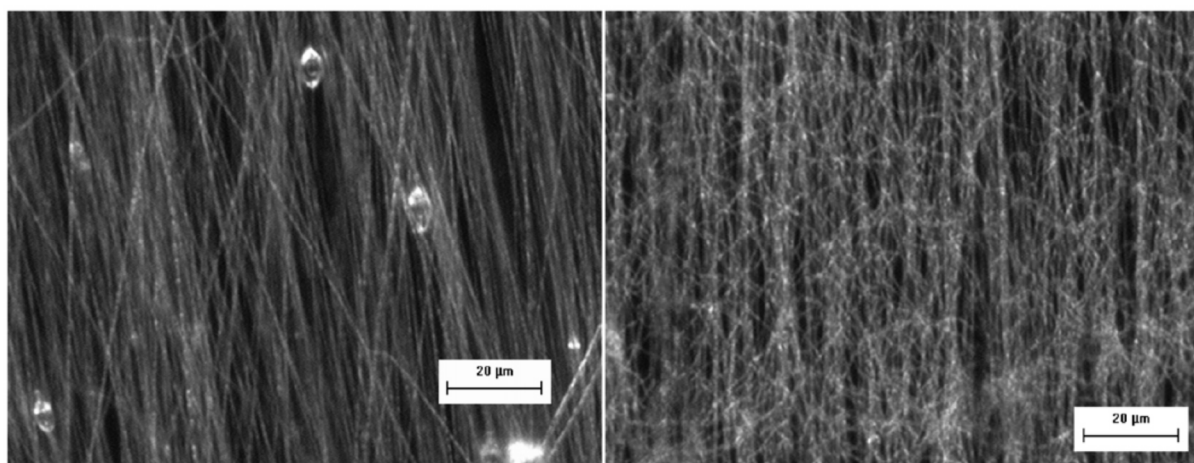
3.3. Metody využívající střídavého napětí při elektrosprejování

Autoři článku „Využití střídavého napětí při elektrosprayingu a elektrospinningu“ [18] se v tomto zdroji zabývají rozdílem mezi střídavým a stejnosměrným elektrosprejováním a rozdílem mezi střídavým a stejnosměrným elektrostickým zvlákňováním. Jedním z podnětů autorů byla nemožnost povrstvení dielektrických materiálů (izolantů) pomocí stejnosměrného elektrosprejování. Testovali tedy za obdobných konfigurací stejnosměrné a střídavé napětí, pomocí kterého se snažili povrstvit polykarbonátový (PC) a silikonový materiál. Zvlákňovací tryska byla 30 mm od materiálu, stejnosměrné napětí bylo 10 kV, střídavé 5 kV, 60Hz. Na polykarbonát se za pomoci stejnosměrného napětí v podstatě nepovedlo navrstvit nic. Za pomoci AC napětí bylo povrstveno zhruba 50% povrchu exponovaného materiálu. Při použití silikonu jako povrstvovaného materiálu nebyl rozdíl mezi střídavým a stejnosměrným napětím patrný. Toto je přičítáno větší povrchové vodivosti silikonu na rozdíl od polykarbonátu (viz Obr. 16). Pro elektrosprejování byl použit nízkokonzentrováný roztok karboxymethylcelulózy (CMC) o koncentraci 0,01% (W/V) v rozpouštědle metanol/H₂O. Pro elektrostické zvlákňování byl zvolen polymer polyethylenoxid (PEO) rozpuštěný ve vodě o koncentraci 7% (w/v). Jako kolektor byl zvolen hliníkový rotační kolektor, který byl zároveň uzemněný a od trysky vzdálený cca 110 mm. Již při samotném zvlákňování bylo patrné, že při střídavém napětí nevznikala zóna nestabilního bičování, která u stejnosměrného napětí vzniká. Na výsledných snímcích vytvořených struktur (viz Obr. 17) je patrný rozdíl, kdy stejnosměrná struktura i přes rotaci kolektoru obsahuje velké množství náhodně

orientovaných vláken, zatímco střídavá struktura je velmi silně směrově orientovaná, obsahuje tzv. ojednocená vlákna. [18]



Obr. 16 – Vlevo povrch polykarbonátu po DC elektrospayingu. Vpravo povrch po AC elektrospayingu. Obrázek převzat [18]

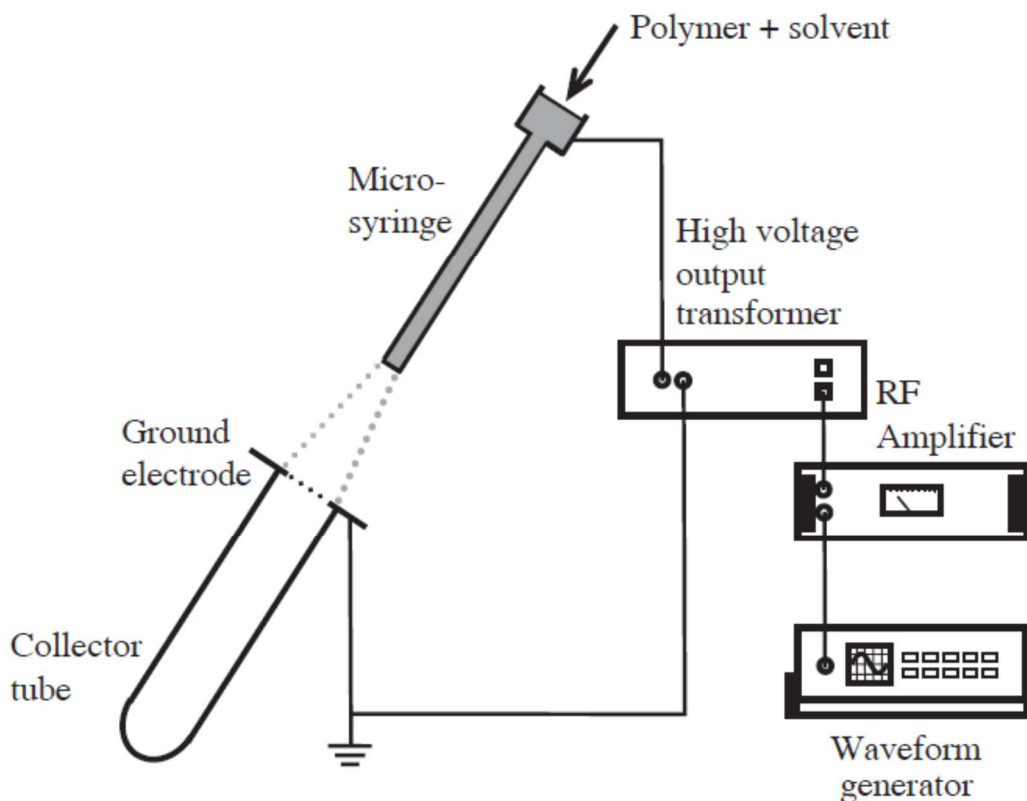


Obr. 17 – Vlevo struktura vláken vytvořených na rotujícím kolektoru pomocí AC elektrospinningu. Vpravo struktura vláken vytvořených pomocí DC elektrospinningu. Obrázek převzat [18]

V dalším článku pod názvem „Střídavé elektrospřádání pro syntézu biomateriálů“ [19] autoři demonstrují potenciál této metody pro výrobu polymerních nanočástic, enkapsulaci léčiv do mikronových biodegradabilních kapek a mikronových vláken a při možnosti řízení

velikosti pórů pro tkáňové nosiče, a pro léčebné použití. Všímají si výhod střídavého napětí, zejména z důvodu neutralizace náboje v kapkách polymeru a tím snížení denaturace DNA a ionizace funkčních součástí zvlákněvaného roztoku.

Zdroj napětí se skládal z generátoru amplitudy, zesilovače a nakonec vysokofrekvenčního transformátoru (viz Obr. 18).



Obr. 18 – Schematické znázornění elektrosprayingu, vpravo je patrné blokové schéma napěťové části. Obrázek převzat [19]

Pro vytvoření mikronových kapek s funkčním roztokem zvolili autoři roztok PLA v rozpouštědlu 20/80 1-butanol/methylen chlorid. Smíchali tedy 10mg PLA v 2 ml výše zmíněného rozpouštědla 1-butanol/methylen chlorid, poté vytvořili mikroemulzi přidáním DI vody a stopového množství detergentu. Výsledný roztok při 20 kHz a 4,5 kV úspěšně elektrosprayingem měnili na 10 μ m kapky s obsahem DI vody.

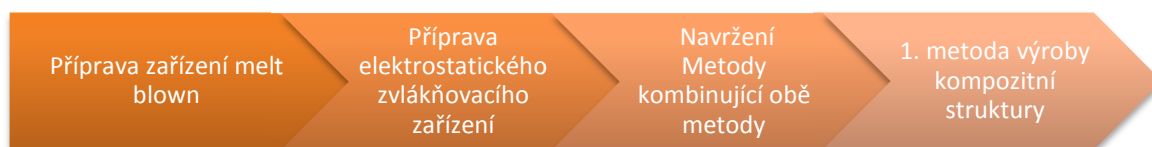
K vytvoření vláken autoři použili 0,05-0,1g PLA v 2 ml 20/80 1-butanol/methylen chloridu a bez vytváření mikroemulze, zvláknění probíhalo za stejných podmínek jako elektrospraying. Za těchto podmínek autoři vytvořili vláknennou strukturu s 1 μ m vlákny. [19]

II. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

V experimentální části bylo řešeno nejenom provedení samotných experimentů směřujících k vývoji metody a zařízení kombinující technologii výroby mikrovláknových struktur melt blown s technologií elektrostatického zvlákňování pomocí střídavého elektrického proudu, ale také příprava zařízení těchto dvou procesů. Dále byla provedena analýza výsledných struktur a zhodnoceny základní vlastnosti.

Rozdílnost těchto technologií činí tuto část velmi náročnou. Tato část navazuje na provedenou literární rešeršní práci, což umožní nejenom obeznámení s technologickými procesy a výzkumem v této oblasti, ale především navázání, pokračování a rozvíjení současného stavu poznání a technických způsobů řešení daných technologií. Kombinace metody založené na zvlákňování taveniny z trysky a dloužení pomocí proudu horkého vzduchu s metodou zvlákňování roztoku za pomoci vysokého střídavého napětí a elektrického větru představuje dvě různé technologie založené na odlišných fyzikálních principech. Právě toto spojení rozdílných technologií, které vytvoří jeden produkt kombinující složky jednotlivých zvlákňovacích metod, může být přínosem pro další rozvoj těchto odvětví.

Plán provedení je ukázán na Obr. 19. Prakticky se nejdříve začalo přípravou a nastavením zařízení melt blown, toto bylo otestováno. Poté byla testována technologie stejnosměrného elektrostatického zařízení a započato se samotným experimentálním nastavením nové technologie.



Obr. 19 – Znárodnění chronologického uspořádání počátečních fází, které předcházely návrhu první pokusné metody výroby vláknových struktur.

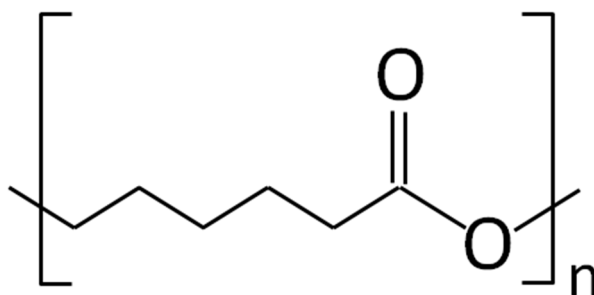
Při zkombinování metod a předpokladu rovnoměrného prostoupení vláknových struktur je očekáváno zlepšení mechanických vlastností oproti samotné nanovlákněné struktuře, zvětšení měrného povrchu a snížení velikosti pórů oproti mikrovlákněné struktuře samotného melt blownu. Nabízí se tedy předpoklad, že by díky těmto vlastnostem mohl vzniknout materiál vhodný pro filtraci se zvýšenou efektivitou záchytu. Kombinace metod, kdy se naopak jednotlivé druhy vláken mísí jen minimálně, by vedla k vytvoření vrstvy sendviče „MEM“ (melt blown – elektro spinning – melt blown) s mechanickými vlastnostmi melt blownu a filtračními vlastnostmi nanovlákněné vrstvy stejnosměrného elektrostatického

zvlákňování. Při využití vhodných polymerů by se také dala očekávat vhodnost takovéto kombinované struktury pro tkáňové inženýrství, např. pro tkáňový nosič nebo systém řízeného dodávání léčiv. Právě kombinace vláken zajišťující objemovou stabilitu a velký měrný povrch, který má stále větší porozitu než čistě nanovláknenné materiály, by mohl být vhodným prostředím pro kultivaci buněčných struktur.

4. Použité materiály a příprava zařízení

4.1. PCL – Polykaprolakton

Polykaprolakton (PCL) je polymerem, který patří do třídy polyesterů a je biodegradabilní. Jeho chemický vzorec je $(C_6H_{10}O_2)_n$. Teplota tání PCL je $60\text{ }^\circ\text{C}$, teplota skelného přechodu je okolo $-60\text{ }^\circ\text{C}$.

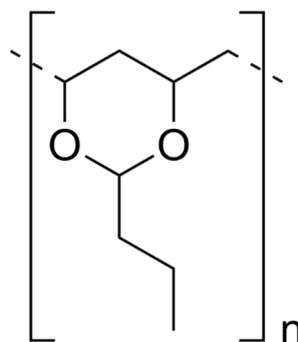


Obr. 20 – Molekula PCL. Obrázek převzat [8]

PCL se vyrábí polymerací z kaprolaktonu, cyklického esteru $(CH_2)_5CO_2$. Hustota PCL je 1145 g/m^3 , pevnost v tahu PCL je $20 - 40\text{ MPa}$. Biodegradabilita je zajištěna hydrolyzovatelností esterových vazeb látkami působícími v živých organizmech. Díky tomu je polymerem hojně používaným v lékařství a tkáňovém inženýrství. Pro modifikaci jeho vlastností je možná kombinace s dalšími přísadami, jako například škrobem a celulórou. Tento polymer bude v této práci použit pro výrobu technologií melt blown.

4.2. PVB - Polyvinyl butyral

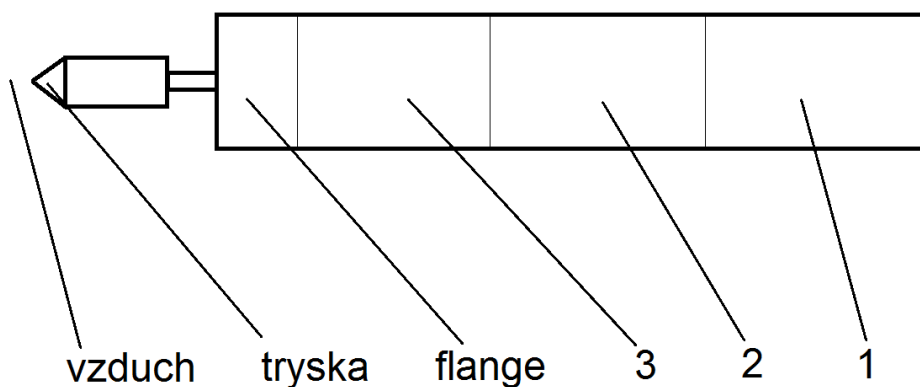
Tento materiál se strukturním vzorcem $(C_8H_{14}O_2)_n$ je připravován z polyvinylalkoholu (PVA) s butyraldehydem. V současné době je masivně využíván v automobilovém a stavebním průmyslu pro výrobu bezpečnostních skel. Tento materiál budeme ve formě 10% roztoku hm. využívat pro střídavé elektrostatické zvláknování. Jako rozpouštědlo bude použit 10% roztok etanolu ve vodě.



Obr. 21 – Molekula PVB. Obrázek převzat [8]

4.3. Příprava zařízení melt blown

Základní nastavení teplot zařízení na výrobu vlákněných struktur melt blown pro polymer PCL bylo provedeno experimentálně [20].



Obr. 22 – Zobrazení jednotlivě vyhřívaných zón zařízení melt blown. Polymer prochází pomocí „šneku“ extrudéru od zóny 1 až po trysku, tj. zleva doprava. Obrázek převzat [20]

Teplota v jednotlivých zónách je uvedena v Tab. 3. Přístroj ukazuje teplotu ve stupních Fahrenheita, proto jsou v tabulce uvedeny jak stupně Fahrenheita, tak Celsiovy stupně. Toto teplotní nastavení bylo použito jako výchozí nastavení zařízení. Dále byl modifikován pouze tlak a teplota vzduchu ve zvláknovací trysce a rychlost extrudéru.

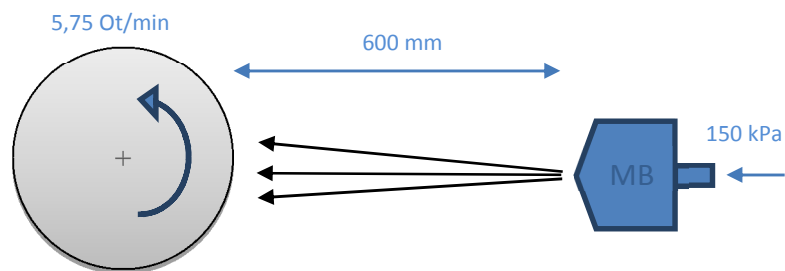
Tab. 3 – Přehled parametrů různých polymerních roztoků a experimentálně zjištěných podmínek procesu zvláknování [20].

	Teplota vzduchu v trysce	Teplota trysky	Teplota příruby trysky	Teplota zóny 3	Teplota zóny 2	Teplota zóny 1
°F	440	340	340	300	250	176
°C	227	171	171	149	121	80

Tab. 4 – Přehled ostatních procesních parametrů nastavení technologie melt blown.

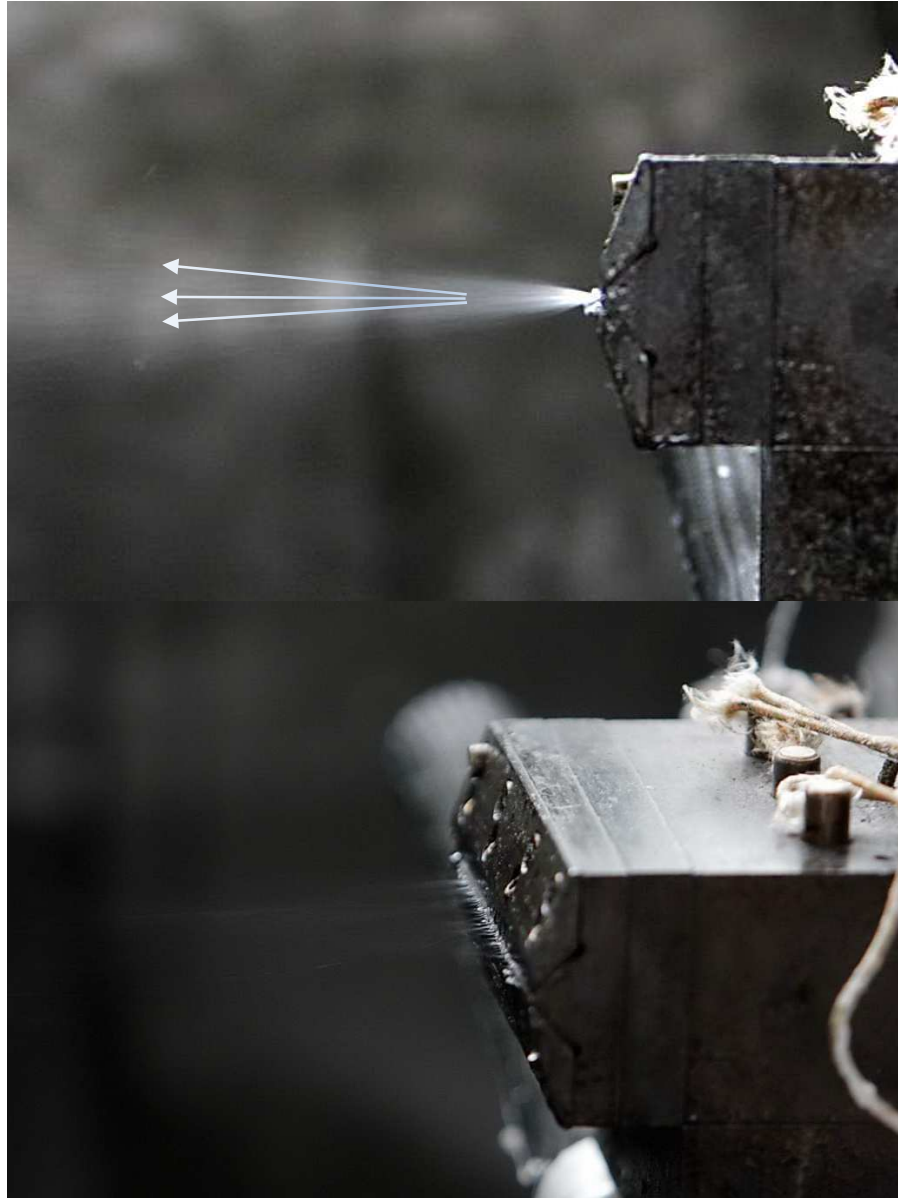
Tlak vzduchu trysky melt blownu [kPa]	Rychlost extrudéru [otáček/min]	Rychlost kolektoru [otáček/min]	Vzdálenost kolektoru od trysky melt blownu [mm]
150	100	5,75	600

Surovinu pro melt blown jsme použili PCL o molární hmotnosti 43000 – 50000 od firmy Polysciences. Ve formě granulátu se PCL dávkoval přímo do zásobníku zařízení. Ostatní parametry procesu jsou uvedeny v Tab. 4. Tyto parametry byly použity jako výchozí, a není-li uvedeno jinak, jedná se vždy o tyto parametry. Rotující kolektor byl umístěn ve vzdálenosti 600 mm od ústí trysky zařízení (viz Obr. 23), standardně jsme ho pokrývali textilií spunbond o plošné hmotnosti 19 g/m². Vzhledem k modré barvě textilie spunbond byly vlákenné vrstvy z bílého polymeru dobře patrné a snadno se z povrchu snímaly, což ulehčovalo další zpracování a manipulaci.



Obr. 23 – Schematické uspořádání melt blownu a rotujícího kolektoru ve vzdálenosti 600 mm od ústí trysky.

Po spuštění zařízení trvá přibližně 10 minut, než zařízení dosáhne požadovaných teplot. Dále je nutné po zapnutí nechat ustálit samotný zvláknovací proces. Ze začátku obsahuje materiál v extrudéru vzduch a zbytky staršího polymeru, proto se před začátkem experimentu vždy nechá zařízení melt blown zvláknovat do ustálení teplot a všech ostatních podmínek. Pro dokonalé ustálení zvláknovacího procesu by bylo ideální nechat před začátkem vlastního experimentu zařízení zvláknovat několik desítek minut, ale vzhledem k ceně suroviny byla doba ustálení zkrácena na cca 5 minut. Z tohoto důvodu se ve struktuře melt blown vláken vyskytují občasné strukturní vady, zejména v prvních 30 minutách experimentování. Ustálení procesu lze částečně sledovat pouhým okem, kdy se ze začátku na trysce tvoří drobné kapky a hrudky polymeru, které buď z trysky odpadnou, nebo jsou vzduchem transportovány spolu s vlákny až na kolektor, což zapříčiní nestejnomyšlnosti výsledné vlákně struktury.

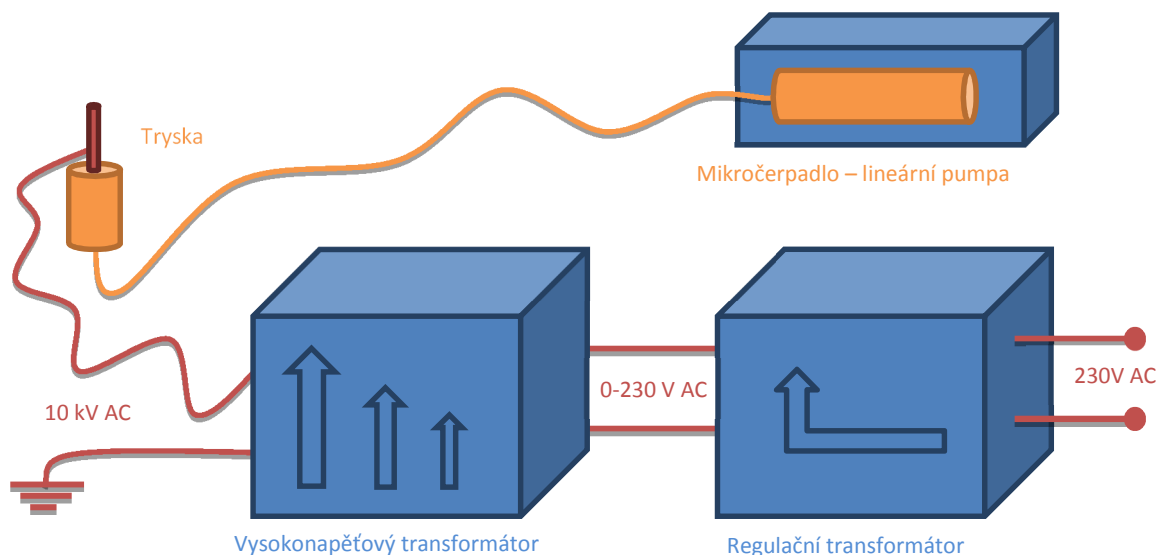


Obr. 24 – Detail trysky zařízení melt blown produkující mikrovlákná z taveniny polymeru PCL, která jsou unášena a částečně i dlužena horkým vzduchem proudícím směrem od trysky ke kolektoru.

4.4. Příprava zařízení pro střídavé elektrostatické zvlákňování

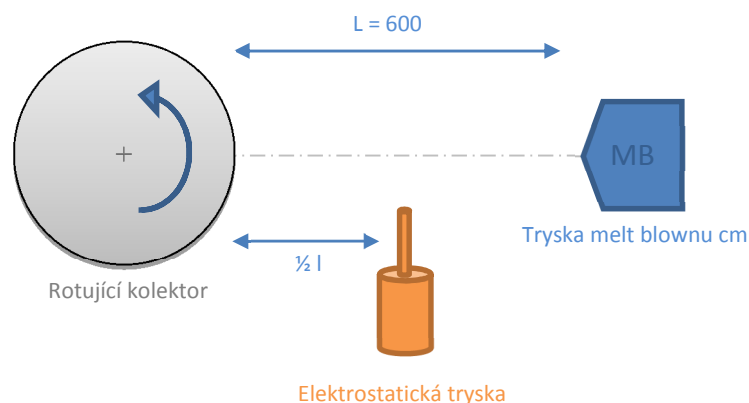
Pro střídavé elektrostatické zařízení bylo použito zařízení popsané v článku [12] a [13]. Nejprve byl konzultován způsob využití a omezení aplikace dané vysokým napětím. Aparatura na střídavé elektrostatické zvlákňování bylo sestaveno v pracovním prostoru zařízení melt blown a započato s jeho prvním testováním. Sestava se skládala ze základních

komponent systému střídavého elektrospinningu (viz *Obr. 25*), tedy z regulačního transformátoru, do něhož je přiváděno střídavého napětí 230 V, a který umožňuje toto napětí regulovat na výstupu na hodnoty v rozsahu 0 – 230V. Tím je napájeno primární vinutí vysokonapěťového transformátoru s maximálním napětím na výstupu sekundárního vinutí 10kV, který je jedním pólem uzemněn a druhým pólem spojen se zvlákňovací tryskou umístěnou v zařízení melt blown (viz *Obr. 26*).



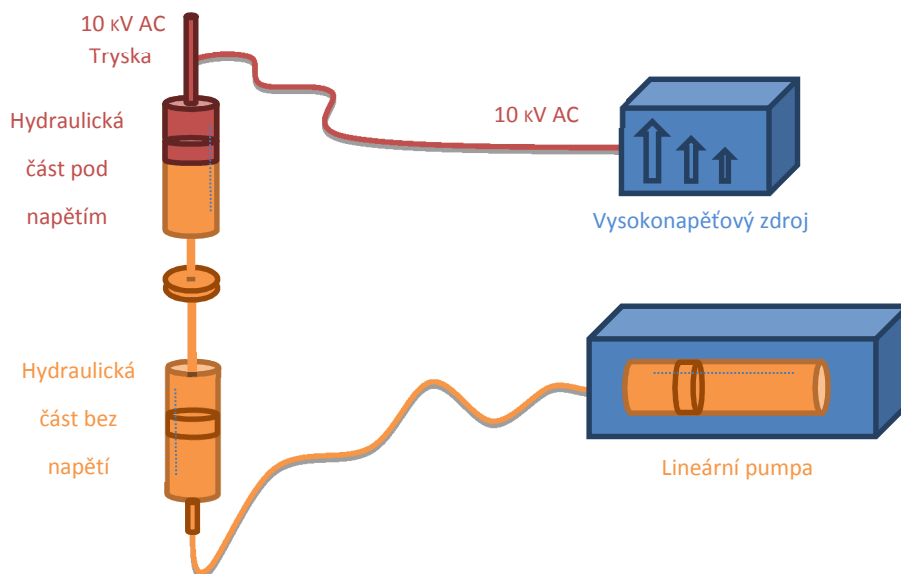
Obr. 25 – Blokové schéma konfigurace elektrostatické zvlákňovací sestavy se střídavým proudem. Červeně značené jsou elektrické vodiče spojující jednotlivé transformátory a trysku. Oranžově je zobrazena část zásobování roztokem polymeru, tj. lineární pumpa spojená s tryskou.

Pro první testování střídavého elektrostatického zvlákňování byla tryska umístěna v horizontální rovině do středu mezi kolektor a trysku zařízení melt blown, ve vertikální rovině 40 mm pod vodorovnou osou trysky melt blownu. Při testování bylo nutné dbát zvýšené opatrnosti při manipulaci s vysokonapěťovými částmi, zejména při jejich umísťování a z důvodu stability upevnění vodičů, protože většina konstrukcí je tvořena kovy. Velmi stabilní muselo být umístění přívodního vodiče vysokého napětí, který je nepoddajný a hmotný. Za tímto účelem bylo nutné vodič upevnit proti posuvu k pevným částem konstrukce melt blownu.



Obr. 26 – Blokové schéma umístění trysky elektrostatického zvlákňování v sestavě zařízení melt blown, tj. mezi tryskou melt blownu a rotujícím kolektorem.

Zajímavostí u systému distribuce polymerního roztoku je vyřešení napěťového oddělení, kdy je nutné oddělit polymer, který je v trysce a tedy pod napětím, od částí vedoucích směrem k pumpě. V opačném případě by tyto části jdoucí mimo zónu zvlákňování byly pod napětím až do lineární pumpy zajišťující samotné dávkování. Takto vysoký potenciál na elektronicky řízené pumpě není žádoucí a znamenal by nejen velké riziko poškození pumpy, ale zejména bezpečnostní riziko, protože na pumpě jsou umístěny ovládací prvky, se kterými přichází obsluha do styku. Řešením tohoto problému bylo sestrojení hydraulického převodu ze dvou kapacitních velkoobjemových stříkaček přímo pod tryskou [13]. Řešení je zobrazeno na fotografii (viz Obr. 10), bližší znázornění je patrné z Obr. 27 Červeně je znázorněna část pod napětím, oranžovou barvou pak hydraulická část zajišťující přenos tlaku z pumpy na píst injekční stříkačky, který působí na píst druhé injekční stříkačky obsahující polymer, jenž je pod napětím. Tímto způsobem dojde nejenom ke galvanickému oddělení, ale i k minimalizaci délky distribuční cesty polymeru, takže odpadají problémy s čištěním či zasycháním polymeru v distribuční soustavě a klesají ztráty nákladného polymeru mezi pumpou a tryskou. Toto řešení je pro potřeby výzkumu a vývoje naprosto postačující, usnadňuje údržbu a zmenšuje náklady. Relativně malé množství dávky polymerního roztoku je pro účely testování této technologie velmi efektivní.



Obr. 27 – Blokové schéma elektrického oddělení distribuční soustavy polymeru a elektronicky řízené lineární pumpy za pomoci principu dvou hydraulických pístů. Tyto písty vytvářejí elektricky oddělený hydraulický převod.



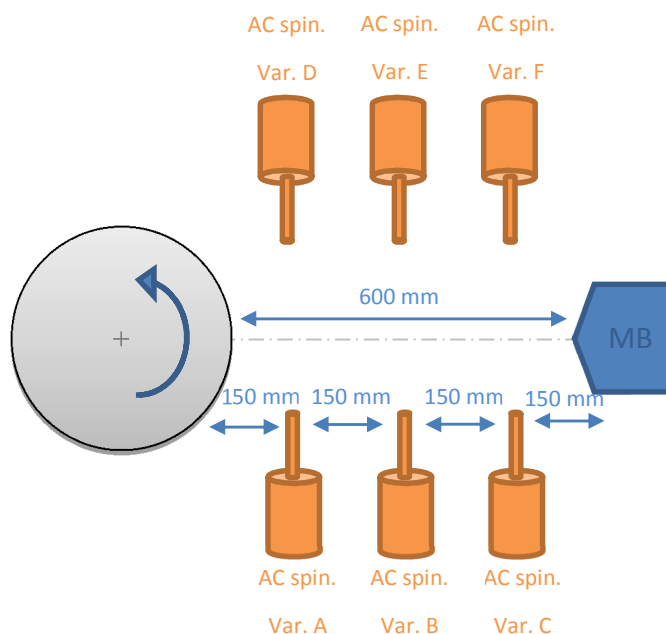
Obr. 28 – Detail trysky střídavého elektrostatického zařízení, ze které se tvoří nanovlákněný útvar.

Materiálem pro střídavé elektrostatické zvlákňování byl použit PVB (Polyvinyl butyral) o molekulové hmotnosti 60 000 jako 10% roztok rozpouštědla 9:1 etanol/voda, což je polymer se kterým elektrostatické zvlákňovací zařízení poskytuje dostatečnou kvalitu vláken.

Tab. 5 – Parametry AC elektrospinningu, které byly využity jako výchozí pro naše experimenty.

Hodnota regulačního transformátoru (Max 10 KV)	Frekvence napětí elektrospinningu	Dávkování polymeru
85 % (cca 8,5 KV)	50 Hz	1,5 ml/min

Následně jsme zařízení uvedli do chodu a otestovali základní doporučené nastavení v podmínkách zařízení melt blown. Detail vytváření nanovláknenné struktury je na Obr. 28. Po otestování správného zvlákňování v této konfiguraci jsme vyzkoušeli ještě několik konfigurací se změnou umístění trysky střídavého elektrostatického zařízení v různých horizontálních a vertikálních pozicích a při umístění nad horizontální osou melt blownu. Jednotlivé konfigurace jsou patrné z Obr. 29. Tímto testováním jsme získali prvotní informaci o chování střídavého elektrostatického zařízení v podmínkách zvlákňování v kombinaci s technologií melt blown.



Obr. 29 – Blokové schéma poloh AC elektrospinningu v konfiguraci s melt blownem.

4.5. Navržení metody kombinování zvlákňovacích metod

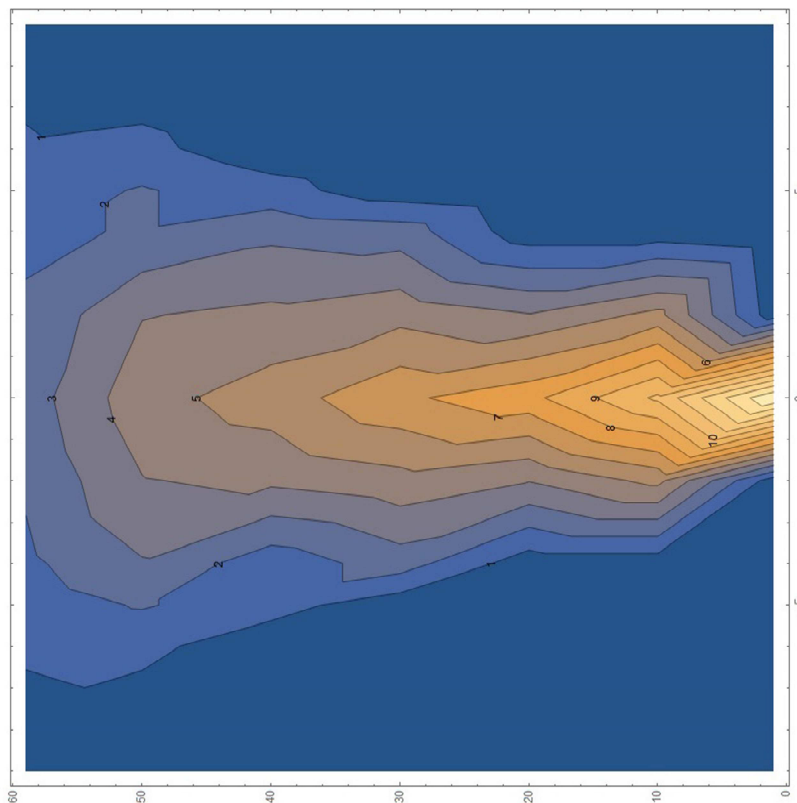
Po otestování jednotlivých konfigurací a jejich funkčnosti v našich podmínkách jsme na základě poznatků z jednotlivých principů navrhly konfigurace pro prvotní otestování obou způsobů výroby, tentokrát již souběžně. Na základě těchto prvních výsledků provedeme hodnocení možností, návrh možných řešení a dalších modifikací pro naplnění našeho cíle.

Nejprve byly testovány tyto varianty uspořádání:

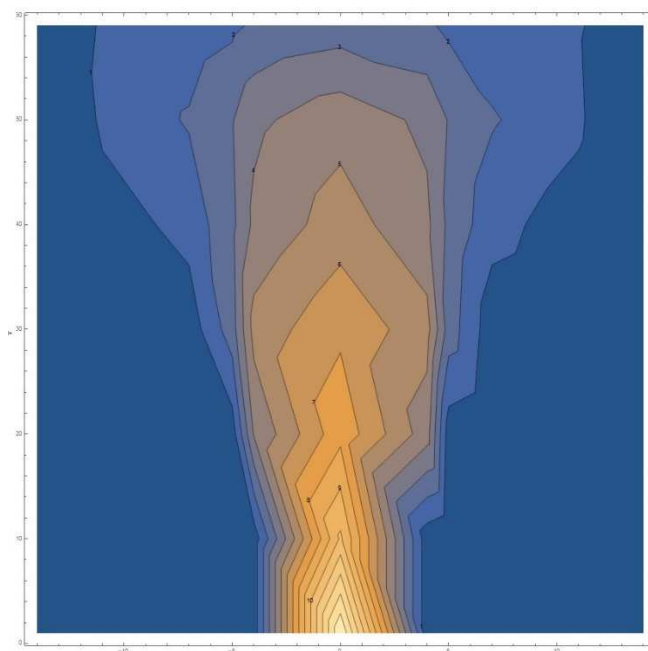
- a) Střídavé elektrostatické zvlákňování s využitím proudu vzduchu z trysky melt blownu a navíjení vrstvy na kolektor melt blownu.
- b) Střídavé elektrostatické zvlákňování umístěné nad osou trysky melt blownu se současně spuštěným melt blownem a návinem vrstvy na kolektor. Toto ve vzdálenosti elektrostatické trysky v horizontální vzdálenosti 200 mm a 400 mm od trysky melt blownu.
- c) Střídavé elektrostatické zvlákňování umístěné pod osou trysky melt blownu se současně spuštěným melt blownem a návinem vrstvy na kolektor. Toto ve vzdálenosti elektrostatické trysky v horizontální vzdálenosti 200 mm a 400 mm od trysky melt blownu.

4.6. Metoda 1 – Střídavé elektrostatické zvlákňování v podmínkách melt blownu

Cílem tohoto experimentu je dosáhnout lepšího pochopení chování elektrostatického zvlákňování v sestavě zařízení melt blown. Sledovat chování samotného svazku nanovláken vytvořeného pomocí střídavého elektrostatického principu v proudu vzduchu, což do určité míry pomůže při navrhování dalších konfigurací pro následné metody. Pro správné umístění trysky byla stanovena hranice působení proudu vzduchu u trysky melt blownu a změřeny rychlosti proudění vzduchu v prostoru mezi tryskou a kolektorem. K měření rychlostí vzduchu jsme použili anemometr Omega HHF710. Výsledné grafické znázornění proudění vzduchu je patrné z prostorových grafů vytvořených jako boční pohled *Obr. 30* a horní pohled *Obr. 31*.



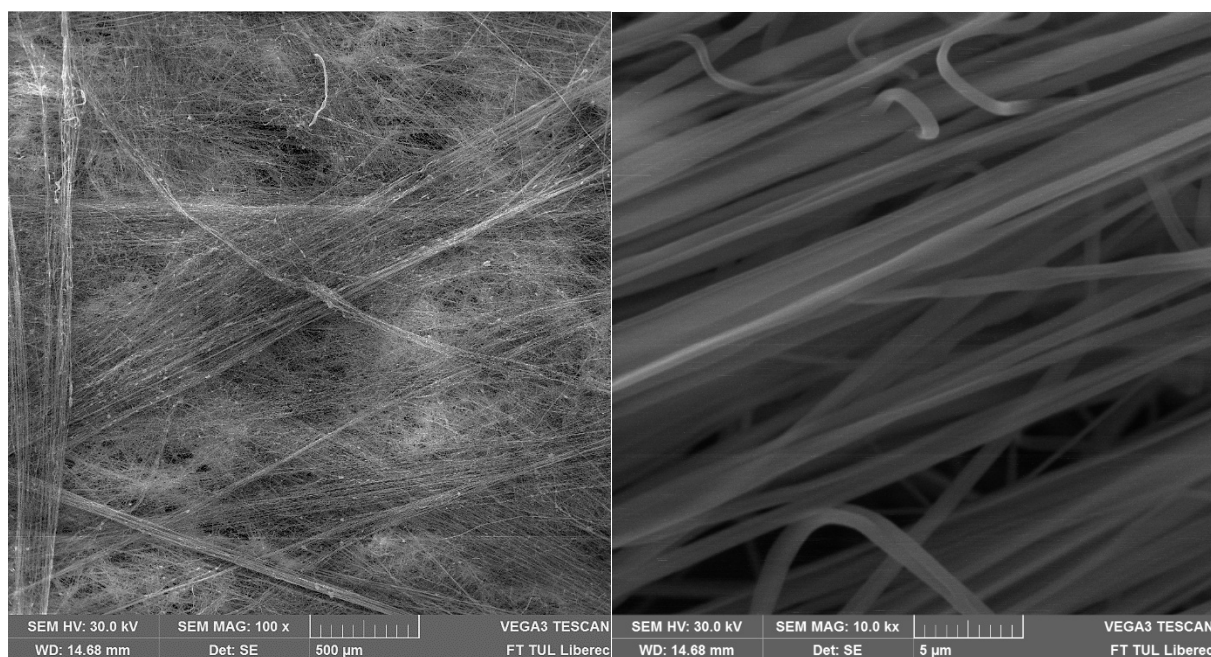
Obr. 30 – Obrysový graf, zobrazení rychlosti proudění vzduchu v m/s za tryskou melt blownu. Horizontální pohled (z boku).



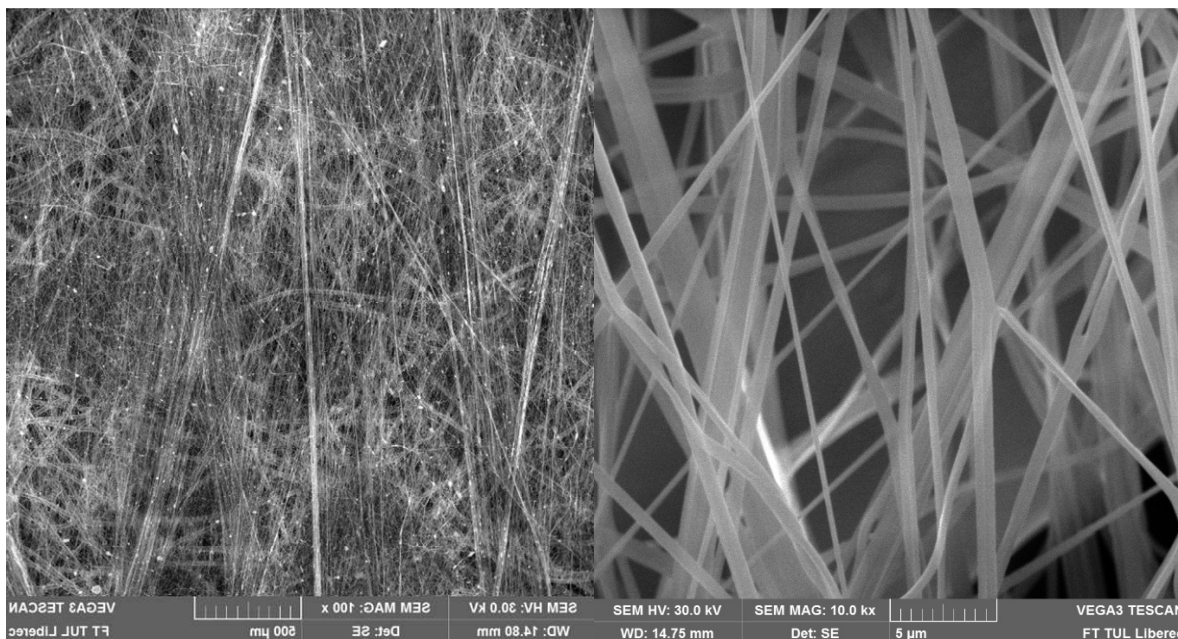
Obr. 31 – Obrysový graf, zobrazení rychlosti proudění vzduchu v m/s za tryskou melt blownu. Vertikální pohled (ze shora).

Tato měření byla provedena bez kolektoru. Hlavním účelem měření bylo zjistit hranice působení proudu vzduchu pro správné umístění střídavé elektrostatické trysky, tj. její umístění mimo zónu působení proudu vzduchu, přesně řečeno mimo zónu, ve které jsou prostorem unášena mikrovlákna melt blownu. Pro samotné provedení experimentu jsme zvolili nastavení dle schématu testování elektrostatiky v prostředí meltblownu znázorněného na Obr. 29. Při volení vzdálenosti elektrostatické trysky od osy trysky melt blownu jsme vycházeli z naměřených hodnot proudění vzduchu anemometrem, ukázaných na Obr. 30. Trysku jsme tedy umísťovali do míst, kde byla naměřena nulová hodnota proudění vzduchu včetně přičtení 50 mm rezervy pro vytvoření ochranného pásma, které nám zajistí, že melt blownová mikrovlákna nebudou zachycována na elektrostatické trysce.

Při konfiguraci A byla elektrostatická tryska umístěna 150 mm od kolektoru v horizontální rovině a 120 mm od osy trysky melt blownu ve vertikální rovině. Poté jsme pokračovali v ostatních variantách. Celkem jsme provedli testování 6 variant, 3 s elektrostatickou tryskou umístěnou pod vláknotvornou zónou melt blownu a 3 s elektrostatickou tryskou umístěnou nad vláknotvornou zónou melt blownu. Souhrn hodnot nastavení a poznámek je uveden v Tab. 6.



Obr. 32 – Vrstva nanovláken z konfigurace A, metody první. Vlevo je vidět struktura povrchu, na pravé fotografii jsou přiblížena typická vlákna z vlákenné vrstvy. Vlákna mají v proudu vzduchu silnou tendenci se shlukovat do přízovitých útvarů. V tomto stavu jsou také zachycena na kolektoru, kde tvoří typickou strukturu patrnou z pravého snímku.



Obr. 33 – Vrstva nanovláken z konfigurace C, metody první. Vlevo je vidět struktura povrchu, na pravé fotografii jsou přiblížena typická vlákna z vlákenné vrstvy. Vlákna se při této konfiguraci tolik neshlukují, vytvářejí rovnoměrněji prostorově orientovanou a rozmístěnou strukturu.

Dle výsledků 1. experimentálního nastavení je patrné, že pokud je elektrostatická tryska příliš blízko kolektoru, některá vlákna nejsou zachycena na kolektor a jsou unášena vzduchem obtékajícím kolektor. V tomto testovaném nastavení není patrný rozdíl mezi umístěním trysky elektrostatického zařízení ze shora či zdola.

Tab. 6 – Tabulka konfigurace a poznámek k průběhu testování metody 1.

	Varianta A - AC ES zespoda	Varianta B AC ES zespoda	Varianta C AC ES zespoda	Varianta D AC ES svrchu	Varianta E AC ES svrchu	Varianta F AC ES svrchu
Horizontální vzdálenost trysek [mm]	150	300	450	150	300	450
Vertikální vzdálenost trysky AC ES od osy MB [mm]	130	100	70	- 130	-100	-70
Poznámky	AC ES probíhá pod proudem vzduchu, elektrický vítr jej táhne do proudu vzduchu, kde je strháván. Je stále na dolní hranici proudu vzduchu, nemá tendenci k zachycení na kolektor, je unášen okolo kolektoru.	AC ES probíhá pod proudem vzduchu, elektrický vítr jej táhne do proudu vzduchu, kde je strháván. Většina vláken je zachycena na kolektoru.	AC ES probíhá pod proudem vzduchu, elektrický vítr jej táhne do proudu vzduchu, kde je strháván. Velká většina vláken je zachycena na kolektoru.	AC ES probíhá nad proudem vzduchu, elektrický vítr jej táhne do proudu vzduchu, kde je strháván. Je spíše na horní hranici proudu vzduchu, nemá tendenci k zachycení na kolektor, je unášen okolo kolektoru.	AC ES probíhá nad proudem vzduchu, elektrický vítr jej táhne do proudu vzduchu, kde je strháván. Většina vláken je zachycena na kolektoru.	AC ES probíhá nad proudem vzduchu, elektrický vítr jej táhne do proudu vzduchu, kde je strháván. Velká většina vláken je zachycena na kolektoru.
Závěr	Svazek nano vláken se špatně zachytává na kolektor.	Rapidní zlepšení zachycení na kolektor.	Většina vláken zachycena na kolektoru, menší rozptyl v širší proudu vzduchu.	Svazek nano vláken se špatně zachytává na kolektor.	Rapidní zlepšení zachycení na kolektor.	Většina vláken zachycena na kolektoru, menší rozptyl v širší proudu vzduchu.



Obr. 34 – Detail trysky AC elektrospinningu. Svazek nanovláken je unášen proudem vzduchu z trysky melt blownu. První testovaná metoda, konfigurace C.



Obr. 35 – Svazek nanovláken unášený proudem vzduchu z trysky melt blownu. První testovaná metoda, konfigurace D. Z obrázku lze pozorovat tendenci svazku vláken k oblétání kolektoru. Jen část vláken se tedy zachytí na kolektoru.

4.7. Metoda 2 – melt blown s elektrostatickým zařízením

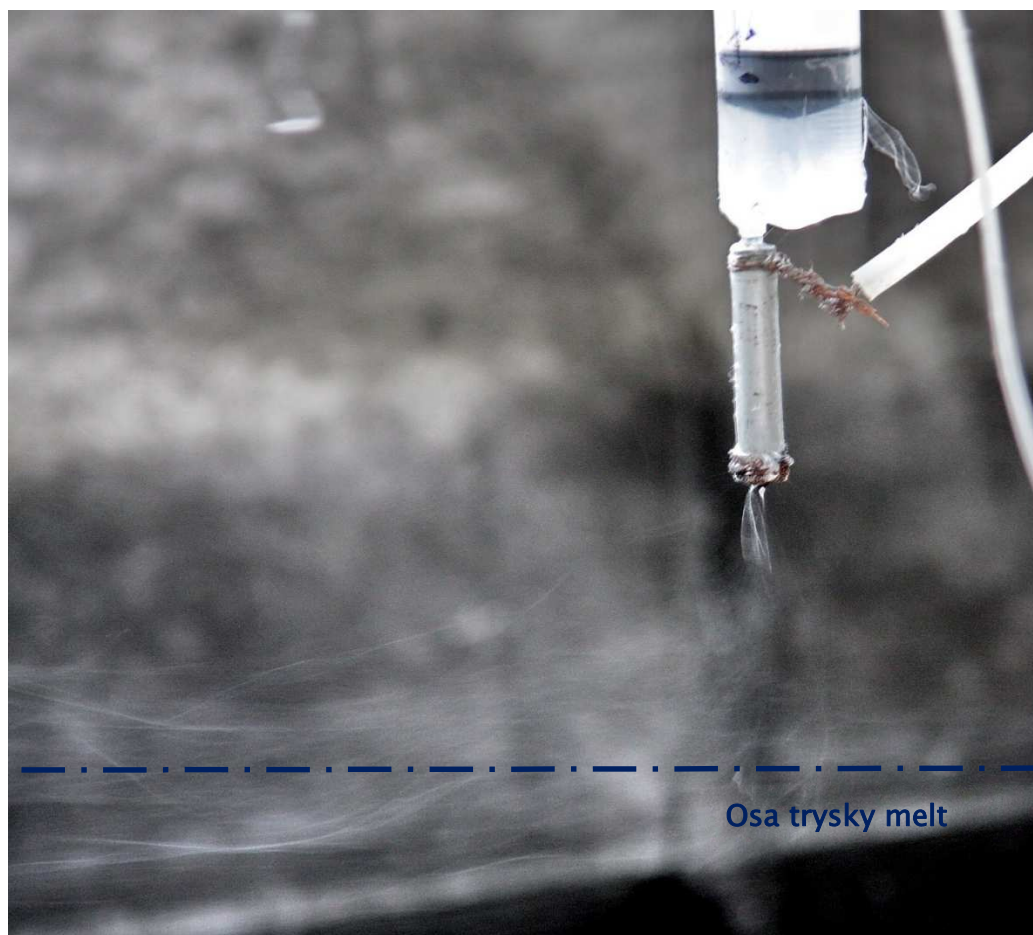
Při druhé metodě jsme již zvlákňovali oběma metodami a získali první vzorky kompozitního vláknenného materiálu obsahujícího melt blownová mikrovlákná a elektrostatická nanovlákná. Podle výsledků experimentů předchozí metody jsme vytvořili návrh konfigurace z tohoto experimentu. Modifikací oproti předchozí metodě byla změna počtu testovaných konfigurací pro tuto metodu z 6 konfigurací na 4. Podle chování nanovláken v proudu vzduchu byla umístěna elektrostatická tryska ve dvou základních konfiguracích, a to v 1/3 délek vzdálenosti kolektoru od trysky melt blownu. Elektrostatická tryska byla tedy umístěna 200 a 400 mm od trysky melt blownové. Tyto dvě konfigurace byly vyzkoušeny také zrcadlově nad horizontální osou melt blownu, tedy zvlákňovaly ze shora. Konfigurace jsou patrné z *Obr. 38*. První variantou konfigurace byla varianta A, kde jsme elektrostatickou trysku umístili 200 mm od kolektoru a 120 mm pod horizontální osou trysky melt blownu (viz *Tab. 7*). Dále byly testovány v pořadí konfigurace B, C a D. Chování proudu elektrostatických nanovláken v proudu vzduchu a nanovláken melt blownu bylo podobné, jako při předchozí metodě. Elektrostatická tryska umístěná blíže ke kolektoru zvlákňovala bez problémů, proud nanovláken směřoval do proudu mikrovláken a zůstával na spodním okraji, avšak nedocházelo k zachycení na kolektor nepřetržitě. Vlákná byla občas unášena mimo kolektor. Jednou z předpokládaných příčin tohoto jevu byly vzdušné proudy tvořené zejména externími zdroji, které v prostoru vznikaly působením jiných zařízení a přirozeným prouděním vzduchu. Při této konfiguraci se navíc nanovlákná viditelně shlukovala do svazků, které byly postřehnutelné pouhým okem, a ve vrstvě melt blownových vláken tvořila náhodně orientovanou strukturu. Tato struktura je zachycena na *Obr. 36*.



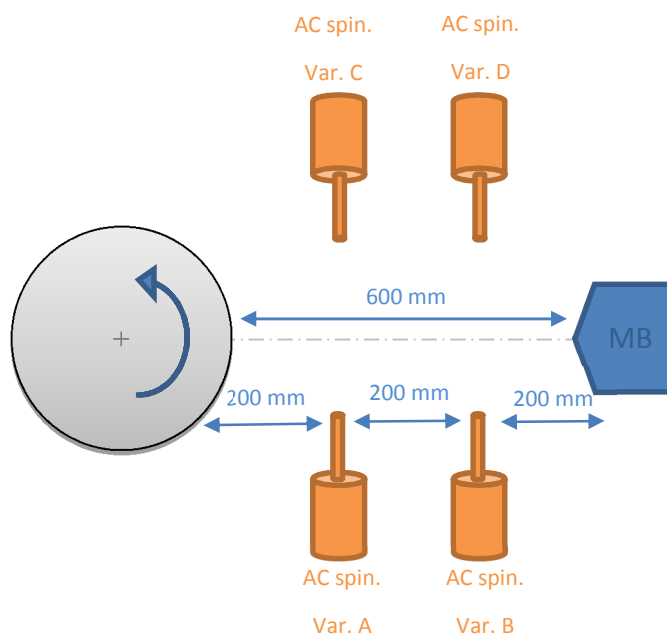
*Obr. 36 – Fotografie struktury svazků nanovláken ve struktuře mikrovláken melt blownu.
Metoda druhá, varianta konfigurace A.*

Při umístění elektrostatické trysky 400 mm od kolektoru horizontálně a 90 mm vertikálně pod úroveň osy melt blownu (konfigurace B) docházelo při zvlákňování k mísení vznikajících nanovláken s vlákny melt blownu, přičemž všechna byla zachycena na kolektoru. Mísení vláken se potvrdilo i obrazovou analýzou mikrosnímků. Poté byla sestavena konfigurace C, která má obdobné parametry jako konfigurace A, ale elektrostatická tryska byla umístěna vertikálně nad osou melt blownu a celá elektrostatická tryska společně se systémem elektrického oddělení pumpy polymeru svisle dolů.

Při této konfiguraci byl na trysku umístěn nástavec umožňující zvlákňování ze shora dolů, aniž by z trysky odkapával polymer. Tento nástavec je v podstatě malým sítím zabraňujícím samovolnému protékání polymeru. Při této konfiguraci se zařízení chovalo obdobně jako v případě konfigurace A, žádné větší rozdíly nebyly patrné, nanovláknový svazek neměl tendenci ke stálému zachycení na kolektoru. V tomto případě byl tedy výsledek zvlákňování obdobný jako u konfigurace A. Poslední konfigurací druhé metody byla varianta D, kdy byla tryska umístěna nad osou zařízení melt blown ve výšce 90 mm a ve vzdálenosti 400 mm od kolektoru. Zvlákňování se při této variantě jevílo obdobně jako při konfiguraci B, nanovláknina se viditelně dobře zakomponovala do proudu vzduchu s nanovláknem melt blownu.



Obr. 37 – Fotografie trysky střídavého elektrospinningu umístěné vzhůru nohama nad osou melt blownu.



Obr. 38 – Blokové schéma otestované konfigurace metody číslo 2.

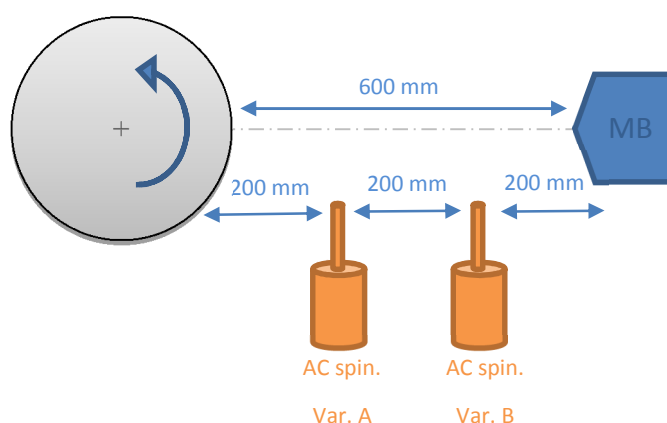
Tab. 7 – Tabulka konfigurace a poznámek k průběhu testování metody 2.

	Varianta A AC ES zespoda	Varianta B AC ES zespoda	Varianta C AC ES z vrchu	Varianta D AC ES z vrchu
Horizontální vzdálenost trysek [mm]	200	400	200	400
Vertikální vzdálenost trysky AC ES od osy MB [mm]	120	90	-120	- 90
Poznámky	AC ES probíhá pod proudem vzduchu, elektrický vítr jej táhne do proudu vzduchu, kde je strháván. Je stále na dolní hranici proudu vzduchu, má problémy se zachycením na kolektor, často je unášen okolo kolektoru mimo prostor.	AC ES probíhá pod proudem vzduchu, elektrický vítr jej táhne do proudu vzduchu, kde je strháván vmísen do svazku mikrovláken melt blownu.	AC ES probíhá nad proudem vzduchu, elektrický vítr a gravitace jej táhne do proudu vzduchu, kde je strháván. Je stále na horní hranici proudu vzduchu, má problémy se zachycením na kolektor, často je unášen okolo kolektoru mimo prostor.	AC ES probíhá nad proudem vzduchu, elektrický vítr a gravitace jej táhne do proudu vzduchu, kde je strháván vmísen do svazku mikrovláken melt blownu.
Závěr	Svazek nano vláken se pouze částečně zachytává s mikrovlákný melt blownu na kolektor.	Z pozorování pouhým okem je patrné, že se vlákna obou metod výroby mísí a vzniká kompozit.	Svazek nano vláken se pouze částečně zachytává s mikrovlákný melt blownu na kolektor.	Svazek nano vláken se pouze částečně zachytává s mikrovlákný melt blownu na kolektor.

Výsledky experimentování s konfiguracemi při druhé metodě jsou dobré. Zjevně se dařilo integrovat nanovlákná do mikrovlákného proudu při dvou konfiguracích (B a D) a částečně se nám to dařilo i v případě dvou zbylých konfigurací (A a C). Při porovnání varianty s elektrostatickou tryskou pod osou zvláknování (konfigurace A a B) se zdálo chování procesu integrace vláken jako zcela shodné s konfigurací, ve které je elektrostatická tryska umístěna opačně, tedy nad osou melt blownu.

4.8. Metoda 3 – melt blown s elektrostatickým zařízením varianta A a B pod osou

Pro další experimentování byly vyřazeny konfigurace s umístěním elektrostatické trysky nad osou melt blownu. Toto umístění bylo technicky hůře proveditelné. Bylo nutné použití speciálního nástavce na elektrostatickou trysku, což ztěžovalo její čištění. Naproti tomu této konfiguraci pomáhá k mísení gravitace. Pro zjednodušení samotného zařízení tuto konfiguraci vypustíme a provedeme experiment pouze se dvěma konfiguracemi s elektrostatickou tryskou umístěnou pod osou melt blownu.



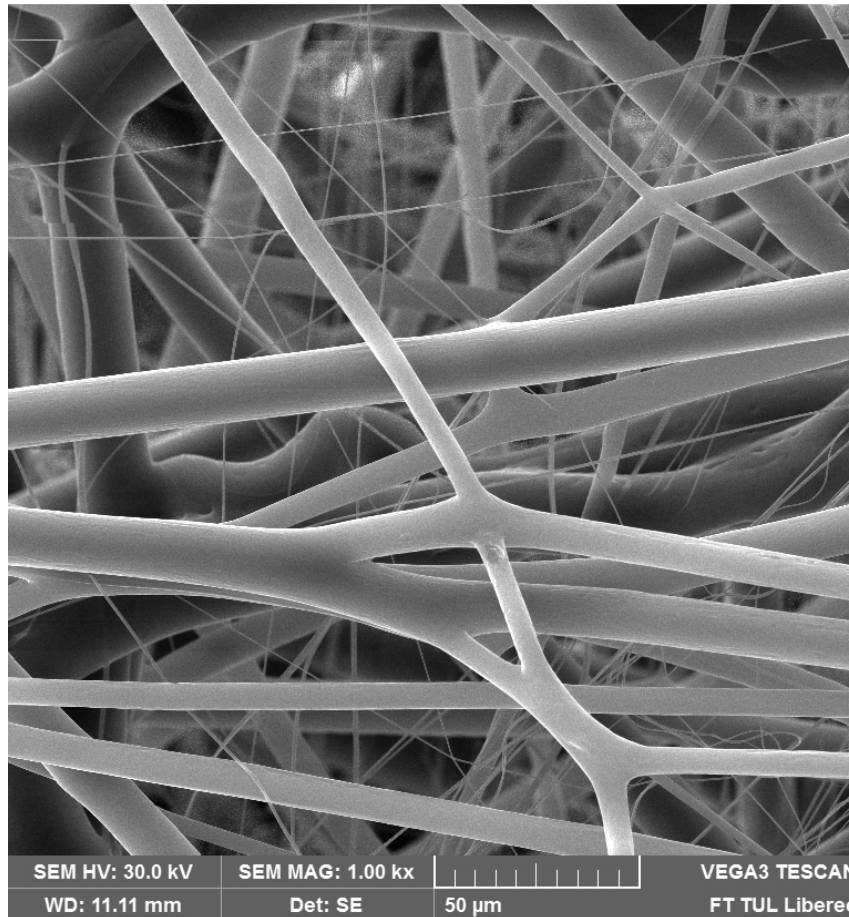
Obr. 39 – Blokové schéma otestované konfigurace metody číslo 3.

Další modifikací bylo umístění elektrostatické trysky na laboratorní pantografický stojan, který nám umožňoval snadné a v celku přesné nastavení vertikální vzdálenosti trysky od proudu vzduchu melt blownu. S tímto zařízením jsme byli schopni rychle a efektivně upravovat výšku trysky i v průběhu našeho experimentování. Právě změnou výšky v řádech několika centimetrů jsme zkoušeli upravit u konfigurace A mísení nanovláken s mikrovlákný a odstranit problém s malým podílem nanovláken zachycených na kolektor. Experiment jsme začali konfigurací A, kde byla elektrostatická tryska umístěna horizontálně 200 mm od kolektoru a vertikálně 120 mm pod osou trysky melt blownu. Při zvlákňování jsme opět pozorovali snahu nanovláknenného svazku, tvořícího útvar podobný přízi, nespojovat se s proudícím vzduchem a následné obtékání kolektoru. Proto byla upravena vertikální vzdálenost od osy melt blownu z 120 mm na 90 mm. Při zmenšení vzdálenosti se problém nedokonalého mísení vláken a obtékání částečně odstranil, ne však zcela. Z tohoto důvodu bylo přistoupeno k dalšímu snížení vertikální vzdálenosti elektrostatické trysky, tentokrát z 90 mm na 70 mm. Při této konfiguraci již docházelo k částečnému zachytávání mikrovláken melt blownu na elektrostatické trysce. I přes maximální přiblížení zvlákňovací trysky k horizontální ose melt blownu nedošlo k úplnému odstranění popsaného jevu a svazek

nanovláken je unášen mimo kolektor, který je obtékán buď po stranách, nebo v jeho spodní části. Vlákna při této konfiguraci mají tendenci tvořit přízi podobný útvar. To znamená, že v matrici kompozitu nejsou nanovlákná rovnoměrně rozložena a většina z nich je ve struktuře v podobě svazků, které matricí prostupují. To je zajímavý a jistě využitelný jev, avšak cílem bylo dosažení rovnoměrného začlenění nanovláken v mikrovlákenné matrici, proto jsme se dále tímto jevem nezabývali.

Tab. 8 – Tabulka konfigurace a poznámek k průběhu testování metody 3.

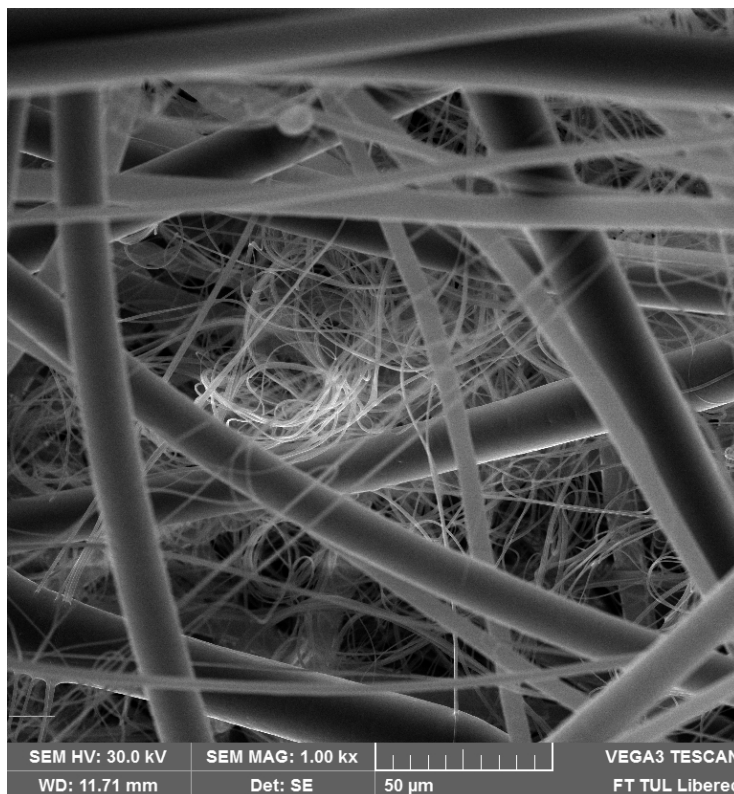
	Varianta A AC ES zespoda	Varianta B AC ES zespoda
Horizontální vzdálenost trysek [mm]	200	400
Vertikální vzdálenost trysky AC ES od osy MB [mm]	120	90
Poznámky	Testování změny vzdálenosti od osy trysky melt blown. 120 – 70 mm - zanášení	Testování změny vzdálenosti od osy trysky melt blown. ± 40 mm
Závěr	Se snížením vzdálenosti od H-V osy se mírně zlepšil zachycování nanovláknenného svazku na kolektor.	Nezaznamenán vliv na výslednou strukturu.



Obr. 40 – Snímek SEM struktury kompozitu vyrobeného při konfiguraci „B“.

Dále byl proveden experiment při konfiguraci B, kdy byla tryska umístěna do vzdálenosti 400 mm od kolektoru a 90 mm od osy trysky melt blownu. V podstatě se jednalo o shodnou konfiguraci jako v předchozí metodě č. 2, ale nyní, v důsledku použití pantografického laboratorního stojanu, bylo možné plynule měnit vertikální vzdálenost elektrostatické trysky a citlivě tak ovlivňovat sledovaný proces. Při testování konfigurace „B“ se jako důležité ukázalo, že tryska musí být mírně vzdálena od hranice (okraje) proudícího vzduchu melt blownu, aby nedocházelo k zanášení trysky, ale jen tak, aby byla nanovlákna působením elektrického větru vtažena do proudu působícího vzduchu. Při oddálení trysky od proudu vzduchu bylo možné pozorovat tendenci nanovláken tvořit svazky, již nedocházelo k mísení jako u konfigurace A. Je ovšem důležité správné umístění trysky ve vertikální rovině, tj. zajistit její umístění ve středu proudění. V opačném případě nastává stav, kdy směs vykazuje různé zastoupení jednotlivých složek vzhledem k šířce návinu vrstvy na kolektor. Průběh procesu a vlastnosti produktů byly v obou případech (varianta, konfigurace) stejné jako u konfiguračně shodných experimentů metody č. 2, což je pro nás důležité vzhledem k ověření opakovatelnosti experimentu i výsledků. Ve struktuře konfigurace A byly nalezeny svazky

paralelně orientovaných nanovláken, mezi nimiž bylo možno pozorovat velmi malé množství mikronových vláken. Tyto svazky byly náhodně včleněny do mikrovláknenné matrice. Ve vzorcích z konfigurace B byla nanovláknena v mikrovláknenné matrici rozptýlena, většinou ojednocena a náhodně orientována (viz *Obr. 40*). Občas jsou ve struktuře rozpoznatelné shluky nanovláken, ať již ve formě většího počtu shodně orientovaných vláken, přízi podobnému útvaru, nebo shluku náhodně orientovaných vláken, tedy klubku (viz *Obr. 41*). Až na tyto nehomogenity se jevila struktura jako poměrně pravidelná.

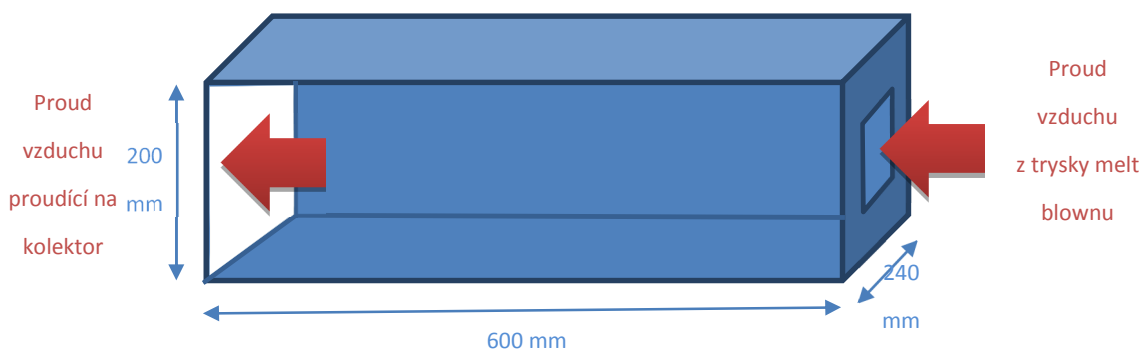


Obr. 41 – Snímek SEM zachycující „defekt“ – nanovláknenné klubko v mikrovláknenné matrici.

4.9. Metoda 4 – melt blown s elektrostatickým zařízením v ochranném krytu

Pro další vývoj zařízení a jeho přiblížení možnému praktickému uplatnění bylo navrženo použití ochranného krytu, který zabráni ovlivnění procesu zvlákňování nežádoucím prouděním okolního vzduchu. Celé toto opatření nebylo navrženo za účelem ovlivnění procesu melt blown, který pracuje stabilně a je odzkoušen, ale za účelem zlepšení mísení střídavého elektrostatického zvlákňování, jež je ve velmi malé vzdálenosti pod tryskou výrazně ovlivňováno i slabým prouděním vzduchu. Toto se ukázalo jako problém zejména u

konfigurace, kdy je elektrostatická tryska umístěna blíže u kolektoru, nedochází ke stabilnímu, trvalému, kontinuálnímu mísení obou typů vláken a nastává obtékání kolektoru nanovlákný. Tento jev byl připisován zejména parazitním vzdušným proudům, které nebylo možné v tak velkém prostoru, v němž je zařízení umístěno, ovlivnit ani eliminovat. Při konstrukci bylo vycházeno z modelu proudění vzduchu u trysky zařízení melt blown, který byl vytvořen na základě měření anemometrem (viz *Obr. 30* a *Obr. 31*). Z tohoto grafu byla důležitá právě hranice proudění vzduchu. Při návrhu bylo tedy vycházeno z požadavku, že stěny krytu musejí být mimo zónu působení vzduchu melt blown, to znamená, že samotná mikrovláknna melt blownu nebudou přicházet do styku se stěnami krytu a proces melt blownu nebude tímto opatřením nijak ovlivněn. Kryt byl navržen tak, aby umožnil konfiguraci zařízení dle metody č. 3, konfigurace A i B (viz *Obr. 39*). Ve spodní části boxu byly vytvořeny otvory pro umístění elektrostatické trysky. Z důvodu snadné tvorby a nízké ceny konstrukce byl pro vytvoření krytu zvolen kartonový papír, přičemž jedna z jeho vertikálních stěn byla pro účely pozorování procesu vyrobena z transparentního plastu (PMMA). Navržený kryt včetně jeho rozměrů je znázorněn na *Obr. 42*. Pro snížení efektu přisávání vzduchu z okolí do prostoru krytu a také pro zvýšení mechanické stability krytu byla část na straně melt blownové trysky opatřena přepážkou s otvorem pro vstup trysky melt blown.



Obr. 42 – Znázornění konstrukce ochranného krytu a jeho rozměrů. Čelní stěna je průhledná z důvodu sledování mísení vláken.

Po zhotovení ochranného krytu byl pro lepší nastavení umístěn na laboratorní pantografický stojan a jeho osa ztotožněna s osou zařízení melt blown. Realizace a umístění ochranného krytu je zachyceno na *Obr. 43*. Při ověřování vlivu ochranného krytu za původních podmínek melt blownu nebylo možné dosáhnout stejných výsledků a výsledná struktura nedosahovala dostatečných pevností nutných pro manipulaci. Toto bylo zjevné již při snaze o sejmutí vláknenné vrstvy z kolektoru. Ochranný kryt změnil proudění vzduchu mezi tryskou a kolektorem. Uzavřením prostoru se vytvořená vlákna pravděpodobně nedostatečně chladila a dopadala na kolektor ve stavu blízkém tavenině, což mělo za následek zhoršení

vlastností melt blownové vrstvy. Jak je patrné z *Obr. 44*, na stěnách ochranného krytu se tvořila a zachytávala vrstva vláken. Takováto změna byla nepřijatelná a další zkoumání chování melt blownu v ochranném krytu již nebylo prováděno. Proto byla navržena jiná metoda, která bude popsána v následující kapitole.



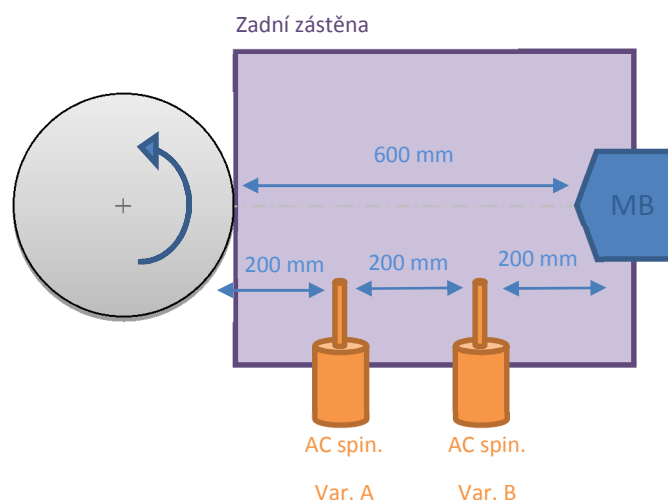
Obr. 43 – Fotografie ochranného krytu na pantografickém laboratorním stojanu. Kryt je umístěn mezi tryskou (nalevo) a kolektorem (vpravo).



Obr. 44 – Snímek ochranného krytu po prvním a zároveň posledním experimentu, ve kterém byl použit. Na fotografii jsou patrné vláknenné nálety na stěnách krytu.

4.10. Metoda 5 – melt blown s elektrostatickým zařízením s ochrannou zástěnou

Po předchozích zkušenostech bylo třeba najít takové řešení, které by zabránilo parazitnímu proudění vzduchu, jež může ovlivnit mísení mikrovláken melt blownu s elektrostatickými nanovlákný, a zároveň by negativně neovlivňovalo proces tvorby vláken melt blownu. Po pečlivém zhodnocení různých variant bylo vybráno minimalistické řešení se zástěnami umístěnými vertikálně a ve směru osy zařízení melt blown. Tyto zástěny měly délku 700 mm a výšku 600 mm. Délka záměrně přesahovala výšku o 100 mm, aby zástěna při pohledu z boku zakrývala celou melt blownovou trysku. Zástěny byly ve spodní části opatřeny podstavami o délce cca 200 mm, jež zajistily stabilitu konstrukce. Zástěny byly umístěny na stojan tak, aby jejich horizontální osa byla v zákrytu s horizontální osou melt blownu. Zástěny byly zkonstruovány k tomu, aby chránily proces elektrostatického zvlákňování a přitom neovlivnily melt blownový proces. Toto řešení velmi zjednodušilo konstrukci, a proto umístění elektrostatické trysky nebylo oproti předchozí metodě ochranného krytu technicky tak náročné. Nejprve byl otestován samotný proces melt blown, protože zajištění správné funkce melt blownového procesu bylo pro výsledek experimentu klíčové. Vzniklá melt blownová vrstva kvalitativně odpovídala standardnímu postupu výroby. Proto bylo přistoupeno k přidání elektrostatické trysky a testování ve dvou základních konfiguracích vycházejících z konfigurací metody č. 3. Schéma konfigurace spolu se zástěnou je znázorněno na *Obr. 45*. Provedení řešení pak zobrazuje fotografie (viz *Obr. 46*). Před samotným započítím experimentu bylo ještě ověřeno chování samotného elektrostatického procesu v nových podmínkách konfigurace se zástěnou. Fotografie detailu zvlákňující elektrostatické trysky je na *Obr. 47*. Bylo konstatováno, že proces není ovlivňován vnějším prouděním.

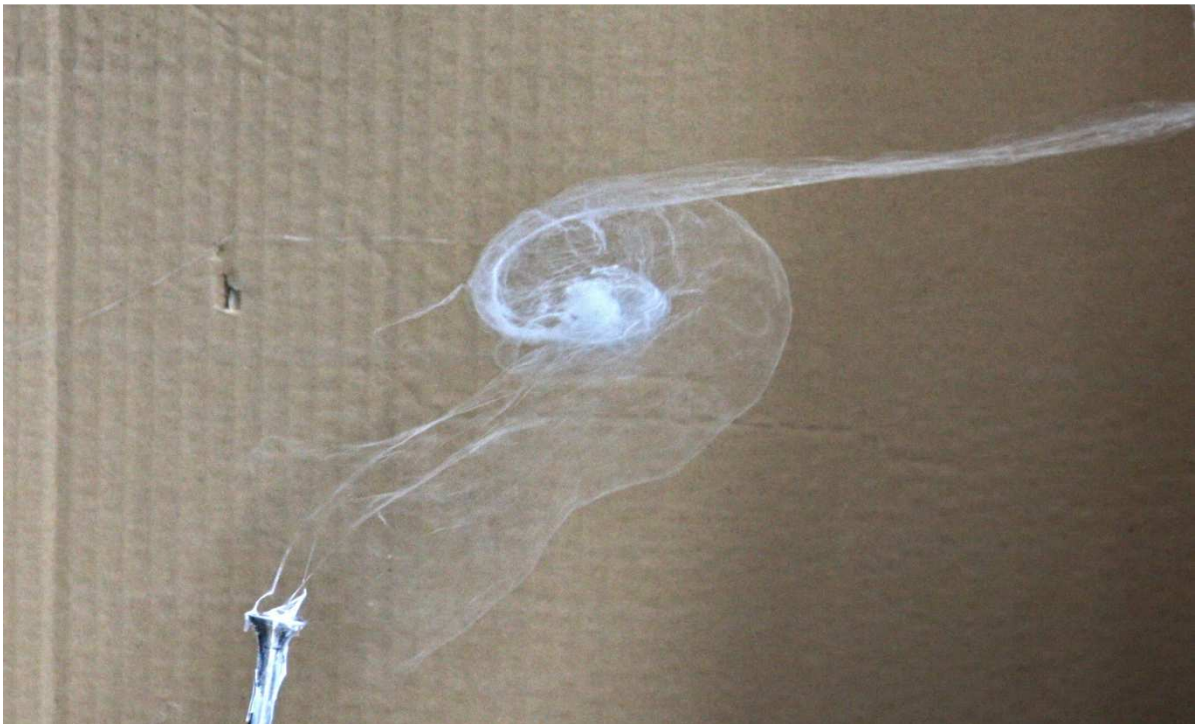


Obr. 45 – Blokové schéma otestované konfigurace metody číslo 5. Na schématu je vzadu znázorněna 2. zástěna, 1. zástěna je umístěna vpředu před všemi zobrazenými zařízeními (není znázorněna).

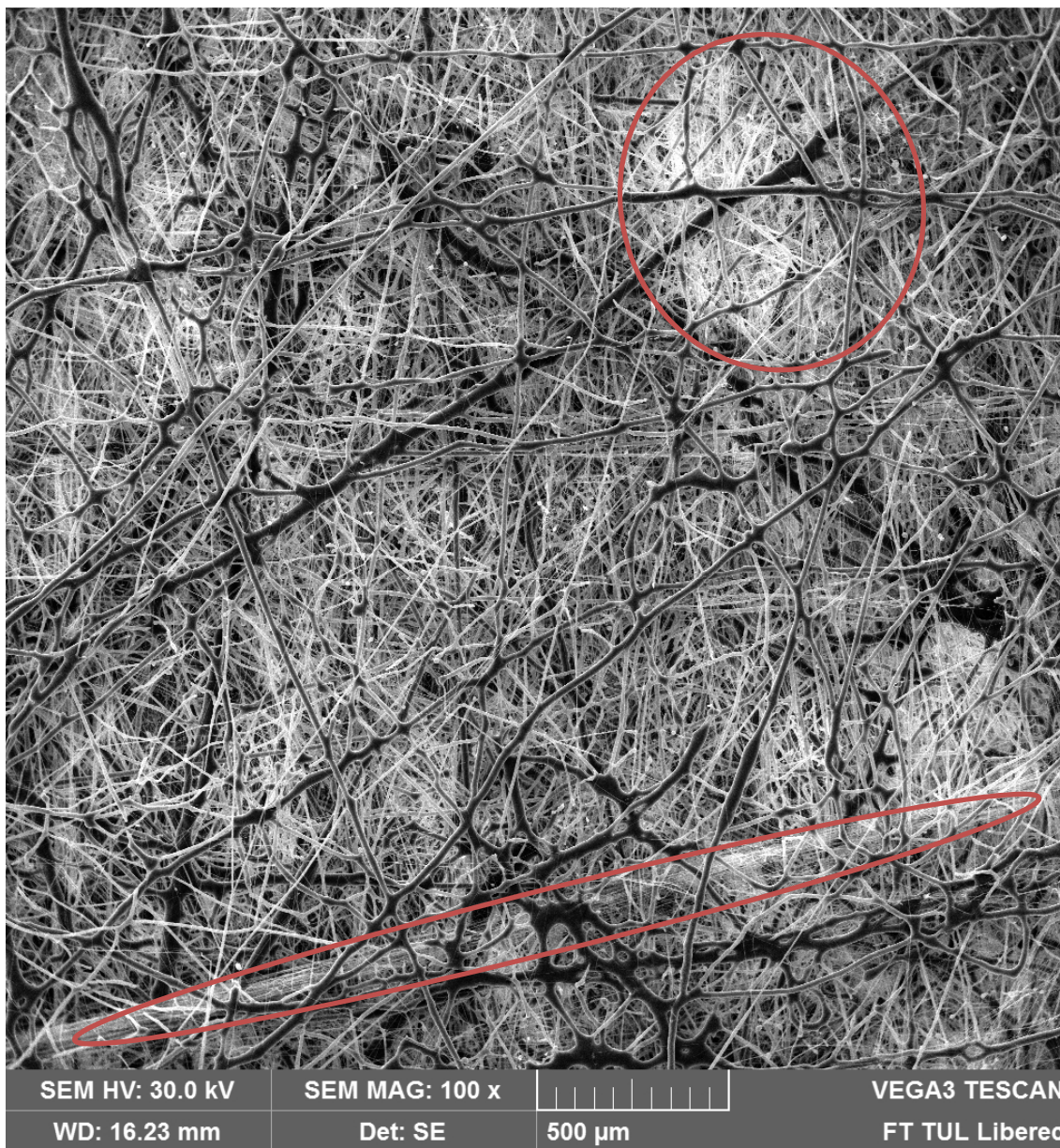
První testovanou konfigurací byla varianta A, kdy byla elektrostatičká tryska umístěna 200 mm od kolektoru. Tato konfigurace vykazovala dříve problémy s nedostatečným zachytáváním elektrostatičkých vláken na kolektor i se vzájemným mísením do mikrovláčenné matrice. Zvolená konfigurace byla testována a již na základě pozorování bylo možné zhodnotit kvalitu a stupeň mísení jednotlivých složek. Výsledek stále nebyl plně uspokojující, vždy v náhodných časových intervalech docházelo k obtékání kolektoru podobně jako u konfigurace A třetí experimentální metody. Nicméně část nanovláčken se zachytávala, a proto bylo možné vytvořit vzorek pro elektronovou mikroskopii a následnou obrazovou analýzu. Strukturu vzorku zachycuje fotografie (viz *Obr. 48*). Následně bylo přistoupeno k testování konfigurace B. Tato konfigurace s aplikovanou zástěnou vykazovala podobné výsledky jako provedení bez zástěny. Na základě pozorování se proces jevil jako úspěšný, což bylo potvrzeno i snímky z mikroskopu SEM. Parametry procesu se zdají být vhodně nastaveny a jsou uplatnitelné pro provozování zařízení. Detail struktury vzorku B je vyobrazen na fotografii (viz *Obr. 49*).



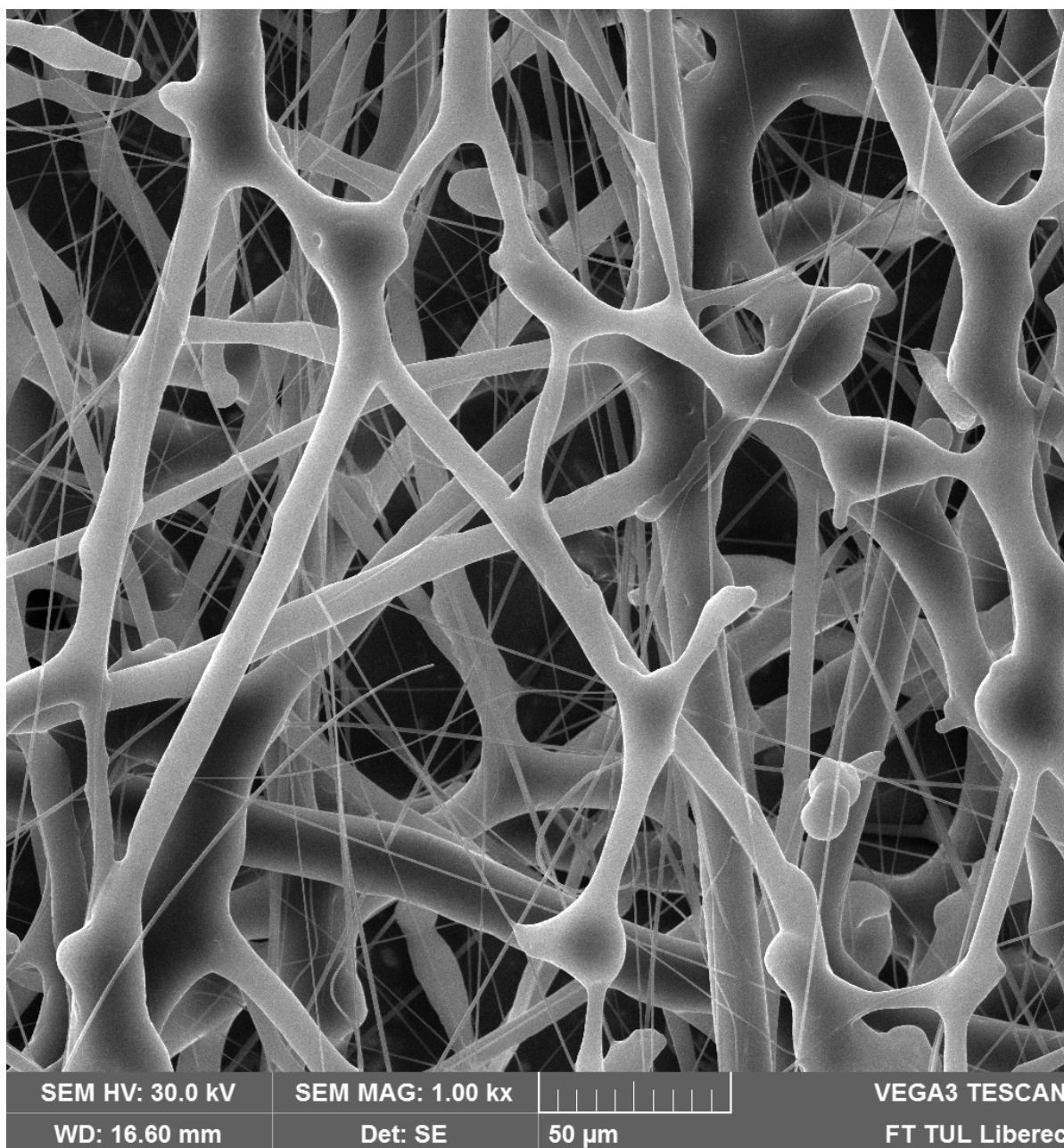
Obr. 46 – Fotografie bočních zástěn.



Obr. 47 – Fotografie detailu trysky AC elektrospinningu při testování metody č. 5, konfigurace A. V pozadí je patrná zástěna vytvořená pro odstranění parazitních vzduchových proudů.



Obr. 48 – Fotografie vzorku z konfigurace A pořizena pomocí SEM. Na snímku jsou patrné shluky nanovláken a přízi podobné svazky nanovláken. Červeně označená místa jsou typická pro konfigurace, kde je elektrostatická tryska blíže kolektoru.



Obr. 49 – Fotografie vzorku z konfigurace B pořízená pomocí SEM. Homogenita promísení je u konfigurací s tryskou elektrospinningu v konfiguraci B velmi dobrá.

5. Testování vytvořených materiálů

Z technologického hlediska bylo vytvořeno požadované zařízení umožňující výrobu mikrovláken melt blown se zakomponovanými nanovlákný střídavého elektrostatického zvláknování. Výsledek bylo nutné potvrdit, zkontrolovat a objektivně popsat. K tomuto účelu slouží tato část práce, ve které jsme popsali základní parametry, zejména průměry vláken

pomocí obrazové analýzy ze snímků SEM, a poměr vláken ve výsledném materiálu. Je zdůvodněn i výběr vzorků zvolených pro obrazovou analýzu.

5.1. Obrazová analýza

Pomocí obrazové analýzy byla hodnocena struktura a stupeň promísení, především však byly stanoveny průměry vláken ve vytvořené struktuře. Použili se vzorky z vytvořených vlákných vrstev, přičemž bylo vždy pořízeno několik snímků v měřítku, které umožnilo dobré určení hranic vláken a jejich označení. Snímek také musel být reprezentantem typické struktury, která se v daném vzorku vyskytovala. K měření průměrů vláken byl použit program ImageJ 1.48v, jenž umožňuje ve volně šiřitelné licenci měření a statistické zpracování dat. Protože výsledkem experimentování této práce je metoda č. 5, byly měřeny průměry vláken ze vzorků vytvořených právě touto metodou. Při této metodě bylo použito dvou konfigurací. Z každé konfigurace byly odebrány dva vzorky pro SEM, ze středu a z jedné čtvrtiny šíře vytvořeného materiálu. Takto připravené vzorky byly pozlaceny a zpracovávány na skenovacím rastrovém mikroskopu Vega 3 od společnosti Tescan. Ze snímků pořízených pomocí SEM jsme vybrali zástupce, které bylo možné považovat za představitele typické struktury a typického rozložení vláken. Takto pořízené snímky byly použity pro stanovování průměrů jednotlivých vláken. Po načtení snímku do programu ImageJ bylo nejprve nutné provést kalibraci na základě známého měřítka umístěného na SEM snímku, tj. zadání informace, jaká jednotka délky je právě jeden obrazový bod snímku. Poté jsme již měřili pomocí úseček umístěných kolmo k ose vlákna. Délka této úsečky je dána obrazovými okraji vlákna. Dále byla naměřená data exportována a uložena. Ze statistických informací byly zpracovány zejména maximální a minimální hodnoty, průměry a mediány hodnot, kvantil Q1 a Q3.

5.1.1. Výsledky stanovení průměru mikrovláken v kompozitu

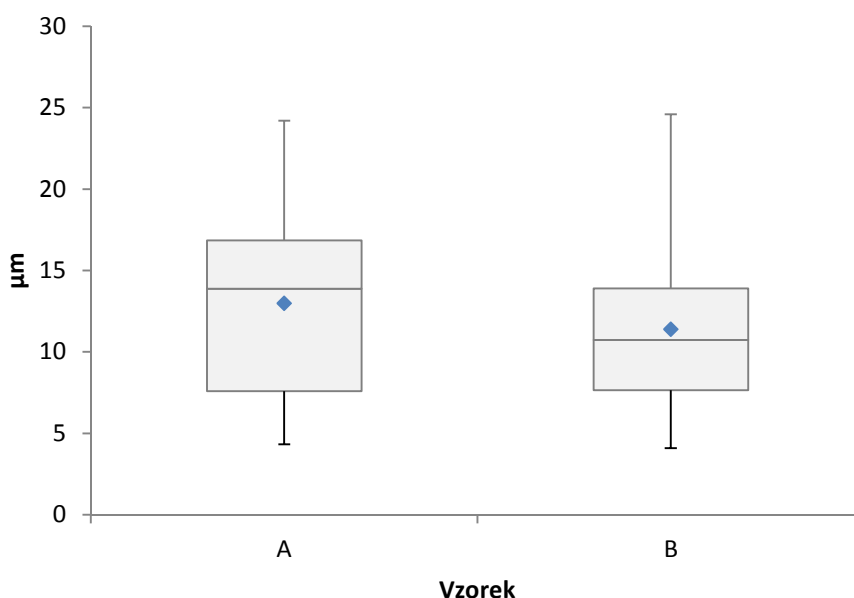
Nejprve bylo výše popsaným způsobem změřeno 60 vláken z každého vzorku vytvořeného při konfiguraci A a B v páté experimentální metodě. Výsledky jsou uvedeny v *Tab. 9*. Byly stanoveny průměry vláken nad 1 mikron. Cílem bylo určit vliv technologie střídavého elektrostatického zvlákňování na technologii melt blown, sledovat vliv konfigurace na výsledná melt blownová vlákna.

Tab. 9 – Tabulka statisticky zpracovaných hodnot průměrů mikrovláken ve vzorcích „A“ a „B“ z páté experimentální zvlákňovací metody.

	Vzorek A [μm]	Vzorek B [μm]
Průměr aritm.	13,0	11,4
Minimum	4,3	4,1
Kvantil Q1	7,6	7,6
Medián	13,9	10,7
Kvantil Q3	16,8	13,9
Maximum	24,2	24,6

Graf 1 – Graf rozložení hodnot průměrů mikrovláken ve vzorcích „A“ a „B“ páté experimentální zvlákňovací metody.

Graf průměrů mikrovláken



Z naměřených hodnot je zřejmá podobnost aritmetických průměrů, mediánů s kvantily středních hodnot. Velmi podobná jsou i maxima a minima naměřených hodnot průměru vláken. Z těchto měření lze vysledovat, že proces melt blown není ovlivněn změnou konfigurace. Střídavá elektrostatická technologie přispívá ke snížení průměrů mikrovláken tím, že její největší průměry mohou dosahovat nejmenších průměrů melt blownu.

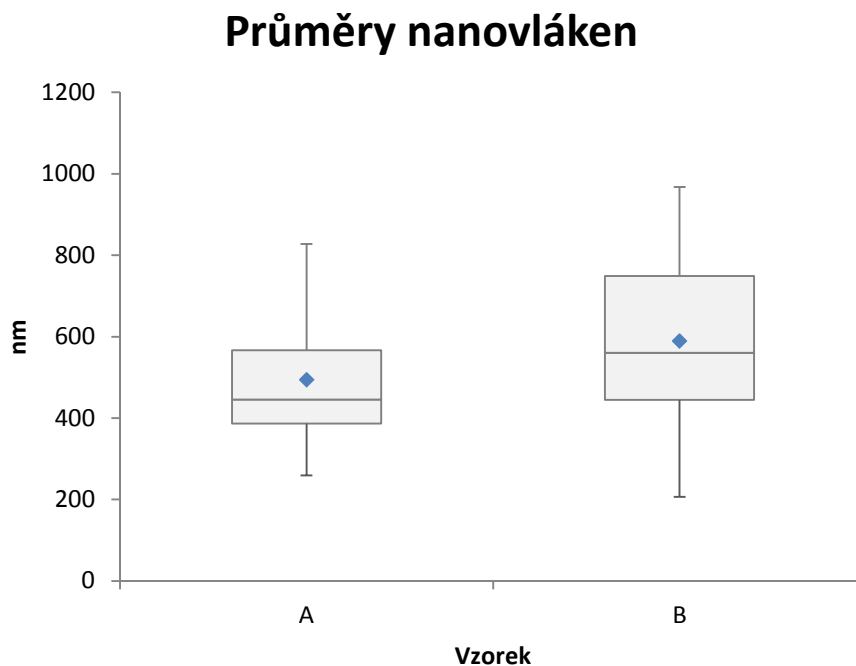
5.1.2. Stanovení průměru submikronových vláken v kompozitu

Dále byly stanoveny průměry pouze submikronových vláken ve vzorcích z konfigurace A a B z páté metody. Cílem bylo určit vliv konfigurace na průměry vláken vytvořených technologií elektrostatického zvlákňování. Dle tabulky hodnot (viz *Tab. 10*), ale i grafického znázornění patrného na *Graf 2*, je podobnost hodnot všech průměrů submikronových vláken. Z tohoto důvodu lze soudit, že různé konfigurace nemají na průměry elektrostatických nanovláken významný vliv. Nepatrné zvýšení průměrů hodnot u vzorku B je přičítáno rovnoměrnému rozložení elektrostaticky vytvořených vláken ve struktuře a promísení se submikronovými vlákny melt blownu. Zatímco při konfiguraci A jsou elektrostaticky vytvořená vlákna ve svazcích a při měření průměrů vláken se tolik neprojeví vliv melt blownových submikronových vláken.

Tab. 10 – Tabulka statisticky zpracovaných hodnot průměrů mikrovláken ve vzorcích A a B z páté experimentální metody. Zeleně jsou zbarvena data samotných nanovláken z konfigurace C z první experimentální metody.

	Vzorek A [nm]	Vzorek B [nm]
Průměr aritm.	494,5	589,6
Minimum	259,4	206,4
Kvantil Q1	386,6	444,6
Medián	445,3	560,6
Kvantil Q3	566,4	749,3
Maximum	827,8	967,6

Graf 2 – Graf rozložení hodnot průměrů nanovláken ve vzorcích A a B páte experimentální zvláknovací metody, včetně vzorku samotných nanovláken ze střídavého elektrospinningu. Elektrospinningová vlákna jsou z konfigurace „C“ první zvláknovací metody.



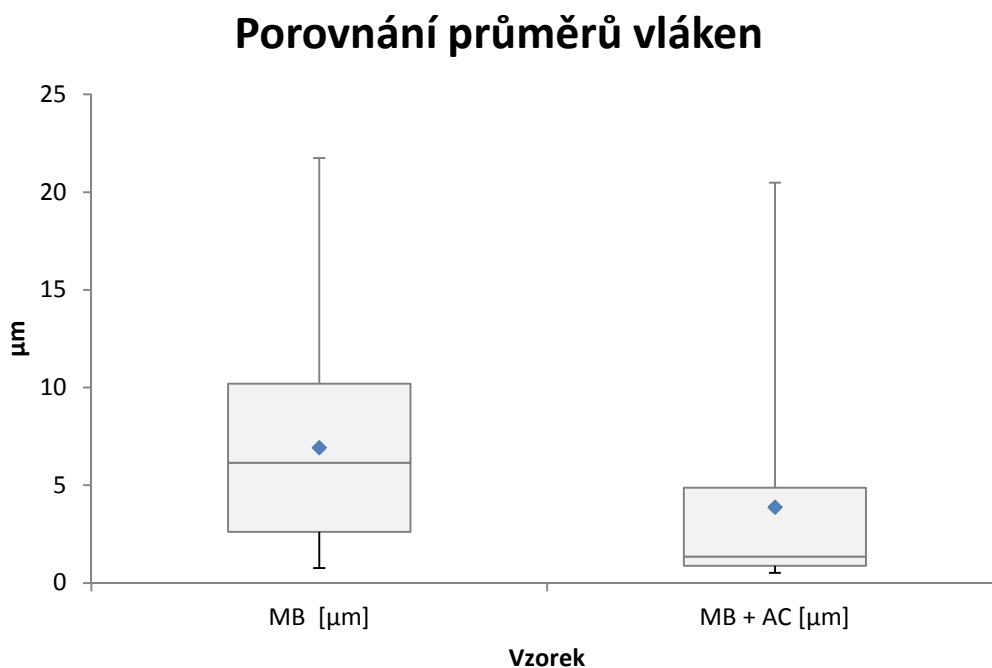
5.1.3. Výsledky stanovení průměru vláken kompozitní vrstvy

Pro získání lepšího přehledu a doložení přítomnosti konkrétních typů vláken byl vytvořen graf průměrů vláken a histogram pro vzorek vytvořený melt blownem a vzorek kompozitu vytvořený melt blownem s nanovláknými vytvořenými střídavým elektrostatickým způsobem. Při analýze vzorků samotného melt blownu bylo zjištěno, že se za nastavených zvláknovacích podmínek s použitým polymerem mezi mikrovlákny objevují také nanovlákna. Z tohoto důvodu byla porovnána vlákna ze vzorků bez elektrostaticky vyrobených nanovláken i s elektrostaticky vyrobenými nanovláknými. Z hodnot zpracovaných v *Tab. 11* a *Graf 3* je patrné zvýšení množství vláken s hodnotou průměru pod jeden mikrometr, což znamená, že změna poměru vláken je způsobena přidáním elektrostatických nanovláken.

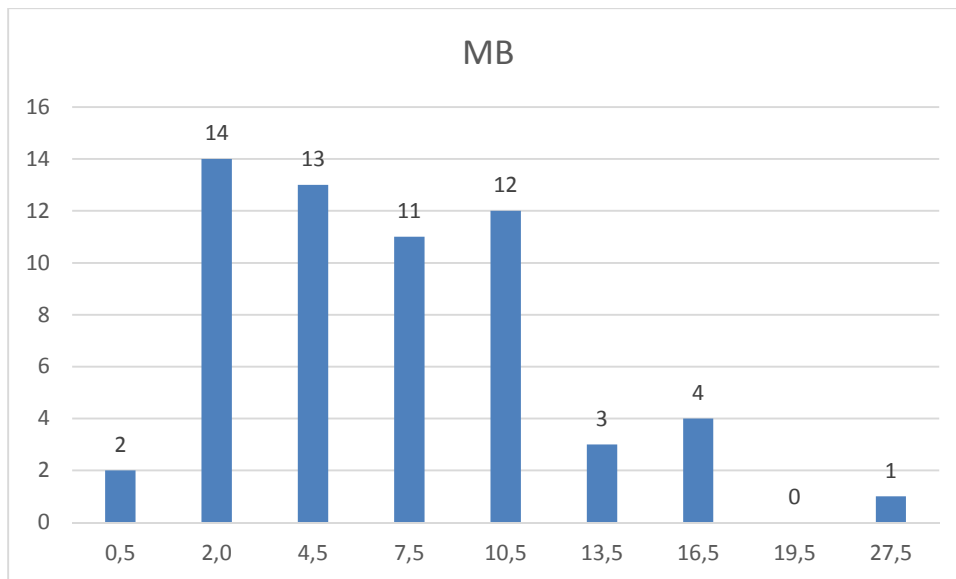
Tab. 11 – Tabulka statisticky zpracovaných hodnot průměrů vláken ve vzorcích samotného melt blownu a melt blownu s příměsí elektrostaticky vyrobených nanovláken.

	Vzorek MB [mikrom]	Vzorek MB + ES [mikrom]
Průměr aritm.	6,9	3,9
Minimum	0,8	0,5
Kvantil Q1	2,6	0,9
Medián	6,2	1,3
Kvantil Q3	10,2	4,9
Maximum	21,7	20,5

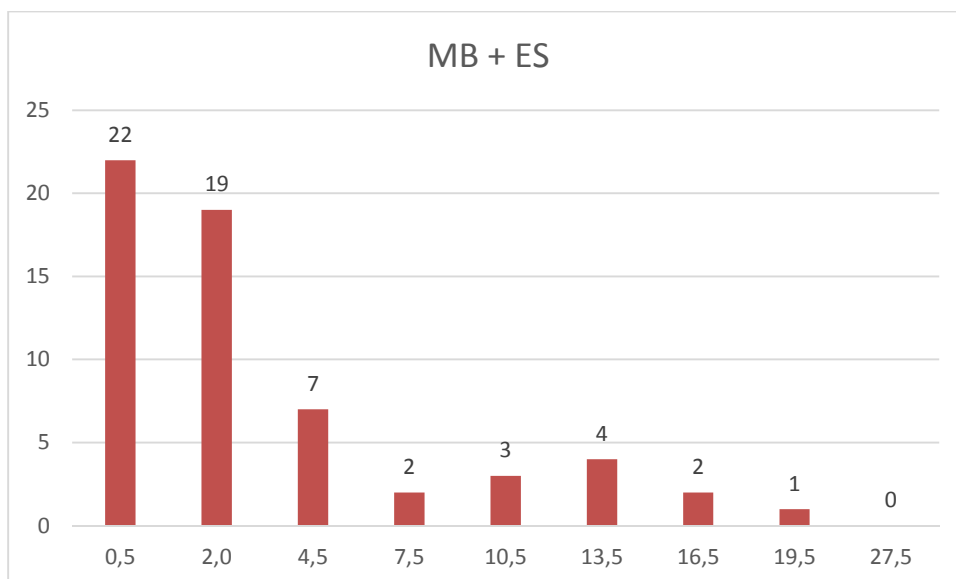
Graf 3 – Graf rozložení hodnot průměrů ve vzorcích melt blownu samotného a melt blownu s příměsí elektrostaticky vyrobených nanovláken.



Graf 4 – Histogram četnosti výskytu vláken ve vzorku melt blownu.



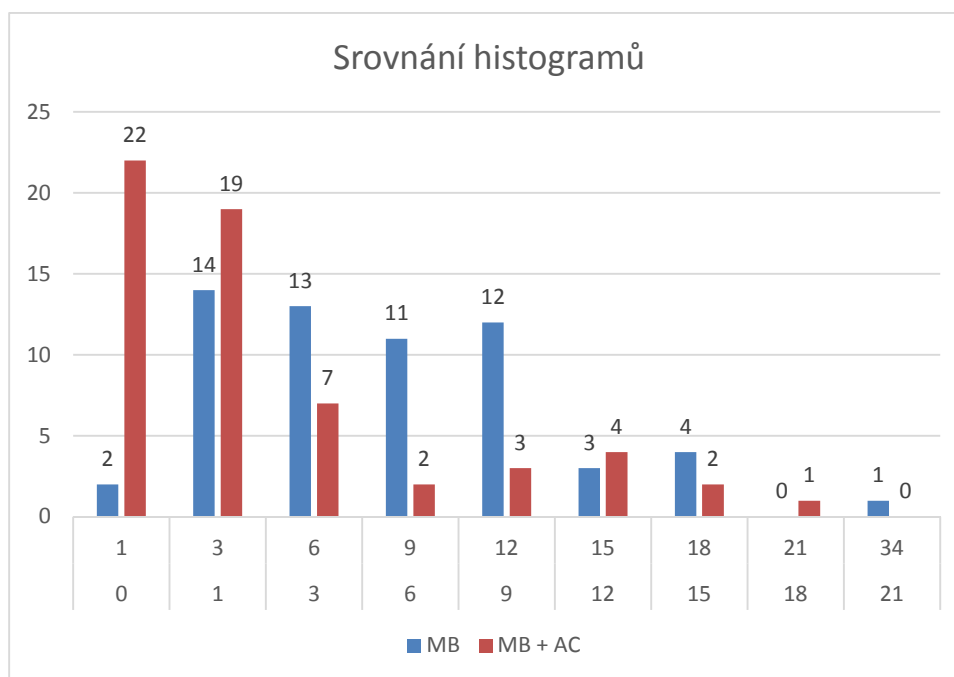
Graf 5 – Histogram četnosti výskytu vláken ve vzorku kompozitu melt blownu a elektrostaticky vyrobených nanovláken.



Tab. 12 – Tabulka rozdělení průměrů vláken do tříd a počet jejich výskytu.

Rozmezí hodnot [μm]		Třída	MB [μm]	MB + AC [μm]
0	1	0,5	2	22
1	3	2,0	14	19
3	6	4,5	13	7
6	9	7,5	11	2
9	12	10,5	12	3
12	15	13,5	3	4
15	18	16,5	4	2
18	21	19,5	0	1
21	34	27,5	1	0

Graf 6 – Kombinace histogramu melt blownu a kompozitu melt blownu s elektrostaticky vyrobenými nanovlákný.



Při porovnání histogramu samotného melt blownu (viz Graf 4) a histogramu kompozitu melt blownu s elektrostatickými vlákny (viz Graf 5) lze vidět výraznou změnu podílu právě vláken, která jsou pod 1 μm . Při porovnání obou histogramů v jednom grafu je tato změna dobře viditelná a graficky porovnatelná (viz Graf 6). Třídy a počty výskytů, které byly použity jako výchozí pro konstrukci histogramů, jsou uvedeny v

Tab. 12. Bylo tedy ověřeno nejenom zastoupení jednotlivých typů vláken, ale také fakt, že inkorporace nanovláken do struktury melt blownu opravdu probíhá a to v takové míře, že ji lze zaznamenat a potvrdit.

5.2. Stanovení hmotnostního poměru vláken

5.2.1. Stanovení poměru pomocí vymývání jedné složky

Dalším důležitým parametrem je poměr vláken ve výsledném materiálu. V tomto případě nejde o poměr průměrů vláken, ale o hmotnostní poměr vláken dle metody výroby. Rozlišována byla tedy vlákna podle metody jejich výroby při konkrétně použitých experimentech, tedy podle materiálu, ze kterého jsou vyrobena. Vlákna melt blownu byla vyrobena z taveniny PCL a vlákna střídavého elektrostatického způsobu z PVB. Poměr je velmi důležitý výchozí parametr pro další specifikace výsledného materiálu. Při obrazové analýze nebylo možné efektivně rozlišit, zda je vlákno vyrobeno jednou či druhou metodou. O původu vlákna bylo možné říci pouze to, že pokud byl jeho průměr pod 1 μm , zvyšovala se pravděpodobnost, že bylo vyrobeno elektrostatickou metodou a naopak. Vzhledem k použitým materiálům nebylo tedy obrazovou analýzou možné oba materiály ze snímků SEM rozlišit. Jedním z možných a jednoduchých způsobů je vyplavení jedné složky z výsledného materiálu vhodným rozpouštědlem, zjistit tak hmotnostní rozdíl a tedy i hmotnostní podíl jednotlivých materiálů zastoupených ve vzorcích. Nejsnadněji přístupným běžným rozpouštědlem, které PVB velmi snadno rozpouští, ale nerozpouští PCL, je etanol. Nejprve byl vliv etanolu vyzkoušen na vzorcích samotných materiálů. Vzorek nanovláken z PVB byl vložen do etanolu. Téměř okamžitě bylo zřejmé rozpouštění PVB. V případě vložení PCL do etanolu nebyly ani po 24 hodinách pozorovatelné žádné známky rozpouštění. Byly vytvořeny vzorky třech materiálů, kde první vzorek byl reprezentován samotnou melt blownovou vrstvou z materiálu PCL, druhý vzorek představovala pouze elektrostaticky vytvořená nanovlákná vrstva z PVB a třetí vzorek byl kompozit s podílem obou materiálů, jak PCL tak PVB. Všechny tři vzorky byly zváženy na laboratorní váze Kern ABS s přesností na 0,0001g, v Petriho misce zality etanolem a zakryty, aby nedocházelo k odparu rozpouštědla (viz Obr. 50). Takto připravené vzorky byly umístěny na laboratorní třepače nastavené na minimální frekvenci 50 kmitů za minutu a promíchávány po dobu 24 hodin.



Obr. 50 – Fotografie zvážených vzorků zalitých etanolem, připravených k umístění do laboratorní třepačky na 24 hodin.

Vzorky byly po 24 hodinách vyjmuty a dalších 24 hodin sušeny na vzduchu. Po vysušení byly vzorky převáženy a porovnány hodnoty váhy vzorku před a po rozpouštění. Hodnoty z měření rozpustnosti PVB jsou uvedeny v Tab. 13, červeně je v tabulce uvedena hodnota úbytku váhy v procentech. Zajímavý je dvouprocentní úbytek váhy samotného melt blownu z PCL. Zde je úbytek připsán částečně vysušení a částečně narušení struktury. Je tedy možné konstatovat, že PCL se nerozpustil, došlo pouze k malému úbytku váhy. U vzorku samotného elektrostaticky vytvořeného produktu z nanovláken PVB došlo k 99,1% úbytku, v podstatě zbyly pouze nečistoty a několik vláken ze spunbondového textilního podkladu, který sloužil při zvlákňování jako mezivrstva mezi kolektorem a elektrostaticky zvlákněným PVB. Lze tedy říci, že PVB se beze zbytku rozpustil. U vzorku kompozitu s rozpustným PVB a nerozpustným PCL došlo k úbytku 5,4 % váhy. Pokud budou od této hodnoty odečtena 2 % úbytku váhy PCL, výsledná hodnota je 3,4 % PVB v kompozitu, který byl vyroben jako finální produkt této práce.

Tab. 13 – Tabulka s hodnotami z měření rozpustnosti PVB.

Vzorek	Druh vzorku	Hmotnost vzorku [g]	Čas vymývání [hod]	Hmotnost po vymytí [g]	Rozdíl váhy [g]	Zůstatek [%]	Rozpuštěno [%]
1	MB	0,1046	24	0,1025	0,0021	98,0	2,0
2	MB + AC ES	0,1091	24	0,1032	0,0059	94,6	5,4
3	AC ES	0,0115	24	0,0001	0,0114	0,9	99,1

5.2.2. Stanovení poměru pomocí výpočtu produktivity

Další způsob zjištění poměru jednotlivých složek ve vytvořeném kompozitu je založen u melt blownu na zvážení vyprodukovaného polymeru zachyceného za tryskou zařízení, u

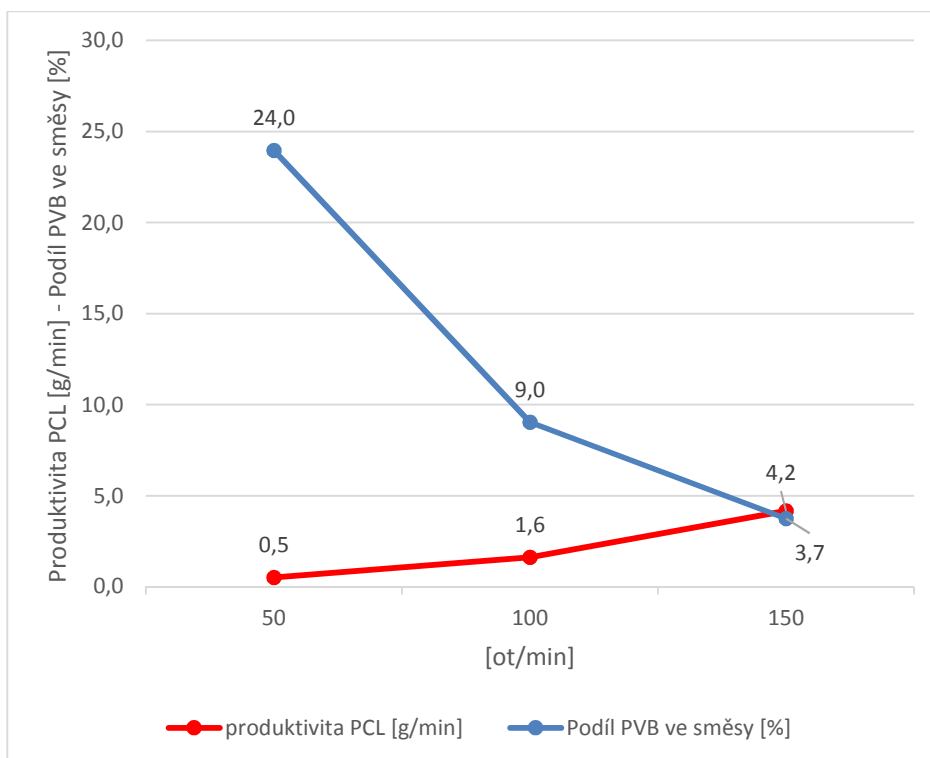
elektrostatického principu pak na kontrolním výpočtu podle dávky polymerního roztoku a poměrové hmotnosti polymeru v roztoku rozpouštědla. Do vytvořené tabulky se vzorci pro výpočet produktivit byla nejprve zadána hmotnost vzorků pro rychlosti extrudéru melt blownu 50, 100 a 150 otáček za minutu. Z těchto hodnot byla vypočítána produktivita v gramech za minutu. Produktivita PVB z elektrostatické technologie byla spočítána z hustot složek rozpouštědla a hustoty PVB, hodnota dávkování lineární pumpy v mililitrech za minutu byla podle rychlosti pumpy přepočtena na gramy PVB za minutu zvlákňování. Právě z hodnot výkonnosti obou zvlákňovacích metod byl určen teoretický poměr materiálu v kompozitu, z této hodnoty byl červeně vyjádřen hmotnostní procentní podíl PVB v kompozitu. Hodnoty použité při výpočtu včetně pomocných hodnot jsou uvedeny v *Tab. 14*. Modře je označena část hodnot pro PCL, béžovou barvou pak buňky výpočtu pro produktivitu PVB a červeným písmem je zapsán hmotnostní podíl PVB ve směsi vláken.

Tab. 14 – Tabulka s výpočtem podílu vláken z PVB v kompozitu.

Rychlost posuvu extrudéru	Čas vláknění [s]	Hmotnost vzorku [g]	Produktivita PCL [g/s]	Produktivita PCL [g/min]	Produktivita AC ES (PVB) [ml/min]	Koncentrace roztoku PVB [wt %]	Etanol v/v [ml]	Voda v/v [ml]	Váha rozpouštědla [g/ml]	Váha PVB [g/ml]	PVB v ml roztoku [g]	Rozpouštědla v roztoku [g]	Váha Roztoku PVB [g/ml]	Produktivita čistého PVB [g/min]	Podíl PVB v kompozitu [%]
50	120	1,029	0,009	0,514	1,5	10	9	1	0,810	1,080	0,108	0,729	0,837	0,162	24,0
100	120	3,258	0,027	1,629	1,5	10	9	1	0,810	1,080	0,108	0,729	0,837	0,162	9,0
150	120	8,335	0,069	4,168	1,5	10	9	1	0,810	1,080	0,108	0,729	0,837	0,162	3,7

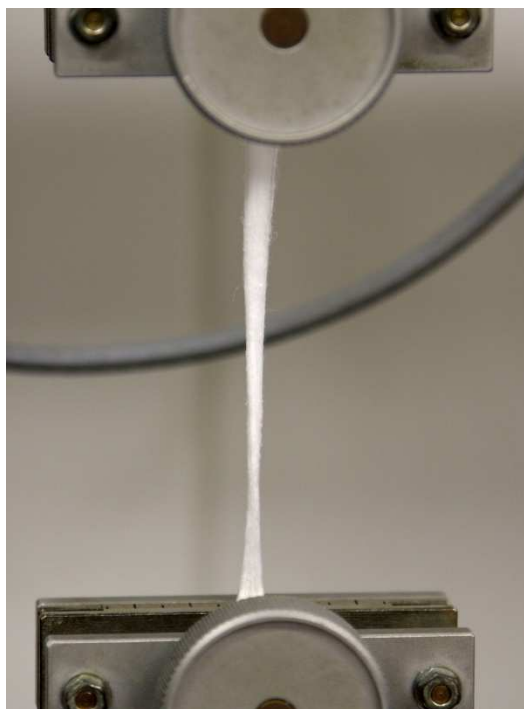
Byly porovnány výsledky stanovení poměru pomocí vymývání PVB a pomocí výpočtu produktivity. Při vymývacím způsobu bylo dosaženo teoretické hodnoty 5,4 % PVB a při druhém způsobu 3,4 % PVB ve směsi. Dále byl od hodnoty stanovené vymýváním PVB odečten 2% úbytek, o který poklesla hodnota u materiálu, kde nebyl žádný podíl PVB. Byl tak získán výsledný podíl stanovený metodou vymývání PVB 3,4 % ve směsi při rychlosti produkce melt blownu 150 otáček extrudéru za minutu a u elektrostatické technologie 1,5 ml/min PVB. Při porovnávání obou výsledků se tyto hodnoty liší o 0,3 % i přesto, že se nejedná o přesná stanovení. Při uvedených produkčních rychlostech se tedy proces dostal na zhruba 3,5 % PVB ve směsi, při snížení rychlosti melt blownu na 100 otáček extrudéru za minutu je teoretický podíl PVB vláken až 9 %, a při snížení otáček na 50 za minutu může teoreticky dosáhnout 24 % PVB ve směsi (viz *Graf 7*).

Graf 7 – Znázornění produktivity PCL červenou čarou a podílu PVB ve směsi modrou čarou. Spodní osa znázorňuje rychlost extrudéru melt blownu.



5.3. Výsledky stanovení pevnosti vlákných svazků v tahu

K otestování jakým způsobem ovlivní pevnost materiálu přidání PVB vláken do PCL melt blownové vrstvy bylo zvoleno testování na dynamometru Labtest 2.050 od společnosti LaborTech. Pro lepší testování a práci se vzorky byla vyrobená vlákná směs z kolektoru kontinuálně odebíraná ve formě vlákné vrstvy, které byl udělen při snímání nepravý zákrut pro zvýšení soudržnosti. Takto připravené vlákné stužce byl pomocí akumulátorového šroubováku vytvořen zákrut. Vyrobený materiál se po zakroucení opět vrátil do původní podoby stužky, trhací zkoušky byly tedy provedeny na materiálu ve formě stužky.



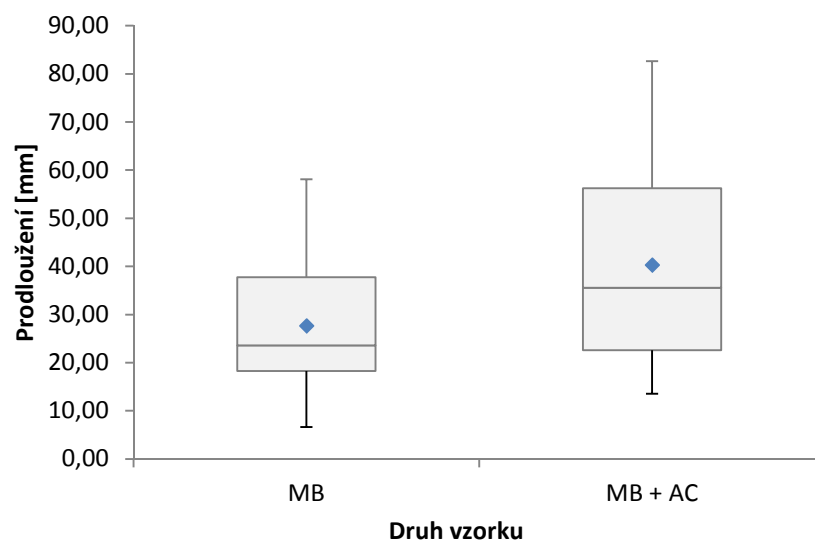
Obr. 51 – Fotografie stužky vlákenného materiálu upnutého do čelistí trhačky.

Připravená stužka byla rozdělena na 100 mm dlouhé vzorky. Každý vzorek byl zvážen a poté na něm byla provedena trhací zkouška. Nejprve byla zkouška provedena na vzorcích melt blownu s příměsí elektrostaticky vytvořených vláken, následně byl proces opakován se vzorky samotného melt blownu. Pro každý materiál bylo připraveno a testováno celkem 10 vzorků. Výsledky trhací zkoušky jsou znázorněny nejprve jako prodloužení do přetrhu v milimetrech (viz Graf 8 a Tab. 15).

Tab. 15 – Tabulka statisticky zpracovaných protažení do přetrhu.

	Vzorek MB [mm]	Vzorek MB + ES [mm]
Průměr aritm.	27,6	40,3
Minimum	6,6	13,6
Kvantil Q1	18,3	22,6
Medián	23,6	35,5
Kvantil Q3	37,7	56,2
Maximum	58,1	82,7

Graf 8 – Graf rozložení relativního protažení do přetrhu u vzorků melt blown a melt blownu s příměsí elektrospinningových nanovláken.

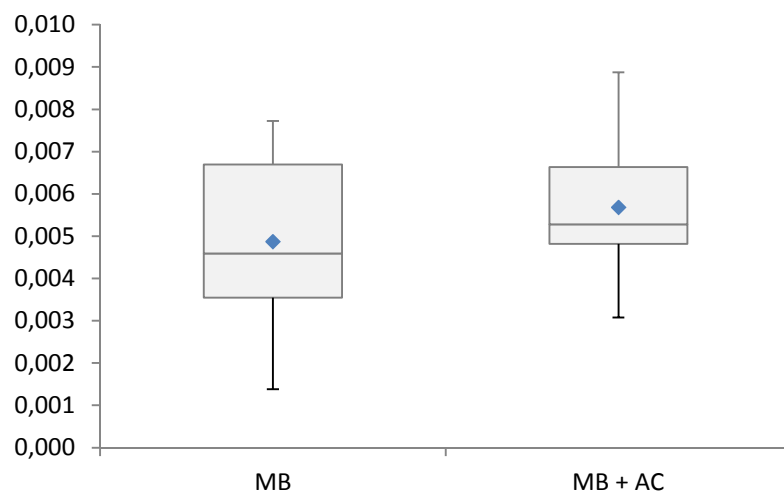


Dále byl u trhací zkoušky znázorněn parametr maximální vyvinuté síly. Tato maximální síla byla přepočtena na jednotku jemnosti Tex a statisticky zpracována (viz *Tab. 16* a *Graf 9*).

Tab. 16 – Tabulka statisticky zpracovaných maximálních sil při trhání vzorků vztažených na jednotku jemnosti Tex.

	Vzorek MB [mN/Tex]	Vzorek MB + ES [mN/Tex]
Průměr aritm.	0,00487	0,00568
Minimum	0,00138	0,00308
Kvantil Q1	0,00354	0,00482
Medián	0,00459	0,00528
Kvantil Q3	0,00669	0,00663
Maximum	0,00772	0,00888

Graf 9 – Graf znázorňující maximální sílu u vzorků melt blown a melt blownu s příměsí elektrospinningových nanovláken.



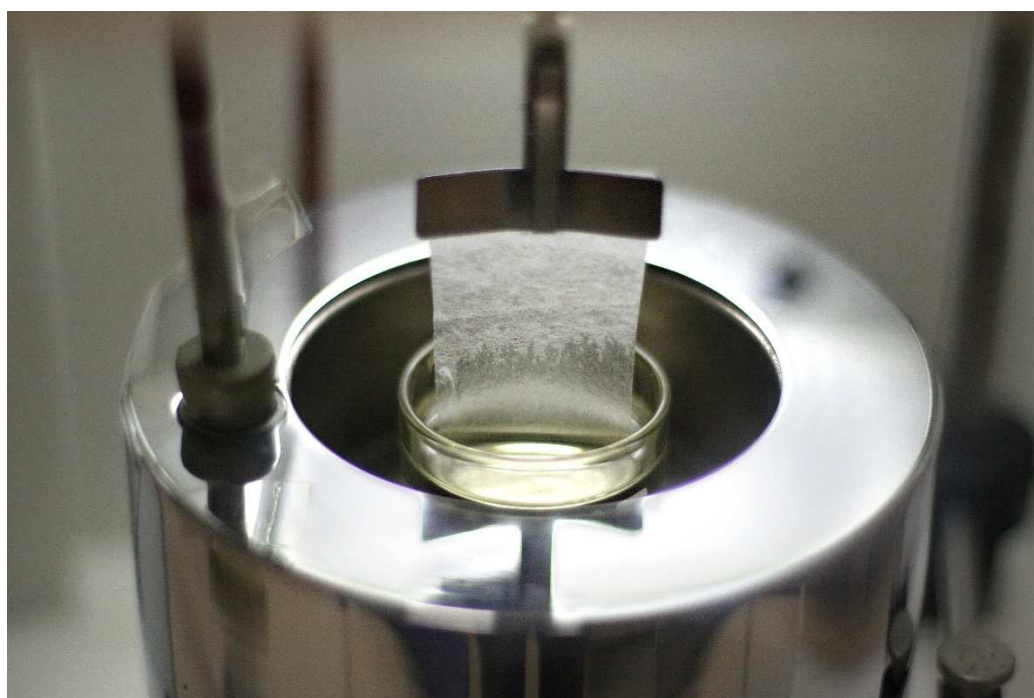
Výsledky trhacích zkoušek ukázaly pouze malé rozdíly, nicméně vzorky stužek s přídatkem nanovláken PVB vykazovaly hodnoty aritmetického průměru zhruba o 12% vyšší než samotný melt blown a o 46 % větší prodloužení do přetruhu.

5.4. Smáčivost

Dále byla testována smáčivost vyrobených vzorků. Jako smáčené médium byly zvoleny dvě různé kapaliny, voda a stolní olej. Smáčivost byla měřena na tenzometru K12 společnosti KRÜSS (viz Obr. 52). Vzorky byly připraveny jako výřez 30 mm na šířku a 50 mm na délku z plochy vyrobeného materiálu sebraného z kolektoru. Testován byl samotný melt blown a melt blownový kompozit s příměsí elektrostaticky vyrobených vláken. Přístroj měří na principu vážení, kdy se upnutý vzorek spouští k hladině kapaliny, při doteku vzorku s hladinou dojde ke smočení okraje a kapilárním tlakem začne do vzorku vzlínat smáčecí médium. V okamžiku smočení přístroj rozpozná přírůstek hmotnosti a zastaví spouštění vzorku. Od této chvíle začne samotné měření. Přístroj pouze zaznamenává hodnoty přírůstku hmotnosti, ty pak zapisuje, ukládá a zobrazuje ve formě grafu. Hranice vypnutí posuvu byla nastavena jako přírůstek hmotnosti 0,005 g a maximální doba měření na 6 minut. V průběhu měření bylo z každého testu navzorkováno 200 průběžných měření. Princip měření přístroje je dobře pozorovatelný na Obr. 53, kde je z fotografie patrné, jak upnutý vzorek se smočenou spodní hranou saje kapalinu do plochy vzorku.

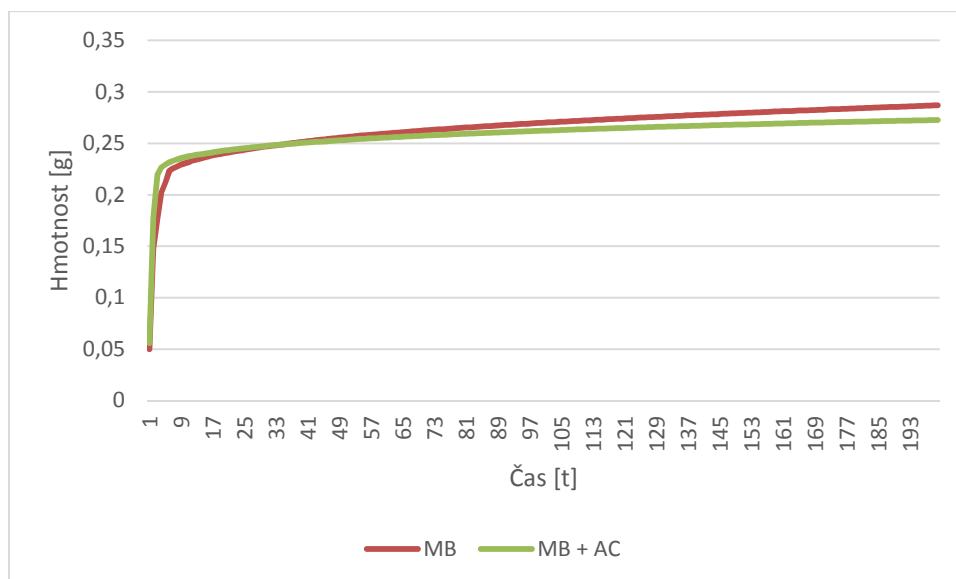


Obr. 52 – Fotografie tenzometru KRÜSS K12.



Obr. 53 – Fotografie upnutého vzorku o smáčené šířce 30 mm. Zhruba 15 mm nad místem doteku vzorku s hladinou oleje je dobře patrná výška, do které je kapalina kapilárním tlakem vytlačena.

Graf 10 – Grafické znázornění přírůstku hmotnosti vzorků.



Při grafickém znázornění dat přírůstku hmotnosti pro oba dva druhy materiálu je parný drobný rozdíl na začátku a na konci grafu. Dle průměrných hodnot na začátku o něco lépe vzlíná olej ve vzorku s příměsí elektrostaticky zvlákněných vláken, naopak na konci grafu je více kapaliny ve vzorku samotného melt blownu.

Při měření smáčivosti v destilované vodě se projevila hydrofobita obou materiálů. Měření nebylo možné realizovat, protože byl vzorek vytlačován z povrchu kapaliny a byly indikovány záporné hodnoty hmotnosti.

5.5. Filtrační vlastnosti

Pro testování vyrobeného materiálu byly vzorky vyrobeného kompozitu a samotného melt blownu podrobeny filtrační zkoušce. Z každého materiálu byly vyrobeny a testovány 3 vzorky. Filtrační plocha každého vzorku byla 50 cm² (kruhový vzorek o průměru 80 mm). Parametry testu byly nastaveny na průtok vzduchu 30 l/min při rychlosti 100 mm/sec. Filtrovanými částicemi byly krystalky soli o velikosti 2 μm tvořené z aerosolu slané vody. Prvními testovanými vzorky byl melt blown. Získané hodnoty efektivity filtrace a tlakový spád předkládá *Tab. 16*. Ve stejné tabulce jsou na konci uvedeny i aritmetické průměry sledovaných hodnot. Následně byly otestovány vzorky kompozitu melt blownu s elektrostatickými vlákny, výsledné hodnoty včetně aritmetických průměrů z naměřených hodnot jsou zapsány v *Tab. 18*. U získaných výsledků je patrný značný přírůstek ve filtrační aktivitě vzorků materiálu, ve kterém byla přimísena nanovlákna vyrobená pomocí

střídavého elektrostatického zvlákňování. Nárůst filtrační efektivity byl oproti samotnému melt blownu 364 %. Grafické porovnání je patrné z *Graf 11*. Dále byl zaznamenán nárůst tlakového spádu u kompozitních vzorků. Tento nárůst činil průměrné zvýšení 30 %. Značné zvýšení filtrační efektivity v řádech stovek procent při malém přírůstku tlakového spádu lze považovat za výborný výsledek, kterého bylo dosaženo modifikací melt blownového materiálu přidáním relativně malého podílu elektrostaticky vyrobených nanovláken.

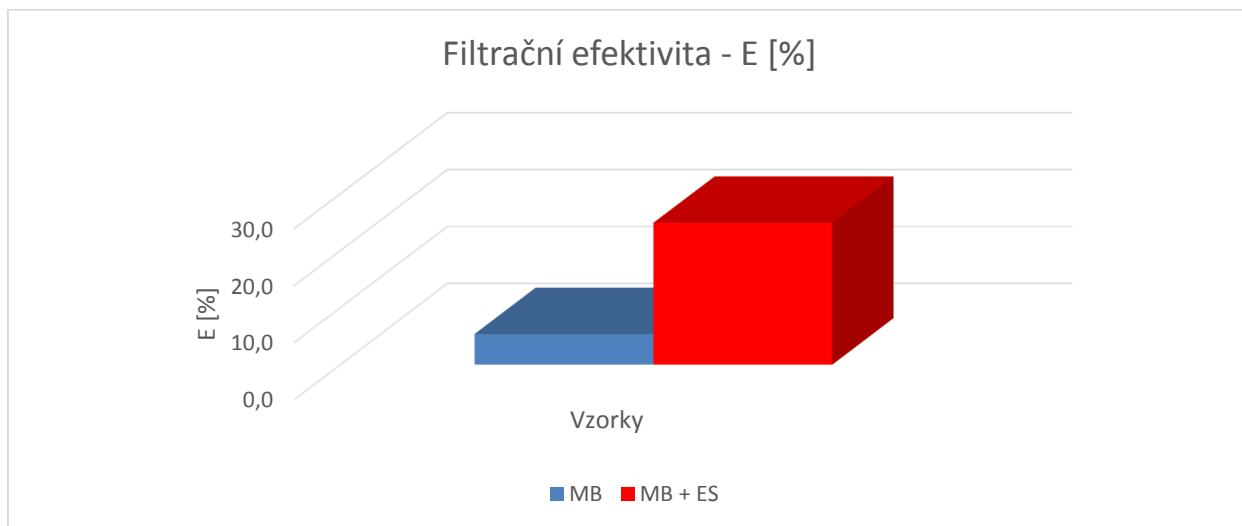
Tab. 17 – Tabulka naměřených hodnot efektivity filtrace a tlakového spádu u vzorků samotného melt blownu.

	Vzorek č.1	Vzorek č.2	Vzorek č.3	Aritmetický průměr hodnot
Δp [Pa]	4	3	3	Δp [Pa] 3,3
Efektivita [%]	7	2,2	6,9	Efektivita [%] 5,4

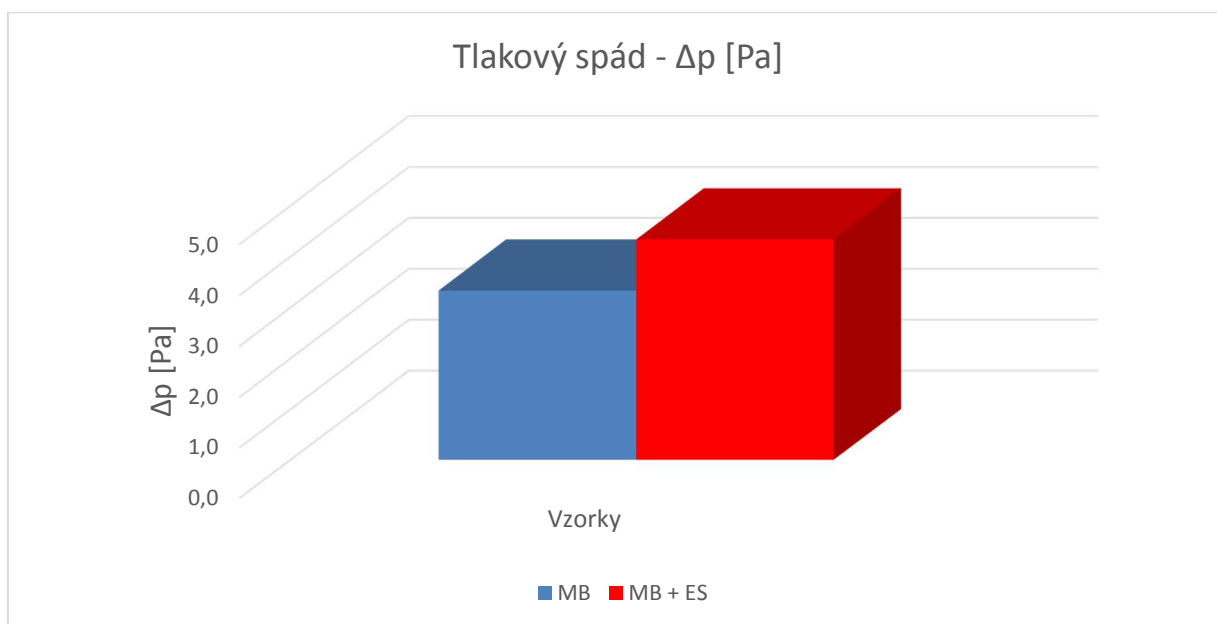
Tab. 18 – Tabulka naměřených hodnot efektivity filtrace a tlakového spádu u vzorků kompozitu melt blownu s nanovláknem vytvořenými elektrostaticky.

	Vzorek č.1	Vzorek č.2	Vzorek č.3	Aritmetický průměr hodnot
Δp [Pa]	4	6	3	Δp [Pa] 4,3
Efektivita [%]	29,7	23	22	Efektivita [%] 24,9

Graf 11 – Graf porovnání průměrné filtrační efektivity jednotlivých materiálů. Modře je označen samotný melt blown, červeně kompozit melt blownu a elektrostaticky vytvořených nanovláken.



Graf 12 – Graf porovnání hodnoty tlakového spádu Δp jednotlivých materiálů. Modře je označen samotný melt blown, červeně kompozit melt blownu a elektrostaticky vytvořených nanovláken.



III. DISKUZE

Při zhodnocení výsledků testování je patné, že výrazné změny u melt blownového materiálu modifikovaného elektrostaticky vytvořenými nanovláknými nastaly pouze u filtračních vlastností. Právě u filtračních vlastností je rozdíl markantní a průměrné hodnoty se liší v řádech několika set procent hodnot samotného melt blownového materiálu. Výsledky ostatních testů nepotvrdily, že by výsledný materiál měl výrazně odlišné další vlastnosti. Hledání takovýchto vlastností nebylo cílem práce. Cílem bylo vyvinout a vyzkoušet fungující metodu umožňující kombinovat melt blown a střídavé elektrostatické zvlákňování v jeden fungující celek. Toto bylo splněno a na základě obrazové analýzy lze výsledek potvrdit. Výsledný kompozit je směsí vláken vytvořených technologií melt blown, kde reálně hovoříme o mikrovláknách a vláknech submikronových rozměrů vytvořených pomocí metody elektrostatického zvlákňování za pomoci střídavého proudu. Otestováno bylo mnoho metod, z nich byly dále rozvíjeny potenciální způsoby výroby současného zvlákňování obou metod v jeden produkt. Důležitým faktem této práce je také potvrzení funkčnosti metody a stanovení poměru jednotlivých složek. Vzhledem k současnému vývoji střídavého elektrostatického principu bude dalším krokem navazujících prací testování jiných zvláknitelných materiálů. Jedná se o ty materiály, které mohou výslednému kompozitu dodat další vlastnosti, nebo

působit synergetickým efektem a posunout užitnou hodnotu vyrobeného materiálu do hodnotnějšího a prakticky uplatnitelného produktu. Dále bylo zjištěno, že je možné měnit podíl vláken jednotlivých složek. Změnou produktivity melt blownu je možné změnit poměr elektrostaticky vytvořených vláken v materiálu až na 24 % (i více). Takové zvýšení podílu nanovláken ve struktuře je však na úkor snížení celkové produktivity. Pokud se dalším vývojem naopak ještě zvýší produktivita elektrostatické metody, bude možné zvyšovat podíl vláken při relativně vysoké produktivitě melt blownu. Tímto zvýšením produktivity elektrostatického zvlákňovacího procesu může být i rozvoj zvlákňování pomocí více trysek umístěných ve formaci, produkujících nanovlákná souběžně. V případě použití více trysek by bylo možné použít různé druhy polymerních roztoků a získat materiál s větším počtem komponent.

Výsledkem vývoje a experimentů je tedy fungující konfigurace, jež kombinuje oba způsoby výroby vláken. Posunem elektrostatické trysky blíže kolektoru je též možné nanovlákná shlukovat do svazků a vytvořit tak nerovnoměrné mísení. Takto budou v melt blownové struktuře náhodně uložené svazky nanovláken jiného materiálu. Přidaná hodnota materiálů vyrobených kombinací těchto metod bude vytvářena zejména použitými materiály, například vodivými vlákny pro vedení elektrického proudu nebo pro odstínění elektromagnetického záření. Modifikace materiálu může být vhodná např. pro tkáňové inženýrství, jako tkáňový nosič, kdy bude přidaný materiál sloužit nejenom jako podpůrný materiál pro růst buněk, ale může také redukovat či katalyzovat celý proces. Pole použitelnosti je obrovské, bude tedy záležet na použitelných materiálech, respektive na tom, jakých materiálů dokážeme při těchto procesech úspěšně využít. Použití střídavého elektrostatického zvlákňování je technicky méně náročné, než například použití stroje typu melt blown, což znamená, že tímto zařízením by se dala relativně jednoduše doplnit fungující zařízení a přidaná hodnota získat poměrně levnou a nenáročnou cestou.

IV. ZÁVĚR A DOPORUČENÍ

Experimentální část diplomové práce obsahuje tyto hlavní body:

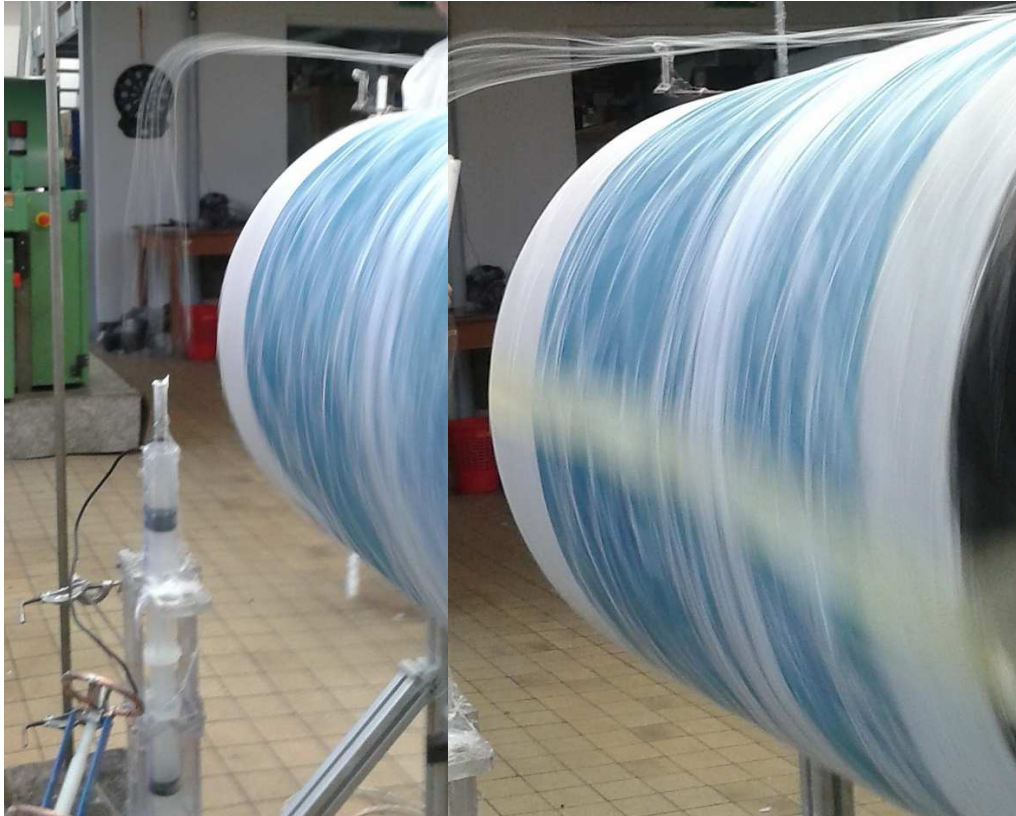
1) Navržení a otestování metod kombinujících zařízení melt blown a elektrostatické zvlákňování za pomoci střídavého proudu:

Navržení různých metod probíhalo chronologicky, podle výsledků experimentů byly navrženy a otestovány další metody. Tento postup byl opakován, dokud nebylo dosaženo uspokojivého výsledku v podobě 5. metody. Pátá metoda byla v podstatě modifikovanou metodou č. 3, ve které přibyla vzduchová bariéra zabraňující nežádoucím vzdušným proudům v ovlivnění procesu. V páté metodě bylo dosaženo nejlepších výsledků a zároveň bylo možné výsledný materiál opakovaně vyrobit. Použité materiály byly pro tuto práci vybrány u melt blownu vzhledem k ověřené funkčnosti na zařízení, se kterým probíhal vývoj metody. Materiál pro elektrostatické zvlákňování byl použit PVB, protože tato metoda, která je v intenzivním vývoji, je rozvíjena právě s tímto polymerem. Nové poznatky v procesu i nové polymery mohou tomuto způsobu výroby vláknenného materiálu dodat praktické uplatnění nejenom v příslušnosti k rozvoji této metody, ale i v jiných aplikacích.

2) Upravit metodu tak, aby v dané konfiguraci prakticky fungovala:

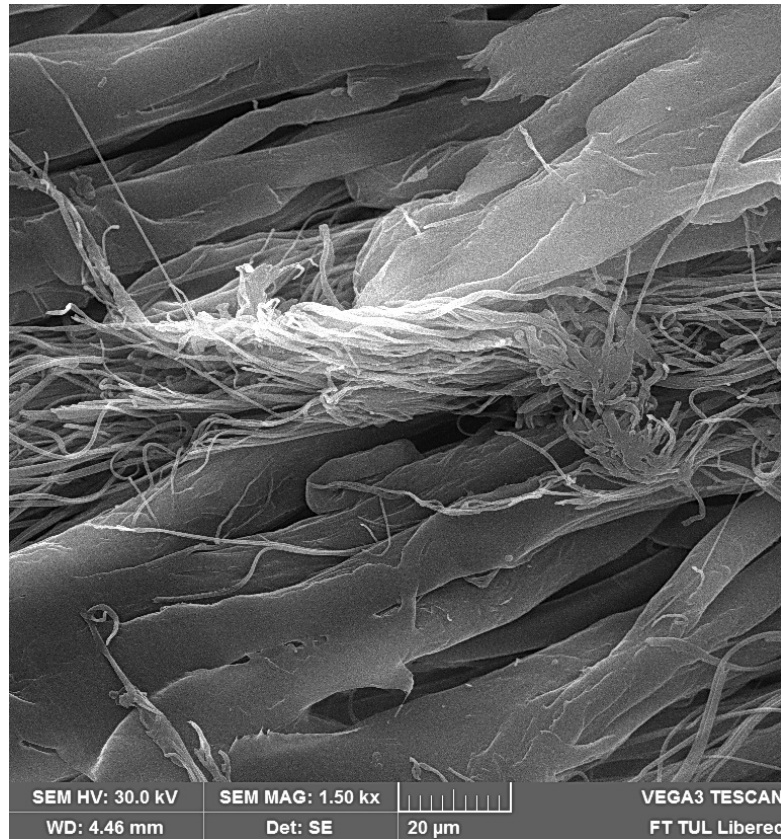
Celkem bylo testováno 5 metod výroby vláknenné vrstvy obsahující melt blownová vlákna i elektrostaticky zvlákněná nanovlákna. Každá z metod byla otestována v několika konfiguracích. Při páté metodě jsme dosáhli nejlepších výsledků zejména při testování konfigurace B. Snahou dalších dvou metod bylo již pouze modifikovat 3. metodu. Tato modifikace spočívala ve snaze zabránit nežádoucím vzdušným proudům v ovlivňování procesů vlákňování a mísení elektrostaticky vyrobených vláken.

V průběhu experimentování byly otestovány také alternativní konfigurace. Například samostatný svazek elektrostaticky vytvořených nanovláken navíjený na kolektor (viz *Obr. 54*) nebo vytvoření vrstvené textilie, jež obsahovala střídavě vrstvy mikrovláken melt blownu a vrstvy elektrostaticky vytvořených nanovláken (viz *Obr. 55*).



Obr. 54 – Fotografie elektrostatického nanovlákného svazku navíjeného na kolektor zařízení melt blown.

Výslednou metodou pro výrobu vlákného kompozitu byla 3. metoda a její konfigurace B, a dále modifikace v podobě 5. metody a konfigurace B. Při těchto konfiguracích bylo opakovaně dosaženo dobrého výsledku a stabilního procesu inkorporace nanovlákné elektrostatické vrstvy do melt blownového materiálu. Při konfiguraci A páté metody bylo dosaženo nehomogenní struktury, kde nanovlákná ve formě svazku prostupovala melt blownovou strukturou. Při této konfiguraci docházelo k občasným poruchám v procesu mísení, nanovlákný svazek obtékal kolektor a nemísil se do melt blownové matice.



Obr. 55 – Fotografie ze SEM zachycující nanovláknennou vrstvu elektrospinningových vláken mezi dvěma vrstvami melt blownových mikrovláken.

3) Analyzování vybraných vlastností a struktury vyrobených materiálů:

Vyhodnocením snímků ze SEM bylo prokázáno, že byl vyroben melt blownový materiál s přidanými elektrostaticky vytvořenými vlákny. Při analýze průměrů výsledného materiálu bylo zjištěno, že se zvýšil počet submikronových vláken (viz Graf 6). Podíl vláken byl poté ověřen pomocí výpočtu produktivity (viz Tab. 14) a pomocí rozpouštění jedné složky (viz Tab. 13). Z experimentů vyplývá, že při nastavení rychlosti melt blownového extrudéru na 150 ot/min a při dávkování lineární pumpy elektrostatického zařízení 1,5 ml roztoku za minutu, je elektrostaticky vytvořených nanovláken v materiálu 3,5 %. Snížením produktivity melt blownu na 50 ot/min může být dosaženo až 24% podílu elektrostaticky vytvořených nanovláken (viz Graf 7), tím však dojde ke snížení produktivity samotného melt blownu. Pro efektivní zvýšení podílu nanovláken by bylo vhodné zvýšit produktivitu nanovláken zvýšením efektivnosti elektrostatického procesu nebo zvýšením četnosti jeho aparatur (trysek, strun atd.).

Dále byla otestována pevnost vytvořených produktů na dynamometru. Jak je zjevné z hodnot prodloužení (Graf 8), je patrný zhruba 50% nárůst prodloužení do přetruhu oproti samotnému melt blownu. Při sledování graficky znázorněných hodnot maximální vyvinuté

síly (viz *Graf 9*) lze u melt blownu s přidavkem elektrostaticky vytvořených vláken sledovat pouze minimální přírůstek hodnot.

Při měření smáčivosti byl použit pouze olej. Voda se vůči materiálu chovala silně hydrofobně a etanol rozpouští PVB složku ve vzorku. Jak je patrné z grafu smáčivosti, je průběh smáčení pro jednotlivé vzorky téměř shodný (viz *Graf 10*).

Při testování filtračních vlastností byl zjištěn značný nárůst filtrační efektivity materiálu s přidáním elektrostaticky vytvořenými nanovláknými. Tento nárůst byl v řádech stovek procent oproti samotné melt blownové vrstvě (viz *Graf 11* a *Tab. 17*) při poměrně malém nárůstu tlakového spádu (viz *Graf 12*).

Návrh pokračování experimentů:

Při dalším výzkumu a vývoji by bylo vhodné následovat vývoj střídavého elektrostatického zvlákňování, zejména vývoj ve směru produktivity, ať už technologicky, tedy úpravou napětí, frekvence či trysky jako takové, nebo počtem trysek. Obrovským přínosem bude zkoumání vhodných polymerů, zejména těch, které mohou melt blownovému materiálu poskytnou přidanou hodnotu, nebo materiálů, jež zajistí synergetické působení a vzniknou tak nové lepší vlastnosti. Důležité bude tedy prověření fungování metody s různými materiály a ověření jejich vlastností, zejména materiálů vhodných k tkáňovému inženýrství a filtraci, lékařských materiálů, ale i materiálů pro použití v hygieně.

Dle výsledků testů filtračních schopností vytvořeného materiálu je jasné, že i malý 3,5% podíl nanovláken velmi silně ovlivní filtrační vlastnosti materiálu. Další testování filtračních schopností vytvořeného materiálu a jeho rozvoj směrem ke zvýšení filtrační efektivity musí následovat. Dále by se mohl tímto procesem modifikovat například materiál SMS kde M vrstva bude obsahovat elektrostatická nanovlákná. Dalším potenciálním přínosem by bylo otestovat výrobu MEM vrstvy tvořené Melt blown-Elektrostatická nanovlákná-Melt blown, popřípadě ji zkombinovat jako SMEMS Spun bond-Melt blown-Elektrospiningová nanovlákná-Melt blown-Spun bond.

Návrh na užitný vzor a patent:

Na základě vývoje byla Technickou Univerzitou v Liberci podána žádost o zaregistrování užitého vzoru na technické řešení kombinující obě metody výroby vlákněných vrstev a patentová přihláška u úřadu průmyslového vlastnictví.

CITOVANÁ LITERATURA

1. **Sheram Ramakrishna, Kazutoshi Fujihara, Wee-Eong Teo, Teik-Cheng lim, Zuwei Ma**, *An Introduction to Electrospinning and Nanofibers*. World Scientific, 2005. ISBN 981-256-415-2.
2. **Brian Rohde, Don McGowan**, Close Encounters of the Polymer Kind. www.teachengineering.org. [Online] 2013. <http://www.teachengineering.org>
3. **Ramaiah Kotra, Haoming Rong**, www.apparesearch.com. *Apparel Search*. [Online]
4. **Scott, E. Chris** <http://www.polymerprocessing.com>. *Polymer Processing*. [Online]
5. **Atul Dahiya, M. G. Kamath, Raghavendra R. Hegde**, www.engr.utk.edu. *University of Tennessee*. [Online] 2004.
6. **R. Randall, Bresee, Wen-Chien K**, *Fiber Formation During Melt Blown*. University of Tennessee. TN 37996-2200.
7. [Www.elmarco.com](http://www.elmarco.com). *Elmarco*, [Online] Elmarco, 2014.
8. [En.wikipedia.org](http://en.wikipedia.org). *Eikipedia*, [Online] 2014.
9. **J. Zeng**, openi.nlm.nih.gov. *OpenI - National Library of Medicine*. [Online] Hewlett-Packard Laboratories, 2014.
10. **Royal Kessick, John Fenn, Gary Tepper**, The use of AC potentials in elektrospraying and elektrosponning processes. *Science direct*. 2004.
11. **Soumayajit Sarkar, Seetharama Devi, Gary Tepper**, Biased AC elektrosponning of aligned polymer nanofibers. *Makromolekular journal*. 2007.
12. **P. Pokorny, L. Kocis, J. Chvojka, D. Lukas, J. Beran, M. Bilek, K. Pejchar**, *Alternating current elektrosponning method for preparation of nanofibrous materials*. Nanocon, 2013.
13. **P. Pokorny, E. Kostakova, F. Saneternik, P. Mikes, J. Chvojka, T. Kalous, M. Bilek, K. Pejchar, J. Valtera, D. Lukas**, *Effective AC needleless and collectorless elektrosponning for yarn production*. 26816-26822, Physical Chemistry Chemical Physics, 2014, Sv. 16 (48).
14. **A. M. Drews, L. Cademartiri, G. M. Whitesides, K J. M. Bishop**, Electric winds driven by time oscillating corona discharges. *Journal of Applied Physics*. 114, 2014, Sv. 14, 143302.
15. **B. A. Kozlov, V. I. Solovyov**, Electric wind in electrode systems with corona points. *Technical physics*. 52, 2007, Sv. 7, 892-897.
16. **Siddhart Maheshwari, C. Hsueh-Chia**, Assembly of Multi-Stranded Nanofiber Threads through AC Elektrosponning. *Advanced Materials*. 21, 2009, Sv. 349, 354.
17. **Soumayajit Sarkar, Seetharama Deevi, Gary Tepper**, *Biased AC Elektrosponning of Aligned Polymer Nanofibers*. Macromolekular Journals, 2007, Sv. 28. 1039.
18. **Royal Kessick, John Fenn, Gary Tepper**, *The use of AC potentials in elektrospraying and elektrosponning processes*. Elsevier/Polymer, 2004, Sv. 45. 2984.

- 19. Leslie Y. Yeo, Zachary Gagnon, Hsueh-Chia Chang**, *Science direct*. 6122-6128, 2005, Sv. 26.
- 20. J. Eben**, Vývoj a studium struktury objemných mikro - naovlákných vrstev pro medicínské aplikace. *Diplomová práce*. Technická univerzita v Liberci, 2014.
- 21. V. Ducháček**, Polymery, výroba, vlastnosti, zpracování, použití. 2. vydání. Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2006. ISBN 80-7080-6.
- 22. A. Kopal**, *Fyzika I*. Liberec : Technická univerzita v Liberci, 2009. ISBN 978-80-7372-477-1.
- 23. A. Ziabicki**, *Fundamentals of fibre formation*. A Wiley-Interscience Publication., 1976. ISBN 0 471 98220 2.
- 24. Andrady Anthony L.**, *Science and Technology of Polymer Nanofibers*. John Wiley & Sons publication, 2008. ISBN 978-0-.

SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A VÝRAZŮ:

μm	Mikrometr [$\text{m} \cdot 10^{-6}$]
AC ES	Střídavé elektrostatické zvlákňování
cm	Centimetr [$\text{m} \cdot 10^{-2}$]
Drug delivery system	Řízená dodávka léčiv
ES	Elektrospinning – elektrostatické zvlákňování
ES	Elektrostatická zvlákňovací metoda
l	Délka [m]
MB	Zařízení melt blown
mm	Milimetr [$\text{m} \cdot 10^{-3}$]
Mm	Molární hmotnost [$\text{Kg} \cdot \text{mol}^{-1}$]
MW	Molární hmotnost
nm	Nanometr [$\text{m} \cdot 10^{-9}$]
PCL	Polycaprolactone
PVA	Polyvinylalkohol
PVB	Polyvinyl butyral
Scaffold	Podpůrný vlákenný nebo porézní materiál
SEM	Skenovací elektronový mikroskop
t	Čas [s]
v/v	Koncentrace v objemových zlomcích
wt%	Koncentrace ve váhových procentech