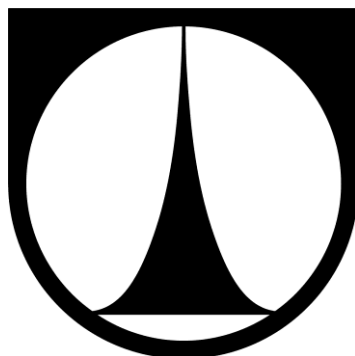


TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA TEXTILNÍ



**Ověření hypotézy organizace polymerních
makromolekul v polymerním roztoku při
elektrickém zvlákňování**

DIPLOMOVÁ PRÁCE

LIBEREC 2015

BC. OLGA SAUNOVA



**Ověření hypotézy organizace polymerních makromolekul
v polymerním roztoku při elektrickém zvlákňování**

**Verification of the hypothesis organization polymer
macromolecules in the polymer solution during
electrospinning**

Diplomová práce

Studijní program: N3106 / Textilní inženýrství

Studijní obor: 3106T018 / Netkané a nanovláknenné materiály

Autor práce: **Bc. Olga Saunova**

Vedoucí práce: Ing. Pavel Pokorný, Ph.D.



PROHLÁŠENÍ

Byla jsem seznámena 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 vypracovala samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

Datum

Podpis

PODĚKOVÁNÍ

Tímto bych chtěla poděkovat především vedoucímu mé diplomové práce Ing. Pavlu Pokornému, Ph.D za odborné vedení, cenné rady, připomínky, čas, který mi věnoval a také trpělivost.

Dále bych chtěla poděkovat Bc. Janu Ondřichovi za pomoc při sestavení přístrojů.

Ráda bych poděkovala také všem, kteří mi zapůjčili potřebnou literaturu, a kteří mi pomohli v laboratoři. Poděkování patří také rodičům a přátelům za jejich podporu při psaní této diplomové práce i v průběhu celého studia.

ANOTACE

Diplomová práce se zabývá měřením rozložení elektrického potenciálu v polymerním roztoku v silném elektrickém poli.

Hlavním cílem práce je návrh a konstrukce pokusného zařízení pro detekci elektricky nabitých oblastí v elektrickém poli při elektrickém zvlákňování.

Dalším cílem této práce je snaha o porozumění dějů, které nastávají v kapce polymerního roztoku při elektrickém zvlákňování, aby bylo možné dále zdokonalovat proces zvlákňování.

Pro experiment byla použita demineralizovaná voda, etylalkohol, vodný roztok polyvinylalkoholu (PVA) a roztok polyvinylbutyralu (PVB) v etanolu. Výsledné hodnoty byly vzájemně porovnány.

KLÍČOVÁ SLOVA:

Elektrické zvlákňování, debyeova délka, osciloskop, polymerní roztok

ANNOTATION

This thesis deals with the measurement of electric potential distribution in the polymer solution in strong electric field.

The main objective is the construction of the experimental device for detecting of electrically charged areas in the electric field during electrospinning.

Next objective of this work is understanding the processes that occur in a drop of polymer solution during electrospinning, for the further improve the process of electrospinning.

In the experiment part was used the distilled water, ethanol, an aqueous solution of polyvinylalcohol (PVA) and a solution of polyvinylbutyral (PVB) in ethanol. The resulting values were compared with each other.

KEY WORDS:

Electrospinning, debye length, oscilloscope, polymer solution

POUŽITÉ ZKRATKY A SYMBOLY

Obr.	Obrázek
Tab.	Tabulka
PVA	Polyvinylalkohol
PVB	Polyvinylbutyral
PS	Polystyren
PMMA	Polymethylmethakrylát
PDMA	Polydimethylsiloxane
T_g	Teplota zeskenění
T_m	Teplota tání
T_f	Teplota tečení
z	Potenciál zeta
EDL	Elektrická dvojrstva, z anglickeho „electric double layer“
k_B	Boltzmannova konstanta
T	Absolutní teplota
ϵ	Permitivita prostředí
n	Koncentrace částic
e	Elementární náboj

JEDNOTKY:

[nm]	nanometr
[μm]	mikrometr
[V]	volt
[mV]	milivolt
[mm]	milimetr
[°C]	stupeň Celsia

OBSAH

Úvod	12
1. Rešeršní část	13
1.1 Elektrické zvlákňování.....	13
1.1.1 Princip elektrického zvlákňování	13
1.1.2 Parametry elektrického zvlákňování	15
1.2 Zvlákňovaný materiál - polymer	16
1.2.1 Fyzikální stavy polymerů	16
1.2.2 Makromolekulární klubko	17
1.3 Použité polymery a roztoky	18
1.3.1 Polyvinylalkohol	18
1.3.2 Polyvinylbutyral	19
1.3.3 Etanol.....	20
1.4 Chování polymerních makromolekul v elektrickém poli.....	20
1.4.1 Elektrokinetické efekty.....	20
1.4.2 Debyeova stínicí délka	22
1.5 Měření průběhu elektrického proudu kapalinovou tryskou.....	27
1.6 Rastrovací tunelová mikroskopie	28
2. Experimentální část	31
2.1 Konstrukce přístroje	32
2.2 Popis pracoviště.....	36
2.3 Vlastní měření	38
2.3.1 Měření bez kapaliny	38
2.3.2 Měření s demineralizovanou vodou	41
2.3.3 Doprovodný experiment s vodou	44
2.3.4 Měření s etanolem	46

2.3.5 Měření s polyvinylalkoholem.....	48
2.3.6 Měření s polyvinylbutyralem	50
2.3.7 Porovnání všech měření	52
3. Závěr	54
Seznam použité literatury	56

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1: Schéma principu elektrostatického zvlákňování. Horizontální kapilára.	13
Obr. 2: Taylorův kužel na kapiláře [28]	14
Obr. 3: Nanospider [4]	15
Obr. 4: Struktura různě koncentrovaných roztoků polymeru.	18
Obr. 5: Elektroforéza – schéma [14].....	21
Obr. 6: Potenciál zeta a elektrická dvojvrstva [2].....	22
Obr. 7: Schéma STM mikroskopu [23]	28
Obr. 8: Schéma AFM mikroskopu [23]	29
Obr. 9: Přístroj pro detekci chování polymerních makromolekul v silném elektrickém poli při elektrickém zvlákňování	32
Obr. 10: Pohled shora	33
Obr. 11: Horní část přístroje.	34
Obr. 12: Schéma přístroje	35
Obr. 13: Schéma horní části přístroje	35
Obr. 14: Statron 2229.....	36
Obr 15: Osciloskop Rigol DS1102C [17].....	36
Obr. 16: Promítání kapky na zeď.....	37
Obr. 17: Měření bez kapaliny	40
Obr. 18: Měření s demineralizovanou vodou	43
Obr. 19: Měření s demineralizovanou vodou a s použitím lepicí pásky.....	45
Obr. 20: Porovnání měření s vodou	45
Obr. 21: Měření s etanolem	47
Obr. 22: Měření s PVA	49
Obr. 23: Měření s PVB	51
Obr. 24: Porovnání měření v el. poli a bez el. pole	52
Obr. 25: Schéma vytažení sondy	53

SEZNAM TABULEK

Tab. 1: Měření bez kapaliny	39
Tab. 2: Měření s demineralizovanou vodou	42
Tab. 3: Měření s demineralizovanou vodou a s použitím lepicí pásky.....	44
Tab. 4: Měření s etanolem	46
Tab. 5: Měření s PVA	48
Tab. 6: Měření s PVB	50

ÚVOD

Nanotechnologie je oblast, která dovoluje vývoj revolučních materiálů v měřítku nanometrů. Díky této vlastnosti materiály mohou být použity v mnoha oborech lidské činnosti. Uplatnění nachází např. v medicíně, chemickém a potravinářském průmyslu, ve filtraci a mnohých dalších odvětvích.

K výrobě nanovláken z polymerního roztoku nebo polymerní taveniny pomocí elektrických sil se používá proces elektrického zvlákňování. V dnešní době se velmi rychle právě tato technologie rozvíjí. Elektrické zvlákňování se dělí na několik různých modifikovaných variant zlepšující kvalitu a funkčnost výsledných nanovlákných struktur. Elektrické zvlákňování je fyzikálně i chemicky velice složitý proces. Pro opakovanou výrobu definovaných nanovlákných materiálů je nutné hluboké porozumění a znalosti parametrů i podmínek zvlákňování.

Tuto diplomovou práci tvoří dvě části. V první jsou popsány hlavní parametry a princip elektrického zvlákňování, tedy vybrané polymery, jejich vlastnosti a také problematika chování polymerních makromolekul v elektrickém poli. Dále je zde popsána elektrická dvojvrstva, Debyeova tloušťka a proveden literární a internetový průzkum článků a kvalifikačních prací zabývajících se měřením Debyeovy délky.

Experimentální část práce je zaměřena na sestavení pokusného zařízení pro detekci chování elektricky nabitých oblastí polymerních roztocích v silném elektrickém poli při elektrickém zvlákňování. V další části práce je úkolem testování vybraných polymerních roztoků, etanolu a demineralizované vody, a to s cílem porozumění dějům, které nastávají v kapce roztoku na volné hladině při elektrickém zvlákňování.

V závěru jsou shrnuta data získaná z porovnání jednotlivých měření. Tato diplomová práce by měla ověřit hypotézu organizace polymerních makromolekul v polymerním roztoku při elektrickém zvlákňování.

1. REŠERŠNÍ ČÁST

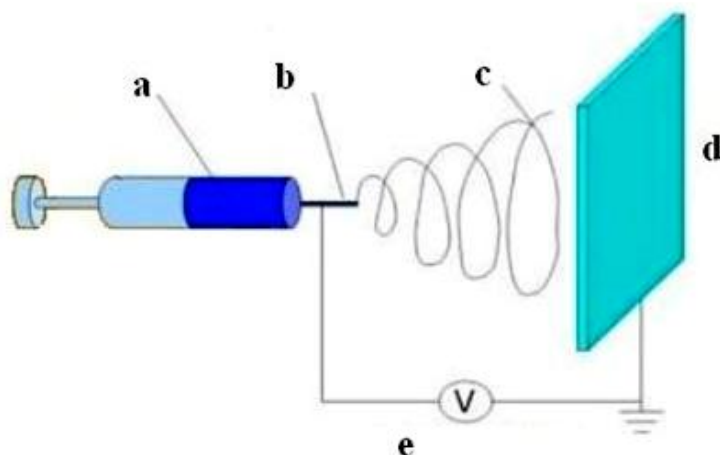
1.1 ELEKTRICKÉ ZVLÁKŇOVÁNÍ

Elektrické zvlákňování (electrospinning) je způsob přípravy nanovláken z polymerního roztoku nebo polymerní taveniny pomocí elektrických sil. Touto metodou již byly zvlákňovány různé druhy polymerů, a to jak přírodních, tak i syntetických. [21]

Technologie je založena na formování roztoku nebo taveniny polymeru ve vlákně působením silného elektrického pole. Vzniklá vlákna jsou současně vlivem pole ukládána na podložku. Nejčastěji se jedná o textilní materiál, pohybující se po povrchu protielektrody. [8]

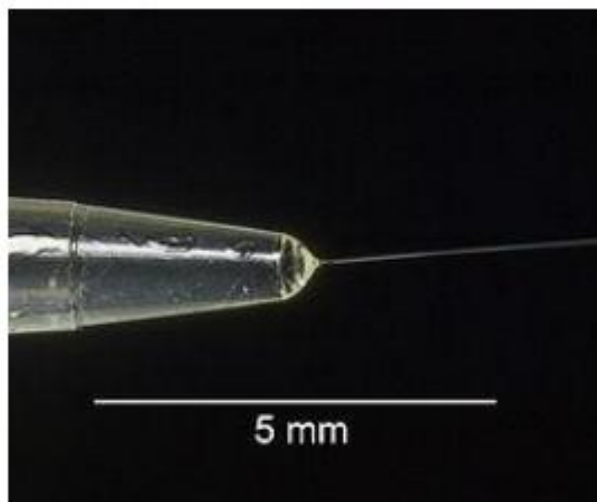
1.1.1 PRINCIP ELEKTRICKÉHO ZVLÁKŇOVÁNÍ

Elektrické zvlákňování není novou technologií pro výrobu vláken z polymerů. Základním prvkem elektrického zvlákňování je použití vysokého elektrického napětí, které je použito na vytvoření elektrického pole mezi kapkou polymerní taveniny (polymerního roztoku) na špičce jehly a kolektorem. [21] Jeden z nejznámějších způsobů elektrického zvlákňování, tedy elektrické zvlákňování z horizontální kapiláry, je znázorněn na Obr. 1.



Obr. 1: Schéma principu elektrostatického zvlákňování. Horizontální kapilára.
a – výchozí roztok polymeru, b – jehla, c – proud roztoku, d - kolektor, e – zdroj vysokého napětí. [28]

Stříkačka je naplněna polymerní taveninou nebo roztokem. Ta je pak pomocí infuzní pumpy vytlačovaná definovanou rychlostí do kapiláry nebo kovové jehly. Na jejím konci se tvoří kapka. Hlavní výhodou v použití infuzní pumpy je přesné nastavení rychlosti toku vytlačované látky. Do pumpy lze vkládat jednorázové injekční stříkačky. Při tomto způsobu výroby elektricky zvlákněných vláken je nutný pouze jeden zdroj vysokého napětí, který je připojen přímo na kovovou jehlu, a je v přímém kontaktu s polymerním roztokem nebo taveninou. Protielektroda (kolektor) je uzemněna a může mít různý tvar. Důsledkem tohoto zapojení je vznik elektrického pole. Díky vzniku elektrického pole mezi kapilárou a kolektorem je na povrchu kapaliny indukován elektrický náboj. Vzájemná odpudivost nábojů a stažení povrchových nábojů k opačně nabitě elektrodě způsobí sílu opačnou k povrchovému napětí. Se zvětšujícím se elektrickým polem dochází ke vzniku tzv. Taylorova kuželu, který je znázorněn na Obr. 2. Dalším zesílením elektrického pole je dosaženo kritické hodnoty, při které dojde k překonání povrchového napětí a ze špičky Taylorova kuželu je vytvořen elektricky nabitý proud kapaliny. Z proudu kapaliny vznikají elektricky vyrobená vlákna, která mají náhodnou orientaci. Po odpaření rozpouštědla dojde k jejich ztuhnutí a zachycení na kolektoru. Náboj na vláknech se časem rozptýlí do okolí. [21]



Obr. 2: Taylorův kužel na kapiláře [28]

Další možností elektrického zvláknění je zvláknění „z tyčky“ (vertikální kapilára). Tímto způsobem nelze zvláknět velké množství polymerního roztoku. Avšak i to se dá považovat za určitou výhodu při testování nových a drahých polymerních materiálů a jejich schopností elektrického zvláknění, protože již i malé množství vytvoří vlákna. Tento způsob zvláknění i horizontální zvláknění z jehly nejsou vhodné pro kontinuální průmyslovou výrobu, a to hned z několika důvodů.

Například je nutné a nezbytné neustálé doplňování polymeru do stříkačky, na tyčku, dále pak náročné čištění stříkačky a i malá produktivita. Avšak v současné době je již znám způsob pro průmyslovou výrobu elektricky zvlákněných nanovlákněných vrstev, a to bez výše uvedených problémů. Právě takovou možností je technologie Nanospider (viz Obr. 3), která byla vyvinuta na Katedře netkaných textilií Technické univerzity v Liberci. [5],[11],[21]



Obr. 3: Nanospider [4]

Metoda NanospiderTM nevyužívá žádné zvláknovací trysky ani kapiláry. Je založena na poznatku, že Taylorovy kužely je možné vytvořit i na tenké vrstvě polymerního roztoku. Ke tvorbě nanovlákněné vrstvy slouží rotující elektroda ve tvaru válce, který se spodní částí brodí v polymerním roztoku. Nad ním je umístěná protielektroda, před kterou je vedena nosná netkaná textilie, na které dochází k zachytávání nanovlákněné vrstvy. Takto lze kontinuálně vyrábět nanovláknna s jednoduchým čištěním celého zařízení a zároveň s minimální nutností doplňování polymerního roztoku. [5],[11],[21]

1.1.2 PARAMETRY ELEKTRICKÉHO ZVLÁKŇOVÁNÍ

Zvláknitelnost je schopnost polymeru formovat se do vláken. Ve skutečnosti se jedná o soubor vlastností, jenž ovlivňují tuto schopnost. Parametry lze rozdělit do dvou následujících skupin, a to na procesní a systémové parametry. [21]

Mezi procesní charakteristiky patří intenzita elektrického pole, elektrický proud procesu, elektrická vodivost a dielektrické vlastnosti polymerního roztoku nebo taveniny, dále pak vzdálenost kolektoru od zvlákňovací trysky či kapiláry, pohyb cílové plochy (pokud se pohybuje) a okolní parametry, mezi které patří například teplota, vlhkost a rychlost vzduchu v komoře. [21],[10]

Do systémových parametrů patří vlastnosti zvlákňovaného, materiálu jakými jsou molekulová hmotnost polymeru, koncentrace polymerního roztoku, hustota, povrchové napětí, viskozita, viskoelasticita roztoku, teplota zvlákňování, rychlost odpařování rozpouštědla a rychlost tuhnutí polymerní taveniny. [21],[10]

1.2 ZVLÁKŇOVANÝ MATERIÁL - POLYMER

Polymery jsou chemické látky neobvyklé šíře vlastností, obsahující ve svých obrovských molekulách většinou atomy uhlíku, vodíku a kyslíku, často dusíku, chloru, křemíku, ale i jiných prvků. Výjimečnost v chování těchto látek oproti látkám nízkomolekulárním (např. voda či etanol) můžeme vysvětlit na základě značného nepoměru mezi délkou makromolekuly a kvalitativně rozdílným typem vazeb v hlavním řetězci (vazby chemické, neboli kovalentní) a mezi řetězci (vazby fyzikální). Délka makromolekul umožňuje jejich vzájemné zaplétání, což je příčinou zcela charakteristických polymerních vlastností (elastičnost, vysoká viskozita polymerních roztoků a taveniny pomalá rozpustnost atd.). [16]

1.2.1 FYZIKÁLNÍ STAVY POLYMERŮ

U nízkomolekulárních látek rozlišujeme tři základní skupenství, tedy pevné, kapalné a plynné. U vysokomolekulárních látek (polymerů) existují určité ekvivalenty, kromě skupenství plynného. Příčinou je právě velká molekula, které není umožněno účinkem dodané tepelné energie oprostít se od mezimolekulárních vazeb. Tyto mezimolekulární vazby jsou sice až o dva řády slabší, ale ve svém součtu při délce makromolekuly směle konkurují vazbám v hlavním řetězci. To má za následek, že při snaze převést makromolekulu do plynného skupenství dosáhneme pouze rozštěpení hlavního řetězce. Vysoká molekulová hmotnost polymerů způsobuje, že jejich bod varu je neobyčejně vysoký a nachází se ve všech případech za bodem rozkladu. [16]

Polymery mohou být pouze ve stavu tuhém či kapalném. Určitým předělem mezi těmito stavy jsou charakteristické teploty, a to tzv. teplota zesklennění – T_g a teplota tání

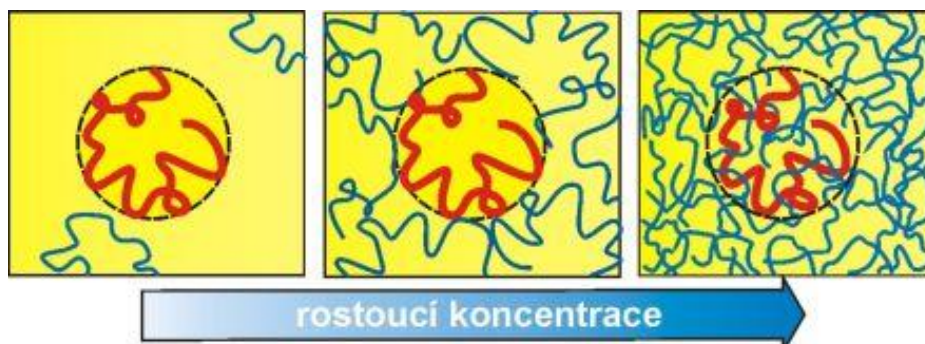
- T_m , případně teplota tečení – T_f . Typické pro polymery je, že tyto přechody nejsou ostré jako u nízkomolekulárních látek (bod tání ledu, či teplota varu vody) a obvykle se udávají jako teplotní interval. Toto je způsobeno rozdílnou délkou polymerních řetězců, u kratších řetězců jsou při vzrůstající teplotě dříve vlivem vzrůstající energie přerušeny mezimolekulární síly a makromolekula přechází do stavu taveniny. [16]

Elektrické zvlákňování je vhodné pro široký okruh polymerů. Nejčastěji jsou zvlákňovány polymerní roztoky. Polymery musejí být rozpuštěny v rozpouštědlech, která často bývají toxická a zdraví škodlivá. Možným řešením je použití vodných roztoků. [21]

1.2.2 MAKROMOLEKULÁRNÍ KLUBKO

Makromolekuly polymeru se v roztocích nacházejí ve formě klubek. Makromolekulární klubko je neuspořádaný útvar, do něhož je v roztoku stočena lineární makromolekula. Molekula lineárního polymeru v roztoku může vlivem tepelného pohybu jednotlivých částí nebo působením vnějších sil měnit svůj tvar. Toto dovoluje otáčivý pohyb části molekuly kolem některé valenční vazby při zachování meziatomových vzdáleností a valenčních úhlů. Okamžitá podoba klubka se nazývá konformace. [26]

Ve zředěných roztocích jsou makromolekuly od sebe dostatečně vzdálené, takže každé makromolekulární klubko je obklopeno jen molekulami rozpouštědla (viz Obr. 4). V roztoku se vyskytují různě svinuté řetězce, jejichž konformace se mění u každé makromolekuly v průběhu času. Tepelný pohyb a otáčivost jednotlivých článků je do značné míry ovlivněna prostorovými zábranami, jenž mohou být způsobeny přítomností objemných substituentů. Stupeň svinutí makromolekulárního klubka v roztoku závisí na afinitě segmentu makromolekulárního řetězce k rozpouštědлу. Ta je výsledkem tří dílčích interakcí, a to polymer-polymer, polymer-rozpouštědlo a interakcí mezi molekulami rozpouštědla. [27]



Obr. 4: Struktura různě koncentrovaných roztoků polymeru.

Čárkovaná čára – hranice domény klubka; mezery mezi řetězci jsou vyplněny molekulami rozpouštědla. [27]

V dobrých rozpouštědlech se makromolekula snaží vystavit působení rozpouštědla co nejvíce svých částí. Střední vzdálenost konců, a tedy i objem klubka se zvětšuje a proniká do něj další rozpouštědlo, důsledkem toho klubko bobtná. Ve špatných rozpouštědlech je klubko více svinuté, protože dochází spíše k vytváření kontaktů mezi jednotlivými segmenty makromolekuly, než k jejímu styku s molekulami rozpouštědla. Rozpouštědla, ve kterých jsou vzájemné interakce vyrovnané, se nazývají indiferentní neboli théta-rozpouštědla. To znamená, že řetězce makromolekul se chovají, jako by byly tvořeny pouze hmotnými body. Při náhodném setkání si navzájem nepřekážejí ani spolu neinteragují. Takového chování se dosáhne jen za určitých podmínek. Kvalita rozpouštědla se mění s teplotou. Théta podmínky pro danou dvojici polymer-rozpouštědlo existují při jediné teplotě, a to tzv. théta-teplotě. Při vyšších teplotách se klubko rozvine. Naopak pod touto teplotou klubko svůj objem zmenšuje. [27]

1.3 POUŽITÉ POLYMERY A ROZTOKY

V této diplomové práci byly použity dva druhy polymerních roztoků: polyvinylalkohol ve vodě a polyvinylbutyral v etanolu. Také měření bylo prováděno s demineralizovanou vodou a etanolem.

1.3.1 POLYVINYLALKOHOL

Polyvinylalkohol (PVA) je polymer, který se nezískává z monomeru. Vinylalkohol totiž neexistuje. Produktem všech reakcí, které by jej mohly zdánlivě poskytnout, je acetaldehyd.

Proto se polyvinylalkohol vyrábí hydrolýzou polyvinylacetátu. Z tohoto důvodu obsahuje polyvinylalkohol také vždy jisté množství acetátových skupin, které tento polymer modifikují a jsou příčinou jeho dosti proměnných vlastností. [3]

Polyvinylalkohol je bílý prášek zřetelně krystalického charakteru. Jeho odolnost vůči rozpouštědlům závisí na obsahu nezhydrolyzovaného polyvinylacetátu, na střední molekulové hmotnosti a také na teplotě. Polymer s více než pětiprocentním obsahem vinylacetátových jednotek se rozpouští ve vodě jen při teplotách nad 65 °C. Čím vyšší je jeho molekulová hmotnost, tím menší je jeho rozpustnost. V olejích není rozpustný ani při vyšších teplotách. V jednosytných alkoholech bobtná, ve vícesytných (např. v glycerolu) se rozpouští, a to obzvláště za tepla. Z kyselin odolává organickým, ve vodných roztocích anorganickým kyselinám a jejich solím přechází při teplotách nad 160 °C na viskózní nerozpustnou hmotu. Je málo termoplastický. Lze jej použít za teplot od -50 °C do 130 °C, nad 200 °C se rozkládá. [3]

Svým chováním polyvinylalkohol v mnohém připomíná želatinu. Proto se používá např. v potravinářství pro přípravu ovocného želé, v chemickém průmyslu jako ochranný koloid pro suspenzní polymerace, dále jako zahušťovadlo pro nátěrové hmoty, k výrobě lepidel (v kombinaci se škrobem) a impregnačních hmot odolných benzínu, olejům, tukům a rozpouštědlům. Známé je také jeho použití jako separačního činidla při zpracování nenasyčených polyesterových pryskyřic na lamináty. Vyrábí se z něj obalové fólie, chirurgické nitě, textilní vlákna, různá těsnění, hadice a další výrobky. [3]

Připravuje se alkalickou hydrolýzou polyvinylacetátu ve vodě nebo nějakém alkoholu. Dále musí být roztok zbaven acetylové skupiny. V roztoku jsou žádány pouze hydroxylové skupiny. PVA musí obsahovat mnoho OH skupin, jenž způsobují jeho rozpustnost ve vodě. [3],[28]

1.3.2 POLYVINYL BUTYRAL

Polyvinylbutyral můžeme nalézt pod těmito obchodními jmény: PVB, Butvar, Butacite, VinyliteXYHL, Saflex, Trosofil aj. Polyvinylbutyral neboli poly(2- propyl-1,3-dioxan-4,6-diyl-methylen) je polymer, který se vyrábí reakcí polyvinylalkoholu s butanolem v metanolu za katalýzy kyselinou sírovou.

Fyzikální a chemické vlastnosti PVB se liší v závislosti na obsahu jednotlivých složek. Tepelné a mechanické vlastnosti a viskozita roztoku jsou značně ovlivněny stupněm polymerizace. Teplota T_g se pohybuje v rozmezí od 50 °C do 95 °C. Teplota T_m je

v rozsahu od 160 °C do 210 °C. Nejčastěji je PVB dodáván ve formě bílého prášku nebo granulí. [1],[15]

Polyvinylbutyral se nyní nejvíce používá k výrobě vrstvených bezpečnostních skel, a to jak v automobilovém průmyslu, tak i v architektuře. Takové sklo má vysokou pevnost v tahu, odolnost proti rázu, transparentnost a pružnost. Díky chemickým vazbám v PVB dokáže folie pevně držet sklo pohromadě i v případě, že je rozbité. V roce 1994 bylo vyprodukováno 68 000 tun PVB a z toho bylo 66 000 tun použito na bezpečnostní skla. Dále se PVB využívá k těmto účelům: při výrobě inkoustu pro hlubotisk, hot-melt lepidla, keramická pojiva a jako příměs antikoročních nátěrů a nátěrů na dřevo. V kombinaci se změkčovadly a nitrocelulózou, se používá jako barva na kůži. [1],[15]

1.3.3 ETANOL

V práci při měření byl použit lihový čistič VORTEX. Minimální obsah etanolu 95 %. Lih technický zvláště denaturovaný (kvasného původu) je určen pro technické účely k čištění a odmašťování (etiketa čističe). Směs je vyráběna na základě zvláštního povolení firmy ZEVAR s. r. o. Nesmí být použit pro výrobu konzumních lihovin. Složení: etanol, denaturační činidla (dle denaturace). [29]

1.4 CHOVÁNÍ POLYMERNÍCH MAKROMOLEKUL V ELEKTRICKÉM POLI

1.4.1 ELEKTROKINETICKÉ EFEKTY

Důležitým důsledkem existence elektrických nábojů na povrchu částic je to, že budou pod vlivem aplikovaného elektrického pole vykazovat určité efekty. Tyto efekty jsou souhrnně definované jako **elektrokinetické efekty**. [2]

Existují čtyři rozdílné efekty, závisující na způsobu, jakým se pohyb indukují. Jsou jimi:

■ Elektroforéza:

Pohyb nabitě částice ve vztahu ke kapalině, ve které je suspendovaná, pod vlivem aplikovaného elektrického pole.

■ **Elektroosmóza:**

Pohyb kapaliny ve vztahu ke stacionárnímu nabitému povrchu, pod vlivem elektrického pole.

■ **Potenciál proudění:**

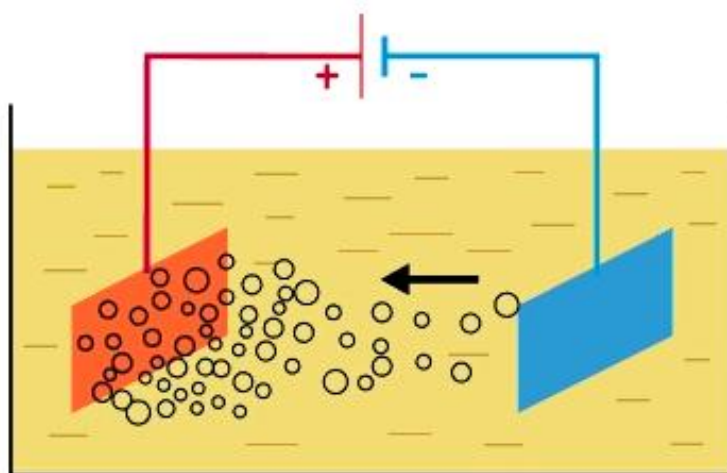
Elektrické pole, generované, když je kapalina přinucená proudit kolem stacionárního nabitého povrchu.

■ **Sedimentační potenciál:**

Elektrické pole, generované, když se nabitě částice pohybují ve vztahu ke stacionární kapalíně. [2]

Elektroforéza

Když je na elektrolyt (vodivý roztok) aplikováno elektrické pole, tak nabitě částice suspendované v elektrolytu jsou přitahované směrem k elektrodě s opačným nábojem (viz Obr. 5). Viskózní síly, působící na částice, mají sklon bránit tomuto pohybu. Když se dosáhne rovnováha mezi těmito dvěma protichůdnými silami, částice se pohybují s konstantní rychlostí. [2]



Obr. 5: Elektroforéza - schéma [14]

Rychlost částice je závislá na následujících faktorech:

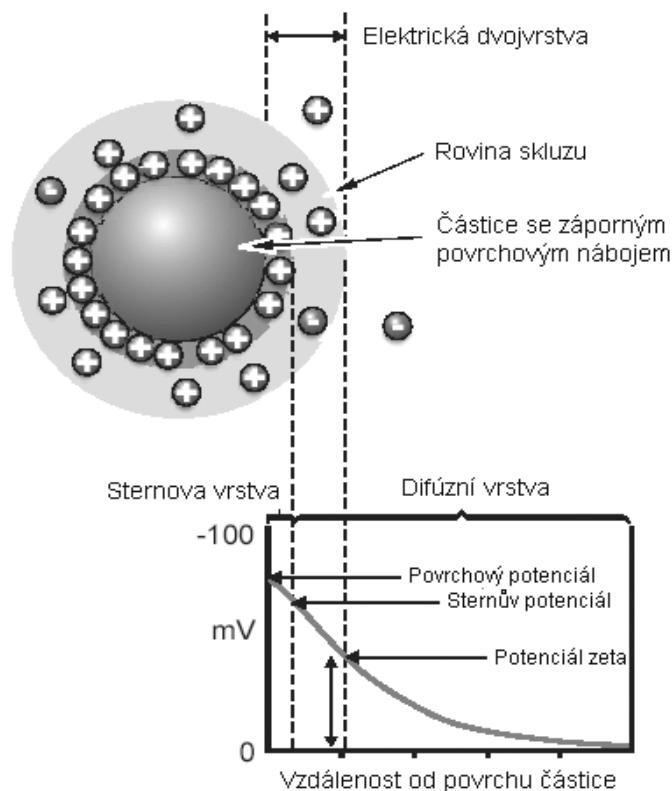
- síla elektrického pole nebo gradient napětí;
- dielektrická konstanta média;
- viskozita média;
- potenciál zeta - rozdíl potenciálů na pohybovém rozhraní, který se ustavuje při relativním pohybu tuhé fáze s elektrickou dvojvrstvou vůči roztoku. Znaménko potenciálu je opačné než znaménko iontů vnější vrstvy elektrické dvojvrstvy (podle konvence je potenciál v objemové fázi roven nule). Potenciál zeta nebývá vyšší

než 0,1 V. Je značně ovlivňován přidávkem elektrolytů, a to i v malých koncentracích. Je příčinou vzniku elektrokinetických jevů. [2],[25]

1.4.2 DEBYEOVA STÍNICÍ DÉLKA

Vznik elektrokinetického transportu je podmíněn existencí vázaného elektrického náboje (například záporného) na povrchu stěn mikrokanálků. [19] Tento náboj může vzniknout například disociací některých chemických funkčních skupin materiálů smočeného roztokem vodného elektrolytu. Na skleněných površích disociují skupiny Si-OH na Si-Oa a uvolněné vodíkové ionty přecházejí do okolního elektrolytu. Také u řady organických polymerů (PS, PMMA, PDMS aj.) je pozorován vznik vázaného elektrického náboje. Fixovaný záporný elektrický náboj přitahuje opačně nabité ionty z elektrolytu. Vzniká tak oblak kladného náboje ve vrstvě elektrolytu přilehlé těsně ke stěně kanálku. Část kladného náboje se pevně váže elektrostatickými silami k povrchu materiálu (Sternova vrstva) a část zůstává dále pohyblivá v elektrolytu (difúzní vrstva). [24]

Celá oblast s nenulovým (kladným) elektrickým nábojem se nazývá elektrická dvojvrstva (EDL z anglického „electric double layer“) viz Obr. 6.



Obr. 6: Potenciál zeta a elektrická dvojvrstva [2]

Tloušťka Sternovy vrstvy je velmi malá a je přibližně daná poloměrem iontů. V oblasti vzdálenější od povrchu pevné fáze se kapalina chová elektroneutralně, tj. její celkový elektrický náboj je nulový. Tloušťka difuzní části EDL se pohybuje v závislosti na celkové koncentraci použitého elektrolytu obvykle v rozmezí 1 nm – 1 μm a je označovaná jako Debyeova délka. Tloušťku difuzní vrstvy lze odhadnout ze vztahu:

$$\lambda = \sqrt{\frac{k_B T \varepsilon}{2 n e^2}} \quad (1)$$

Kde symboly k_B , T , ε , n a e^2 označují Boltzmannovu konstantu, absolutní teplotu, permitivitu prostředí, koncentraci částic a elementární náboj. Obecně platí, že čím je nižší koncentrace elektrolytu, tím větší je Debyeova délka. Pokud je na mikrokanálek s EDL vloženo axiálně orientované elektrické pole, pohyblivá část kladného náboje v difuzní části EDL je uvedena do pohybu směrem k záporně nabitě elektrodě. Pohyblivý oblak iontů působí při svém pohybu viskózními silami na okolní tekutinu, která je takto uvedena do pohybu ve stejném směru. Výsledkem je elektrokinetický tok tekutiny indukovaný vložkou diferencí elektrického potenciálu. [24]

Pro tuto diplomovou práci byl proveden literární a internetový průzkum pro nalezení experimentálních prací, ve kterých by bylo popsáno měření Debyeovy délky.

V článku Kampf N., Ben-Yaakov D., Andelman D., Safran S. A., a Klein J. „Direct Measurement of Sub-Debye-Length between Oppositely Charged Surfaces” [9], což se překládá jako „Přímé měření Debyeovy délky mezi opačně nabitými povrchy“, je popsáno měření přitažlivých sil mezi opačně nabitými povrchy pevných látek přes vrstvu vody v celé ploše vzájemného působení, především na povrchu separace D pod Debyeovou délkou (λ). A bylo to provedeno pomocí rovnováhy povrchových sil a analýzou pomocí rychlokamery. V práci bylo zjištěno, že při velmi nízkých koncentracích solí, se projevovává přitažlivost mezi povrchy na relativně dlouhou vzdálenost (začátek cca 100 nm), ale odchylka $D < \lambda$ souhlasí s predikcí založené na Poisson-Boltzmannově teorii. [9]

Měření Sternova potenciálu a Debyeovy délky ve zředěném iontovém roztoku pomocí mikroskopie atomárních sil je popsáno Kumarem B. a Crittendenem S. ve článku „Měření Sternova potenciálu a Debyeovy délky ve zředěných iontových roztocích s využitím mikroskopie elektrostatických sil” (z angl. „Stern potential and Debye length measurements in dilute ionic solutions with electrostatic force microscopy”). [13] Kumar B. a Crittenden S. sestavili analytický výraz pro druhou

složku harmonické kapacitní síly v iontovém roztoku podle linearizace Poisson-Boltzmannovy rovnice. To jim umožnilo kalibraci potenciálu AFM hrotu – (Mikroskopie atomárních sil; AFM z anglického atomic force microscopy) a také získání Sternova potenciálu na povrchu vzorku. Kromě toho, tento vynález umožňuje, že měřená kapacitní síla je nezávislá na Van der Waalsových silách a dvojvrstvě. Tím poskytuje přesnější odhady Debyeovy délky. [13]

Další zajímavá práce Prieve D. C., Hoggard J. D., Fu R., Sides P. J., a Bethea R. popisuje dvě nezávislá měření Debyeovy délky v nepolárních kapalinách. [18]

➤ Měření elektrického proudu bylo provedeno pomocí paralelních deskových elektrod o rozměrech 2,5 cm x 7,5 cm vzdálené na 1,2 mm. K odvození dielektrické konstanty roztoku autoři použili rychlé počáteční nabití kondenzátoru. Dále pomocí modelu Gouy-Chapmanova bylo zjištěno, že s rostoucí koncentrací PIBS (Polyisobutylen) klesá Debyeova délka o 80 až 600 nm.

➤ Hodnoty Debyeových délek byly potvrzeny provedením nezávislého měření odpuzováním dvojvrstvy mezi kulovitými částicemi o průměru cca 6 μm z polystyrenu (PS) a PS potažené skleněné desky pomocí fluorescenční mikroskopie totálního vnitřního odrazu (TIRFM: Total Internal Reflection Fluorescence Microscopy) ve stejných roztocích. Zanedbáním Faradayovy reakce a zeta potenciálu na elektrodách lze získat hodnoty Debyeovy délky a iontové síly s menším úsilím, nežli získané přímým měřením. [18]

Po nalezení těchto článků různých autorů se potvrdil předpoklad o tom, že tato diplomová práce se zabývá novou, zcela nikdy nezkoušenou metodou. Zařízení, které bylo sestaveno (viz kapitola 2.1), umožňuje zkoumání chování polymerních roztoků v silném elektrickém poli za podmínek elektrického zvlákňování. Využívá se zde faktu elektrického stínění měřící elektrody nabitou vnější vrstvou kapky polymerního roztoku. Potom lze navrženým zařízením zkoumat rozložení elektrického potenciálu v ose kapky.

Odvození Debyeovy délky

Prvním krokem pro odvození Debyeovy délky použijeme Boltzmannovu rovnici pro pravděpodobnost výskytu částice o elementárním náboji e v místě, kde elektrické pole nabývá potenciálu γ .

$$P(x) = \frac{1}{Z} \exp\left(\frac{-e\gamma(x)}{k_B T}\right) \quad (2)$$

k_B . Boltzmannova konstanta; T absolutní teplota.

Dále také použijeme 1 Maxwellovu rovnici

$$\nabla E = \frac{\rho}{\varepsilon} \quad (3)$$

$$\frac{\partial^2 \gamma(x)}{\partial x^2} = \frac{-\rho(x)}{\varepsilon}$$

Kde symboly: ρ - hustota; ε - permitivita prostředí.

$$\rho(x) = en^+(x) - en^-(x) = ne \left[\exp\left(\frac{-e\gamma(x)}{K_B T}\right) - \exp\left(\frac{+e\gamma(x)}{K_B T}\right) \right] \quad (4)$$



nelineární diferenciální rovnice

Provedeme linearizace podle Debye a Hückela

Taylorův rozvoj:

$$e^x = 1 + \frac{x}{1!} + \frac{x^2}{2!} + \frac{x^3}{3!} + \dots, \quad e^{-x} = 1 - \frac{x}{1!} + \frac{x^2}{2!} - \frac{x^3}{3!} + \dots$$

$$x \ll 1 \Rightarrow e^x \cong 1 + x, e^{-x} \cong 1 - x$$

$$e\gamma(x) \ll K_B T \Rightarrow \rho(x) \cong n_0 e \left[1 - \frac{-e\gamma(x)}{K_B T} - 1 - \frac{-e\gamma(x)}{K_B T} \right] = -2n_0 e \frac{e\gamma(x)}{K_B T},$$

teď výsledek dosadíme do Maxwellovy rovnice a tím dostaneme:

$$\frac{\partial^2 \gamma(x)}{\partial x^2} = 2n_0 e^2 \frac{\gamma(x)}{\varepsilon K_B T} \quad \text{- lineární diferenciální rovnice} \quad (5)$$

Upravíme:

$$\frac{\partial^2 \gamma(x)}{\partial x^2} - 2n_0 e^2 \frac{\gamma(x)}{\varepsilon K_B T} = 0$$

$$\lambda^2 - \frac{2n_0 e^2}{\varepsilon K_B T} \gamma = 0 \quad \text{- charakteristický polynom}$$

$$\lambda^2 = \pm \sqrt{\frac{2n_0 e^2}{\varepsilon K_B T}}$$

$$\gamma(x) = C e^{\lambda x} = \gamma_0 \exp\left(\pm \sqrt{\frac{2n_0 e^2}{\varepsilon K_B T}} x\right) \quad \text{- Fyzikálně platí jenom řešení s „-“}$$

$$\gamma(x) = \gamma_0 \exp\left(-\sqrt{\frac{2n_0 e^2}{\epsilon k_B T}} x\right) = \gamma_0 \exp\left(-\frac{x}{D}\right), \quad \text{naposled z tohoto vzorce}$$

vyjádříme D nebo také λ , tím dostaneme rovnici (1):

$$\lambda = \sqrt{\frac{k_B T \epsilon}{2n_0 e^2}}$$

Výpočet Debyeovy délky pro demineralizovanou vodu a etanol

Sørensen v roce 1909 zavedl pojem pH jako záporný logaritmus koncentrace vodíkových iontů. [6] Pro čistou vodu je hodnota pH rovna 7,0 ($\text{pH} = -\log [\text{H}^+] = -\log 10^{-7}$), pro etanol 95% $\text{pH} = 8$.

Pro výpočet Debyeovy délky musíme hodnotu pH převést na m^3 .

- Voda

$$n_0 = (10^{-7} * N_A) / 10^{-3}, \quad N_A - \text{Avogadrova konstanta, } (6,022\,141\,79 * 10^{23} \text{ mol}^{-1})$$

$$n_0 = 6,02 * 10^{19} \text{ m}^{-3}$$

$$D_V = 9,72 * 10^{-7} \text{ m} \longrightarrow 9,72 * 10^{-4} \text{ mm} \longrightarrow 972 \text{ nm}$$

- Etanol

$$n_0 = (10^{-8} * N_A) / 10^{-3}$$

$$n_0 = 6,02 * 10^{18} \text{ m}^{-3}$$

$$D_V = 1,67 * 10^{-6} \text{ m} \longrightarrow 1,67 * 10^{-3} \text{ mm} \longrightarrow 1670 \text{ nm}$$

1.5 MĚŘENÍ PRŮBĚHU ELEKTRICKÉHO PROUDU KAPALINOVOU TRYSKOU

Truhanová A. [22] se ve své diplomové práci zabývala měřením průběhu elektrického proudu kapalinovou tryskou. V experimentu byl použit vodný roztok polyvinylalkoholu (PVA).

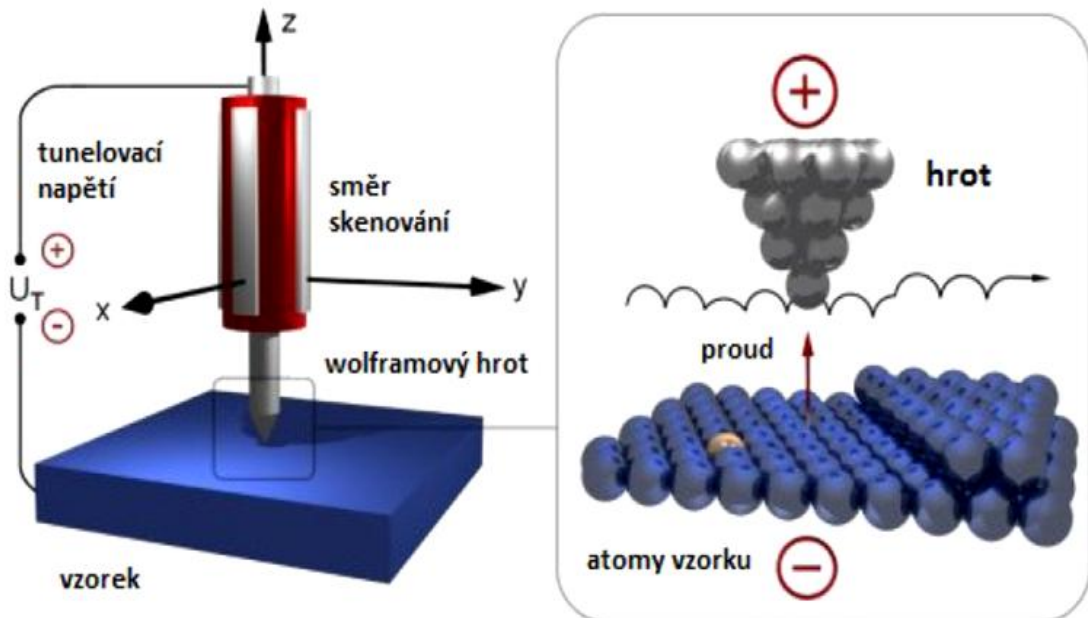
Truhanová zjistila, že s klesající koncentrací polymerního roztoku klesá hodnota proudu procházejícího vláknem při elektrickém zvlákňování. Následně byla uvedena závislost hodnoty procházejícího elektrického proudu na počátečním objemu roztoku. Výsledkem tohoto měření bylo důležité zjištění, že v tomto případě není průběh proudu závislý na velikosti zvlákňované kapky roztoku. [22]

Diplomová práce Kubánka T. [12] se zabývala ověřováním již jednou získaných výsledků průběhu elektrického proudu ve vodě rozpustném polymeru při elektrickém zvlákňování a rozšířením této metody na další polymery. Ve výsledku této práce se hlavní rozdíl objevil ve velikosti procházejícího proudu. Největší hodnoty vykazoval vodou rozpustný polyvinylalkohol. Naopak nejméně proudu procházelo při zvlákňování polymeru s pracovním názvem LL7 (kopolymer HEMA/EOEMA).

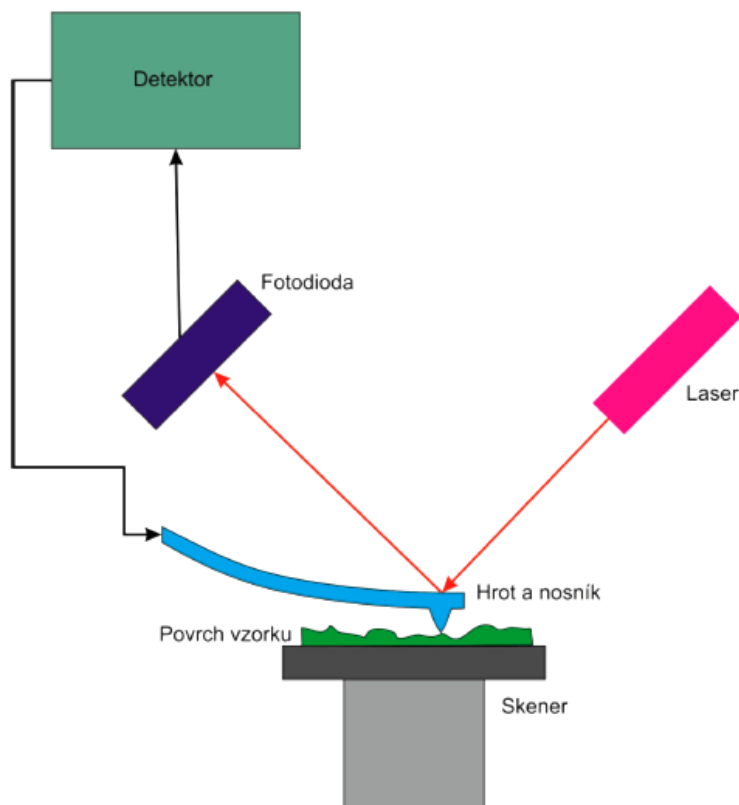
Velikost proudu ovšem nezáleží pouze na použitém rozpouštědle, nýbrž i na celkovém chemickém složení daného roztoku. Jak ukázal doprovodný experiment, pouze minimální rozdíl v obsahu soli velkou měrou tyto výsledky ovlivňuje. Obecně však lze říci, že tvar křivky závislosti procházejícího proudu na koncentraci polymeru se u vodných i nevodných roztoků podobá. Při nižších koncentracích se velikost proudu příliš nemění a teprve až od určité hodnoty začne prudce narůstat, než dosáhne svého maxima. [12]

1.6 RASTROVACÍ TUNELOVÁ MIKROSKOPIE

Pro tuto diplomovou práci byl sestaven přístroj, který svou funkcí napodobuje rastrovací tunelový mikroskop. Dnešní rastrovací mikroskopy lze rozdělit do dvou hlavních tříd dle povahy detekovaného signálu. Starší tunelovací mikroskopy (STM) jsou založeny na detekci tunelovacího proudu mezi hrotem a povrchem zkoumaného materiálu (viz Obr. 7). O něco mladší jsou mikroskopy atomárních sil (AFM) viz Obr. 8. Tato třída mikroskopů používá jako detekční signál síly působící mezi hrotem a vzorkem. Právě kvůli své univerzalitě a poměrně snadné obsluze pronikly rastrovací mikroskopy do řady oborů. Od fyziky pevných látek přes chemii a biologii po lékařství. Uplatnění našly také v aplikovaném výzkumu a průmyslu. [7]



Obr. 7: Schéma STM mikroskopu [23]



Obr. 8: Schéma AFM mikroskopu [23]

Princip rastrovacích mikroskopů lze přirovnat ke gramofonu, kdy jehla tažená nad povrchem mění svou vertikální polohu v závislosti na morfologii desky. V tunelovacím mikroskopu měříme proud mezi ostrým hrotem, zpravidla zakončeným jedním atomem a vodivým vzorkem. Během skenování měníme vertikální polohu hrotu tak, aby proud zůstal konstantní. Záznam vertikální polohy hrotu během měření potom udává morfologii povrchu. V mikroskopu atomárních sil je princip stejný s tím rozdílem, že místo proudu měříme sílu působící mezi hrotem a povrchem pevné látky. [7]

Během samotného měření je nutné kontrolovaně pohybovat vůči sobě dvěma makroskopickými objekty (hrot mikroskopu a zkoumaný vzorek) vzdálenými od sebe pouze několik angstromů ($1 \text{ \AA} \sim 10^{-10}$ metru) s přesností alespoň $0,1 \text{ \AA}$. Je jasné, že jakákoliv vnější mechanická vibrace nejen znemožní měření, ale může způsobit trvale poškození mikroskopu. [7]

Mezi největší technické problémy při návrhu těchto mikroskopů patří minimalizace vlivu vnějších vibrací na samotný hrot i vzorek a řízení pohybu makroskopických objektů s přesností více než $0,1 \text{ \AA}$ (tj. 10^{-11} metru). První problém vyřešil systém závěsných pružinek a aktivního tlumícího mechanismu. Přesný pohyb hrotu vzhledem

k povrchu byl řešen použitím piezoelektrického převodníku, který mění svůj objem na základě přiloženého napětí. [7]

„Vidět“ atomy umožňuje velká citlivost tunelovacího proudu na populaci elektronů v daném místě a na vzdálenosti hrotu od povrchu zkoumané látky (tedy překryv vlnových funkcí elektronů vzorku a hrotu). V blízkosti atomových jader je zvýšený výskyt elektronů, tudíž tunelovací proud roste. Naopak v oblasti mezi atomy snížený výskyt elektronů vede k poklesu tunelovacího proudu. [7]

Samotné měření topografie povrchu lze provádět ve dvou základních režimech. Za prvé v modu konstantní výšky, kdy je hrot pevně fixován v konstantní výšce nad povrchem a je zaznamenávána změna tunelovacího proudu, nebo za druhé v topografickém modu. Během měření v topografickém modu je výška hrotu nad vzorkem regulovaná tak, aby tunelovací proud byl po celou dobu konstantní. [7]

2. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Při elektrickém zvlákňování dochází k působení silných elektrických polí na volnou hladinu polymerního roztoku nebo taveniny. Z výše uvedených pramenů lze vytvořit hypotézu, že před vznikem Taylorova kužele se působením elektrického pole pronikajícího do hloubky roztoku zřejmě vytvoří elektricky nabitě vrstvy. Protože používáme reálné materiály, které nemají dokonalou vodivost, vzniká uvnitř polymerní kapaliny elektrické pole o určité velikosti.

Žádná z výše uvedených metod pro měření a detekci nabitých vrstev neumožňuje pracovat s elektrickými poli o intenzitě 2,5 MV/m a větší na volné hladině. Aby bylo možné tuto hypotézu ověřit, je nutné navrhnout a zkonstruovat měřicí zařízení, které vyhoví požadavkům. Uvedené piezoprvky pro pohyb detekční jehly u AFM mikroskopů rozhodně nemají dostatečný zdvih pro prostup skrz kapku polymerního roztoku.

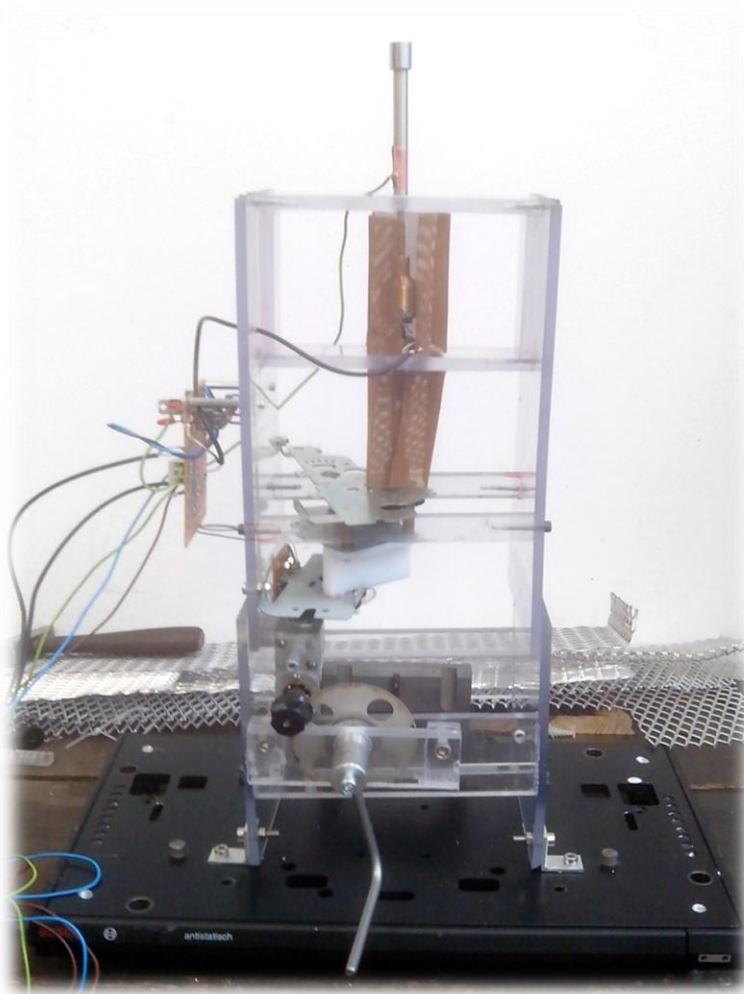
Princip měření byl zvolen následující:

- Bude zjišťováno rozložení elektrického pole v kapce roztoku v ose kapky.
- Bude využito faktu, že povrch kapky do značné míry elektricky stíní vnitřek kapky.
- Rozložení pole bude mapováno pomocí elektricky izolované sondy s malou vodivou ploškou na hrotu.
- Elektrický signál ze sondy bude zesílen pomocí elektrometrického zesilovače se vstupním odporem cca $10^{13} \Omega$ a zobrazen pomocí osciloskopu.
- Poloha sondy bude detekována s co největším rozlišením.

Lze předpokládat, že po splnění uvedených podmínek bude možné vyhodnotit změny získaných elektrických signálů bez elektrického pole a s elektrickým polem a pravděpodobně detekovat existenci a polohu elektricky nabitých vrstev v polymerních roztocích za podmínek odpovídajících elektrickému zvlákňování.

2.1 KONSTRUKCE PŘÍSTROJE

V této diplomové práci byl navržen přístroj pro detekci chování polymerních makromolekul v silném elektrickém poli při elektrickém zvlákňování. Přístroj je znázorněn na Obr. 9

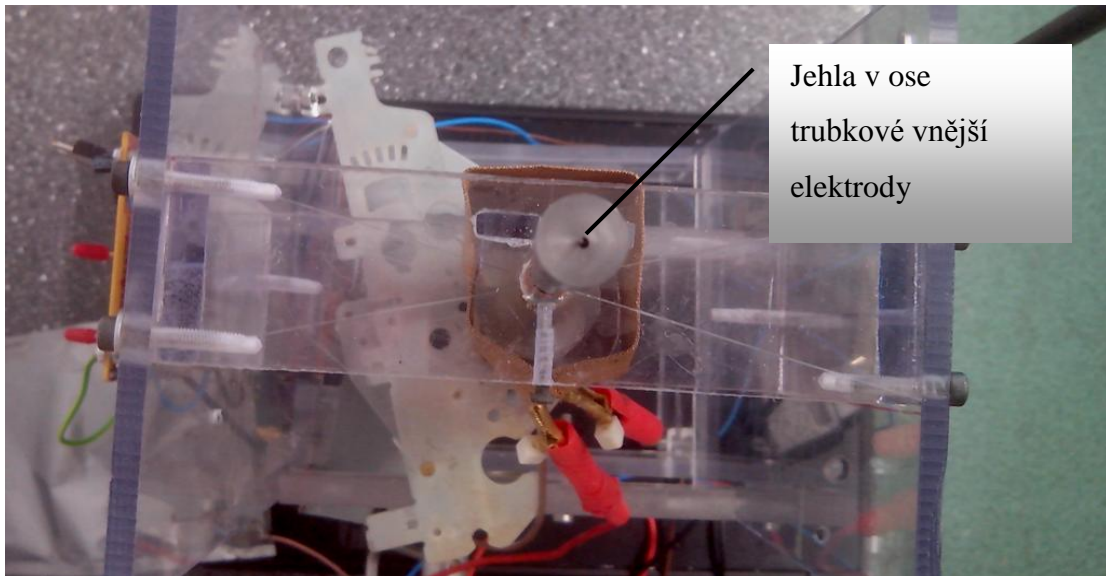


Obr. 9: Přístroj pro detekci chování polymerních makromolekul v silném elektrickém poli při elektrickém zvlákňování

Na konstrukci tohoto přístroje byla použita ocelová jehla s nátěrem z elektroizolačního laku (Damisol 2413) a s hrotem obroušeným do malé vodivé plošky (průměr cca 0,1 mm). Posun měřicí jehly je zajištěn pomocí mikrometrického šroubu o stoupání 0,5 mm. Poloha měřicí elektrody je indikována pomocí enkodéru. Enkodér je zařazen na vstupu pohonné převodovky o celkovém převodu $i = 0,05$. Z toho plyne, že jeden impuls z enkodéru odpovídá posunutí měřicí elektrody o 23 nm. Posuv měřicí elektrody je poháněn ručně. Bylo zjištěno, že pohon komutátorovým stejnosměrným elektromotorem způsobuje značné rušení měřicího signálu a jeho odrušení je prakticky skoro nemožné.

Dále byly použity různé typy spojovacích prvků, jako například šrouby, podporující desky, tyčky a trubičky. Jako materiály jsou použity plast, plexisklo, ocel a mosaz.

Konstrukce přístroje byla navržena s ohledem na jednoduchost, funkčnost a variabilitu. Hlavním prvkem bylo zajištění pohonů jehly mechanickým převodem. Jehla byla umístěna koaxiálně do vedení ve vnější uzemněné trubkové elektrodě (viz Obr. 10).



Obr. 10: Pohled shora

Mezi jehlou a horní částí trubkové elektrody byla umístěna silikonová izolační vrstva pro zajištění souososti. Zároveň izolace kromě mechanického vedení slouží k elektrickému oddělení užitečného signálu. Všechny součásti zařízení jsou umístěny v rámu vyrobeném z deskového polykarbonátu slepeného pomocí dichlormetanu (viz Obr. 11).



Obr. 11: Horní část přístroje.

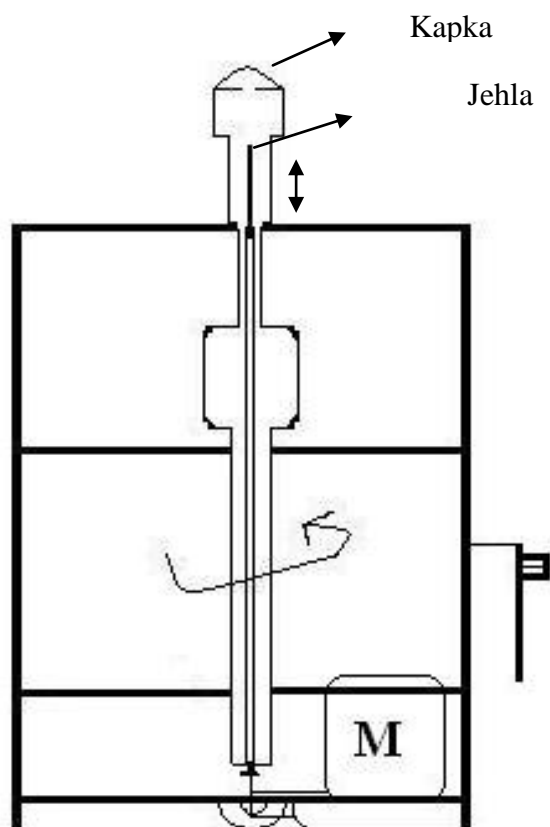
Pro omezení rušení signálu z vnějších zdrojů (pohony strojů v okolních laboratořích a elektronické předřadníky zářivkových svítidel) je napojení držáku měřící elektrody stíněno uzemněnou kovovou sítí.

Přístroj byl spojen se záznamovým zařízením pomocí následujících vedení:

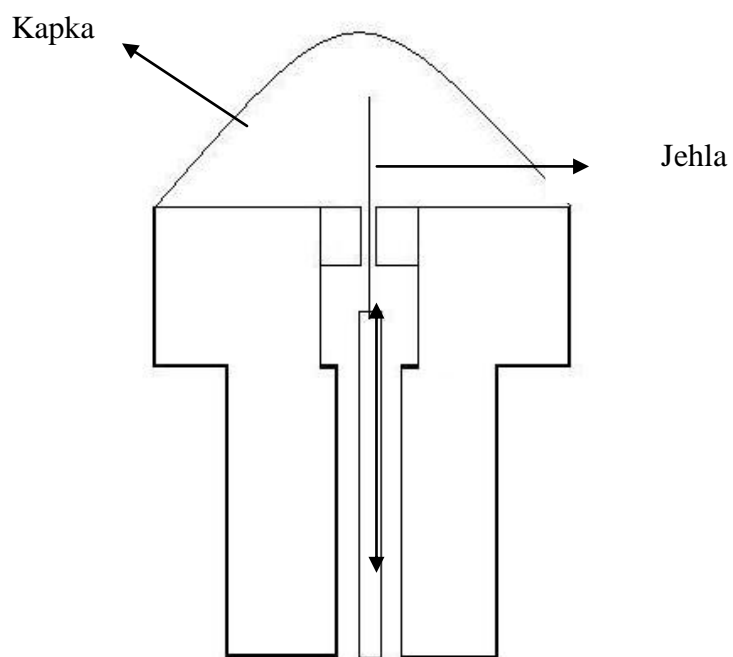
- indikační vodič (připojen k prvnímu kanálu osciloskopu (CH1) a zobrazuje signál z enkodéru);
- signálový vodič (slouží k propojení s druhým kanálem osciloskopu (CH2). Měřený signál byl zesílen pomocí elektrometrického zesilovače se vstupním odporem $10^{13} \Omega$ a zesílením 2);
- uzemňovací vodič (připojen k hlavní tyčové elektrodě s jehlou a k centrálnímu uzemňovacímu bodu);
- napájecí vodiče (pro napájení elektrometrického zesilovače a enkodéru);
- uzemněný vybíjecí vodič.

Byl použit zdroj intenzivního světla a promítací zvětšovací objektiv pro zobrazení průmětu kapky.

Citlivost přístroje byla ověřena připojením nabitého kondenzátoru o kapacitě cca 4 pF mezi měřící elektrodu a uzemnění. Na osciloskopu byl zaznamenán zřetelný skok signálu (špička). Schéma přístroje je znázorněno na Obr. 12 a na Obr. 13 je uvedena schéma horní části přístroje.



Obr. 12: Schéma přístroje



Obr. 13: Schéma horní části přístroje

2.2 POPIS PRACOVNÍŠTĚ

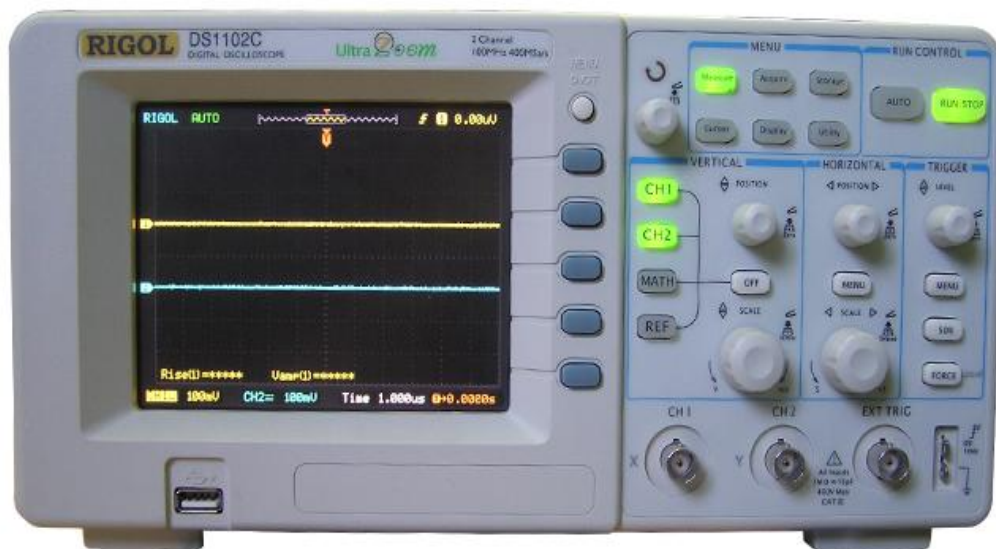
Všechna měření probíhala v laboratoři katedry netkaných textilií. Použit byl zdroj vysokého napětí MATSUSADA AU 60P0.5, nezbytný k provádění elektrického zvlákňování. Laboratorní zdroj dvojité značky Statron 2229 (viz Obr 14).



Obr. 14: Statron 2229

Dále byl použit čítač impulsů Schlumberger2720.

Ke sledování a zaznamenávání průběhů napětí při elektrickém zvlákňování byl použit digitální osciloskop Rigol DS1102C (viz Obr. 15).



Obr 15: Osciloskop Rigol DS1102C [17]

Osciloskop je přístroj, jenž slouží pro grafické znázornění napět'ového průběhu na obrazovce. V běžném režimu toto napětí zobrazuje v závislosti na čase.

Z obrazovky osciloskopu s rastrem (mřížkou) můžeme vyčíst informace o signálu.

1 - hodnota napětí špička - špička (rozkmit) signálu, jeho maximální a minimální hodnotu, pomocí výpočtů i hodnoty další;

2 - periodu (doby trvání jedné periody signálu), výpočtem dále frekvenci, nebo doby trvání náběžných, sestupných hran, činitele plnění a další;

3 - tvar signálu (například zda neobsahuje překmity atd.) [12],[20]

Oproti starším analogovým typům osciloskopů je možné Rigol DS1102C připojit k notebooku a ukládat a zobrazovat naměřená data na monitoru. Další výhodou přístrojů Rigol DS1102C je jeho vnitřní paměť, která slouží k uchovávání naměřených výsledků při absenci osobního počítače či USB disku.

Po připojení osciloskopu do obvodu se muselo provést několik kroků:

- zapnout první a druhý kanál (CH1 a CH2);
- nastavit vzorkování časové (horizontální) a napět'ové (vertikální) osy;
- zvolit hodnotu prahu spínání, které osciloskop bere jako přibližnou hodnotu počátečního napětí.

Potom byl použit sestavený přístroj, který je popsán v 2.1.

Pro promítání kapky na zeď sloužil periskop a LED zdroj intenzivního světla (viz Obr. 16).



Obr. 16: Promítání kapky na zeď

2.3 VLASTNÍ MĚŘENÍ

V experimentální části této diplomové práce byly použity polymerní roztoky (PVA a PVB) zvolených koncentrací, demineralizovaná voda a etanol. Vlastní experiment se prováděl následujícím způsobem. Na tyčce s jehlou se vytvořila kapka polymerního roztoku nebo další zvolené kapaliny. Snahou bylo vytvořit při každém měření kapku o stejné velikosti. Proto pomocí periskopu kapka byla promítána na zeď a před každým měřením byl zaznamenáván rozměr promítané kapky a přepočítán na reálný rozměr kapky. Potom byla jehla zesponu propichovaná skrz kapku. Přitom se zaznamenal průběh elektrického potenciálu v kapce. Následovalo několik přípravných pokusů sloužících k optimálnímu nastavení přístroje a osciloskopu. Při provádění experimentu v elektrickém poli po každém měření kapky polymeru, vody a etanolu bylo zapotřebí vypnout zdroj vysokého napětí, vybit zbylou elektrickou energií pomocí uzemněného vodiče a důkladně očistit plochu tyčky a hrot jehly, aby byly zachovány stejné počáteční podmínky pro každé následující měření. Výsledné hodnoty napětí a posuv jehly zaznamenávané do tabulek a grafů, které jsou uvedené v dalších kapitolách.

2.3.1 MĚŘENÍ BEZ KAPALINY

První měření probíhalo bez použití kapaliny nebo polymerního roztoku. Lze říct, že tento pokus byl experimentální nebo přípravný pokus, a sloužil k optimálnímu nastavení přístroje a osciloskopu a zjištění hodnot vlastního šumu přístroje.

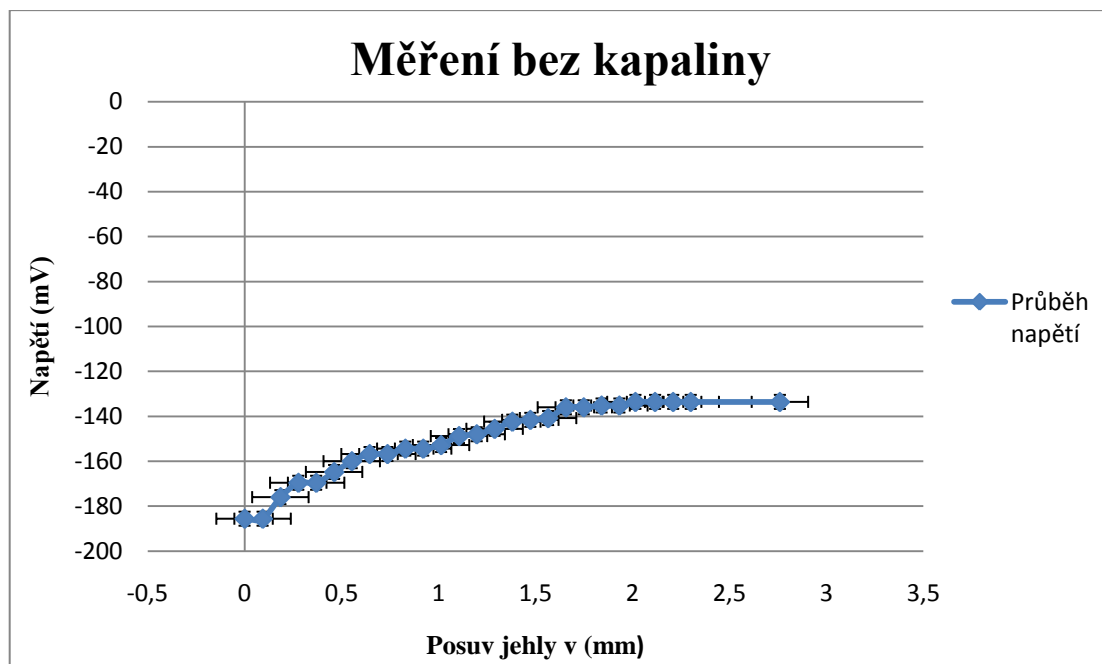
Laboratorní podmínky měření:

- teplota se pohybovala v rozmezí $23,7 \pm 1$ °C,
- relativní vlhkost vzduchu $28,1 \pm 1$ %.

Testování se uskutečnilo bez elektrického pole. V elektrickém poli bez použití kapaliny měření nebylo provedeno kvůli potenciálnímu ohrožení elektrometrického zesilovače přepětím. Jeho měřicí rozsah je ± 1 V. Pro statistické vyhodnocování výsledků a nastavení přístrojů bylo provedeno celkem 5 měření. Výsledné hodnoty ze všech měření jsou zprůměrované a uvedené v tab. 1. Hodnoty v tabulkách a grafech z každého samostatného měření jsou v příloze na CD spolu s diplomovou prací.

Měření bez kapaliny a bez elektrického pole	
Posuv jehly (mm)	Napětí (mV)
0	-185,6
0,093012	-185,6
0,184777	-176
0,277003	-169,6
0,36904	-169,6
0,461702	-164,8
0,552672	-160
0,644584	-156,8
0,736607	-156,8
0,828819	-154,4
0,920948	-154,4
1,013302	-152,8
1,105776	-148,8
1,197053	-148
1,289371	-145,6
1,380814	-142,4
1,473624	-141,6
1,565178	-140,8
1,656925	-136
1,749072	-136
1,841007	-135,2
1,932713	-135,2
2,015577	-133,6
2,11692	-133,6
2,210107	-133,6
2,300874	-133,6
2,760649	-133,6

Tab. 1: Měření bez kapaliny



Obr. 17: Měření bez kapaliny

Na Obr. 17 je vidět, že v okamžiku, kdy sonda ještě byla v základní poloze na úrovni povrchu vnější elektrody, měřené napětí se pohybovalo na hodnotě -185,6 mV. Po vysunutí sondy ze základní polohy napětíový potenciál pomalu rostl ke kladným hodnotám. Jak bude vidět z dalších měření s polymerními roztoky, vodou a etanolem napětí také nebylo od začátku v nulové úrovni.

Od začátku měření bylo předpokládáno, že změna napětí může být vyvolána selháním nebo nefunkčností navrženého přístroje. Ale přístroj funguje správně a k tomu je velmi citlivý (toto je popsáno v kapitole 2.1). Pro odstranění rušení z vnějších elektromagnetických polí byla vyrobena analogie Faradayovy klece kolem držáku měřící jehly. Byly použity jenom stíněné vodiče pro přenos signálů, součástky přístroje rovněž byly stíněné. Avšak i po těchto úpravách se hodnoty rušivého napětí nezměnily.

Pote, byla zkoušena možnost odizolování ocelové tyčky s jehlou od vnější elektrody (viz další kapitola 2.3.3 Doprovodný experiment) z důvodu, aby sonda s vnější elektrodou netvořily galvanický článěk. Proto byly vyrobeny ze stejného materiálu. Nejpravděpodobnějším vysvětlením je, že mezi sondou a kapalinou vzniká tzv. elektrodový potenciál.

2.3.2 MĚŘENÍ S DEMINERALIZOVANOU VODOU

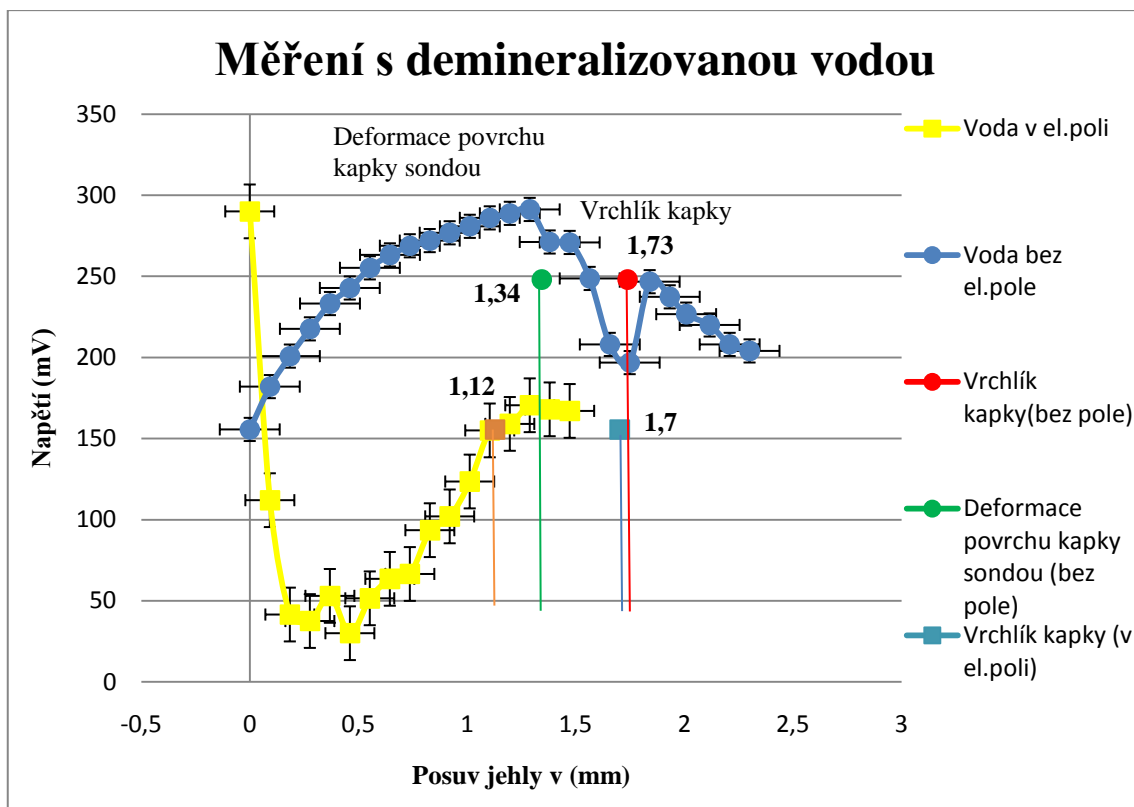
V den měření se teplota v laboratoři pohybovala v rozmezí 23 ± 1 °C, relativní vlhkost vzduchu byla 28 ± 1 %, napětí na kolektoru zařízení bylo 30 kV.

Pro statistické vyhodnocování výsledků bylo provedeno celkem 10 měření v elektrickém poli a celkem 10 měření bez elektrického pole.

Výsledné hodnoty z obou měření jsou zprůměrované a uvedené v tab. 2. Hodnoty v tabulkách a grafech z každého samostatného měření jsou v příloze na CD spolu s diplomovou prací.

Měření s demineralizovanou vodou v elektrickém poli		Měření s demineralizovanou vodou bez elektrického pole	
Posuv jehly (mm)	Napětí (mV)	Posuv jehly (mm)	Napětí (mV)
0	290	0	155,6
0,09262	112	0,09245	182
0,18472	41,5	0,18486	200,8
0,27686	37,5	0,2769	217,6
0,36898	53	0,36941	233,2
0,46109	30	0,46072	242,8
0,55272	51,5	0,55318	255,2
0,64494	63,5	0,64552	263,2
0,73705	66,5	0,73695	268,8
0,82923	93,5	0,8287	272
0,92054	102	0,92044	276,8
1,01271	123,5	1,0133	280,8
1,10485	155	1,10504	286
1,19735	159	1,19728	288,8
1,28904	170,5	1,289	291,2
1,38083	168	1,38087	271,1
1,4729	167	1,47307	270,8
		1,56496	248,6
		1,65757	208
		1,74918	196,8
		1,84121	246,6
		1,93361	237,3
		2,00922	226,6
		2,11727	220
		2,20942	208
		2,30092	204

Tab. 2: Měření s demineralizovanou vodou



Obr. 18: Měření s demineralizovanou vodou

V případě měření bez elektrického pole:

- výška kapky 1,73 mm;
- pozorovaná deformace povrchu kapky sondou 1,34 mm.

V případě měření v elektrickém poli:

- výška kapky 1,7 mm;
- pozorovaná deformace povrchu kapky sondou 1,12 mm.

Na Obr. 18 je dobře vidět, že se naměřené hodnoty v elektrickém poli a bez elektrického pole značně od sebe liší. V experimentu s vodou prováděném bez elektrického pole napětí roste až do okamžiku deformace povrchu kapky jehlou. Po deformaci se růst mění na poměrně rychlý pokles hodnot. Během dalšího zvedání sondy skrz kapku bylo pozorováno, že v okamžiku propíchnutí povrchu kapky byl zaznamenán skokový nárůst a vzápětí pokles napětí.

Žlutá křivka znázorňuje měření v elektrickém poli. Na začátku zvedání sondy napětí značně klesalo. Posléze byl zaznamenán relativně rovnoměrný nárůst napětí.

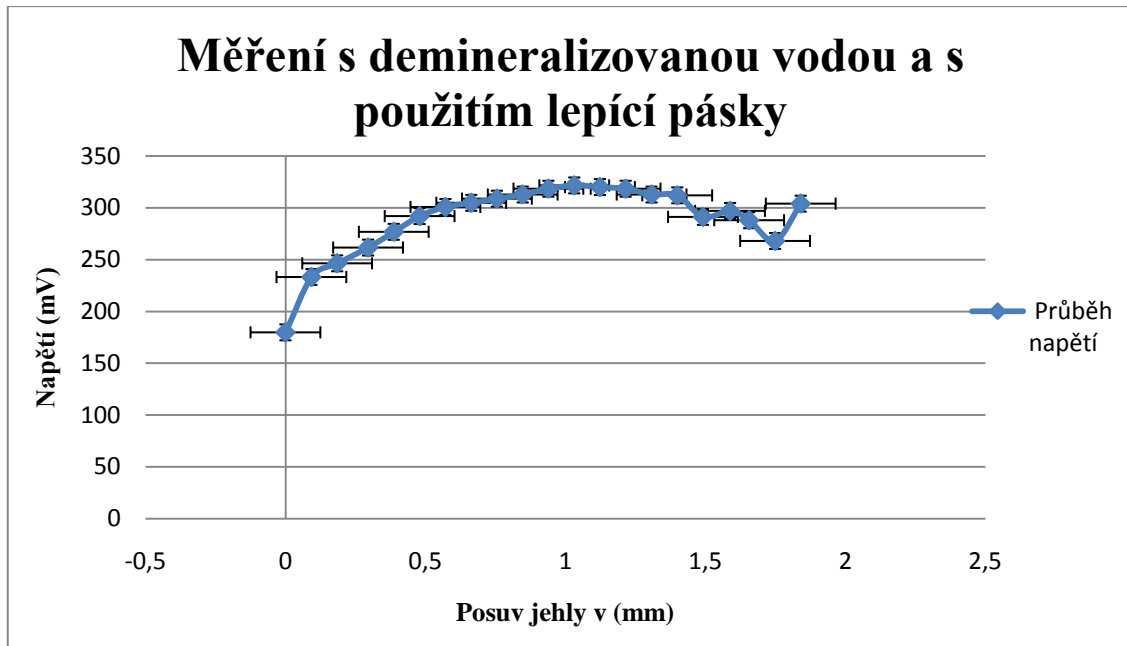
2.3.3 DOPROVODNÝ EXPERIMENT S VODOU

Doprovodný experiment spočíval v ověření předpokladů, zda sonda s vnější elektrodou tvoří galvanický článek. Testování se provádělo s demineralizovanou vodou. Na tyč byla nalepena izolační lepicí páska, aby se sonda, kapka vody a vnější elektroda vzájemně nedotýkaly mezi sebou.

V laboratoři byla teplota 23 ± 1 °C a relativní vlhkost vzduchu 28 ± 1 %. Pro statistické vyhodnocování výsledků bylo provedeno celkově 5 měření bez elektrického pole. Výsledné hodnoty ze všech měření jsou zprůměrované a uvedené v tab. 3. Hodnoty v tabulkách a grafech z každého samostatného měření jsou v příloze na CD spolu s diplomovou prací.

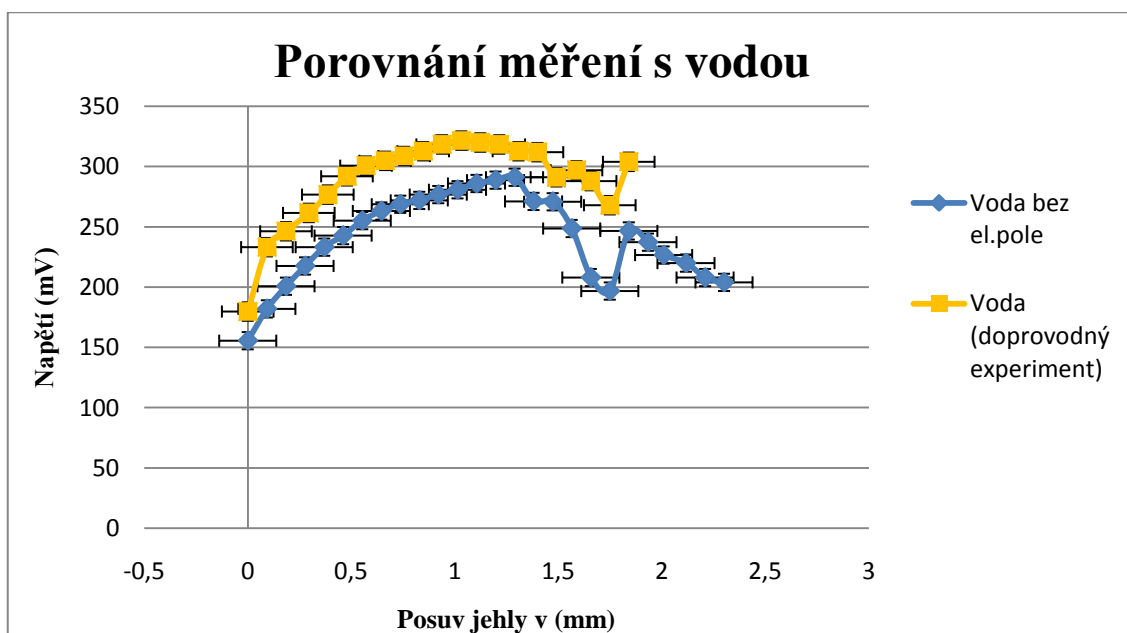
Měření s demineralizovanou vodou a s použitím lepicí pásky	
Posuv jehly (mm)	Napětí (mV)
0	179,8
0,092768	233,2
0,184722	246,4
0,29515	261,6
0,386938	276,8
0,479357	292
0,571486	300,8
0,663757	304,8
0,755467	308,8
0,84755	312,8
0,939352	318,4
1,031706	321,6
1,12349	320
1,215141	318,4
1,307992	312,8
1,399642	312
1,491536	291,2
1,588231	297
1,656541	288
1,749139	268
1,840736	304

Tab. 3: Měření s demineralizovanou vodou a s použitím lepicí pásky



Obr. 19: Měření s demineralizovanou vodou a s použitím lepící pásky

Jak je možné pozorovat na Obr. 19, použití lepící pásky při testování demineralizované vody nemělo žádný vliv na počáteční hodnotu napětí. Na dalším Obr. 20 je znázorněn graf, ve kterém je uvedeno porovnání obou měření, tedy měření demineralizované vody bez použití lepící pásky a bez elektrického pole a následně měření demineralizované vody s použitím lepící pásky a bez elektrického pole. Na tomto grafu je velmi dobře vidět, že hodnoty napětí obou měření jsou podobné.



Obr. 20: Porovnání měření s vodou

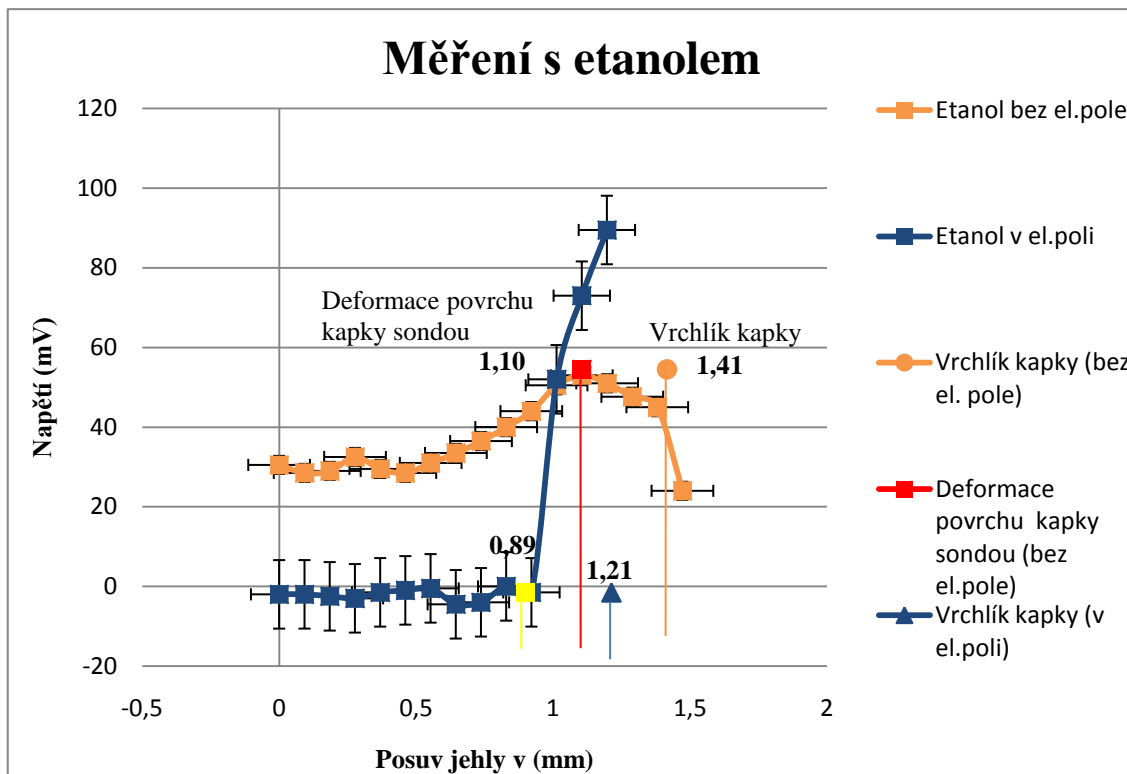
2.3.4 MĚŘENÍ S ETANOLEM

Jak už bylo zmíněno v kapitole 1.3.3, v této diplomové práci byl použit lihový čistič VORTEX. Minimální obsah alkoholu 95%.

Laboratorní podmínky měření jsou totožné jako u PVB, protože etanol a polyvinylbutyral byly testované ve stejný den. Teplota se tedy pohybovala v rozmezí $24,7 \pm 1$ °C, relativní vlhkost vzduchu byla $27,1 \pm 1$ %, napětí na kolektoru zařízení bylo nastaveno na 30 kV. Pro statistické vyhodnocování výsledků byl proveden tentýž počet měření jako u polymerních roztoků, to znamená 8 měření v elektrickém poli a 8 měření bez elektrického pole. Výsledné hodnoty z obou měření jsou zprůměrované a uvedené v tab. 4. Hodnoty v tabulkách a grafech z každého samostatného měření jsou v příloze na CD spolu s diplomovou prací.

Měření s etanolem v elektrickém poli		Měření s etanolem bez elektrického pole	
Posuv jehly (mm)	Napětí (mV)	Posuv jehly (mm)	Napětí (mV)
0	-2	0	30,5
0,092681	-2	0,093124	28,5
0,184679	-2,5	0,185104	29
0,276716	-3	0,277127	32,5
0,368937	-1,5	0,369481	29,5
0,460756	-1	0,460811	28,5
0,552897	-0,5	0,553302	31
0,644969	-4,5	0,645305	33,5
0,736842	-4	0,737095	36,5
0,828906	0	0,828978	40
0,921127	-1,5	0,920621	44
1,012848	52	1,012808	50,5
1,104934	73	1,105012	53
1,196564	89,5	1,197541	51
		1,289288	47,6
		1,380566	45
		1,47238	24

Tab. 4: Měření s etanolem



Obr. 21: Měření s etanolem

V případě měření bez elektrického pole:

- výška kapky 1,41 mm;
- pozorovaná deformace povrchu kapky sondou 1,10 mm.

V případě měření v elektrickém poli:

- výška kapky 1,21 mm;
- pozorovaná deformace povrchu kapky sondou 0,89 mm.

Změny napětí naměřeného při testování etanolu v elektrickém poli a bez elektrického pole zachycené na Obr. 21. Získané hodnoty dvou pokusů jsou velmi rozdílné. Testování bez elektrického pole ukázalo, že do chvíle, kdy sonda začala deformovat povrch kapky, je možné pozorovat zpočátku malé skoky napětí a poté pozvolné zvyšování napětí. Hned po deformaci následuje mírný pokles napětí. To může být způsobeno tím, že zvolený denaturovaný etanol (kvasného původu) nemá koncentraci 100 %.

Hodnoty naměřené v elektrickém poli vypadají výrazně jinak. Napětí se pohybuje v záporných hodnotách a v okamžiku pozorované deformace povrchu kapky je vidět prudké zvýšení napětí.

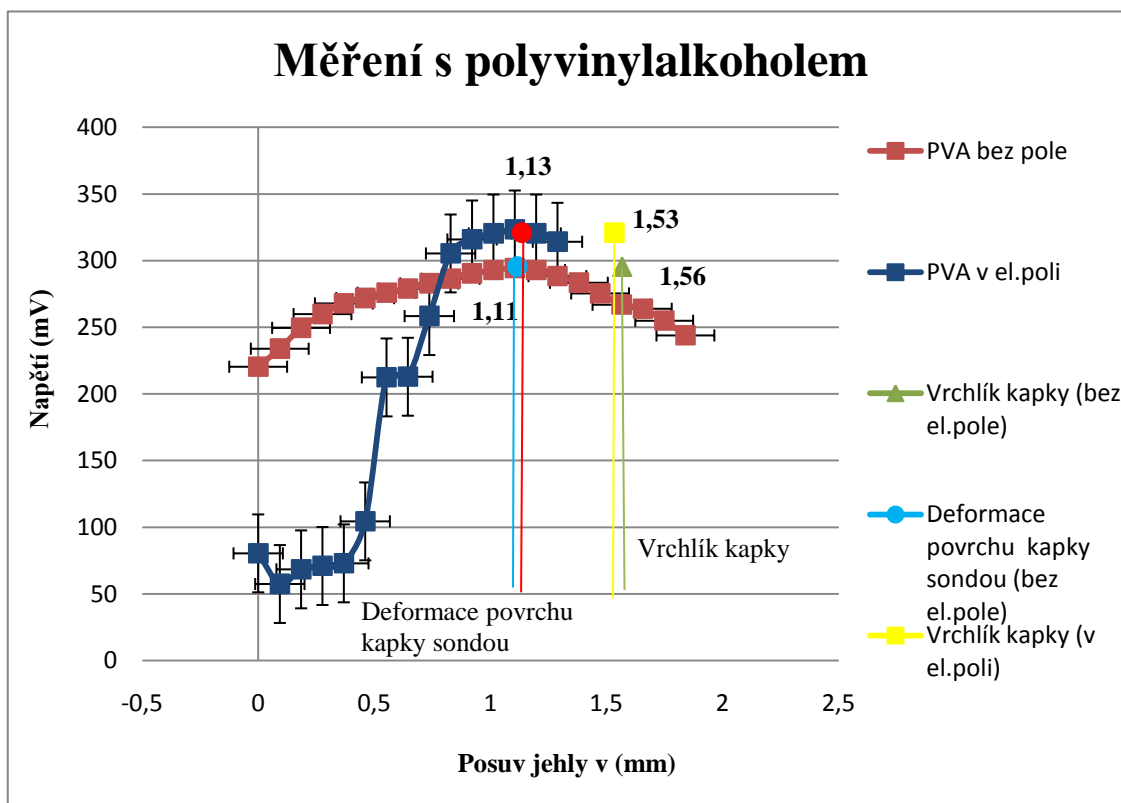
2.3.5 MĚŘENÍ S POLYVINYLALKOHOLEM

Koncentrace roztoku byla zvolena 10 % hm. Po dobu měření se teplota v laboratoři pohybovala v rozmezí $23,5 \pm 1$ °C, relativní vlhkost vzduchu 28 ± 1 %, napětí na kolektoru 30 kV.

Bylo provedeno celkem 8 měření v elektrickém poli a 8 měření bez elektrického pole. Výsledné hodnoty z obou měření jsou zprůměrované a uvedené v tab. 5. Hodnoty v tabulkách a grafech z každého samostatného měření jsou v příloze na CD spolu s diplomovou prací.

Měření s PVA v elektrickém poli		Měření s PVA bez elektrického pole	
Posuv jehly (mm)	Napětí (mV)	Posuv jehly (mm)	Napětí (mV)
0	80,5	0	220,5
0,09334	57,5	0,09286	234
0,184796	68,5	0,18467	249,6
0,27684	71	0,277021	260
0,368992	73	0,368972	268
0,460992	104,5	0,460796	272
0,552831	212,5	0,552978	276
0,644799	213	0,644702	279
0,737098	258,5	0,736946	283
0,828845	305,5	0,82909	286,5
0,921265	316	0,920891	290,5
1,013394	320,5	1,012837	293
1,105438	323,5	1,105231	294,5
1,197383	320,5	1,196946	293
1,289196	314,25	1,288966	288,5
		1,381383	283,5
		1,472725	275,5
		1,564923	267
		1,656805	264
		1,748978	255
		1,840276	244

Tab. 5: Měření s PVA



Obr. 22: Měření s PVA

V případě měření bez elektrického pole:

- výška kapky 1,56 mm;
- pozorovaná deformace povrchu kapky sondou 1,11 mm.

V případě měření v elektrickém poli:

- výška kapky 1,53 mm;
- pozorovaná deformace povrchu kapky sondou 1,13 mm.

Graf, uvedený na Obr. 22, znázorňuje data získaná při testování PVA v elektrickém poli a bez elektrického pole. Jak je vidět z grafu, hodnoty měření v poli a bez pole se liší. Při měření bez elektrického pole napětí postupně narůstá až do okamžiku, kdy jehla protne povrch kapky. Po deformaci povrchu kapky sondou napětí pomalu začíná klesat. Oproti tomu hodnoty naměřené v elektrickém poli se lišily tím, že na začátku zvedání sondy napětí pomalu narůstalo, ale přibližně uprostřed kapky se skokem zvýšilo.

2.3.6 MĚŘENÍ S POLYVINYL BUTYRALEM

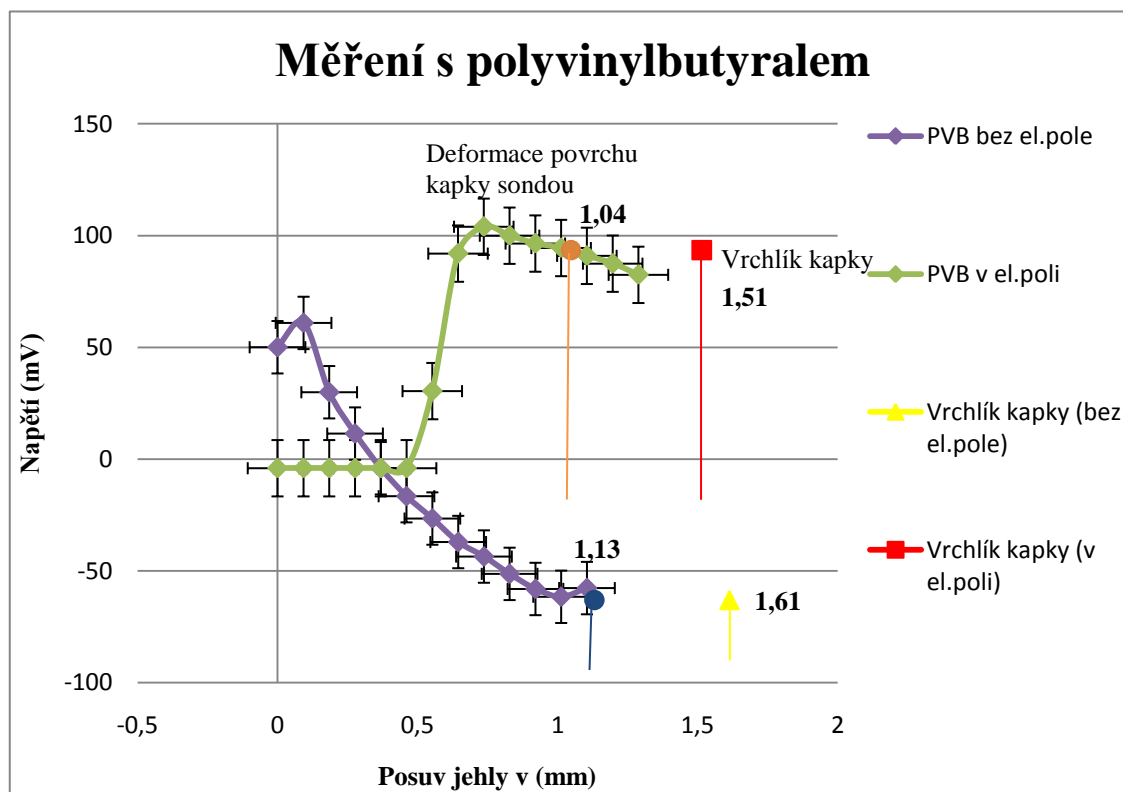
Následně po polyvinylalkoholu rozpustném ve vodě, byl testován polymer rozpustný v etanolu. Pro experiment byl připraven roztok PVB o hmotnostní koncentraci 10 %. Teplota v laboratoři se pohybovala v rozmezí $24,7 \pm 1$ °C, relativní vlhkost vzduchu byla $27,1 \pm 1$ %, napětí na kolektoru bylo 30 kV.

Stejně jako při měření s PVA bylo i zde provedeno celkově 8 měření v elektrickém poli a 8 měření bez elektrického pole. Ale na rozdíl od předchozích měření PVA, etanolu a demineralizované vody trvalo měření PVB mnohem delší dobu, protože po každém posuvu jehly přibližně o desetinu milimetru byla zhotovena čerstvá kapka PVB. A to kvůli tomu, že přibližně po 2 minutách povrch kapky roztoku polyvinylbutyralu zasychal.

Výsledné hodnoty z obou měření jsou zprůměrované a uvedené v tab. 6. Hodnoty v tabulkách a grafech z každého samostatného měření jsou v příloze na CD spolu s diplomovou prací.

Měření s PVB v elektrickém poli		Měření s PVB bez elektrického pole	
Posuv jehly (mm)	Napětí (mV)	Posuv jehly (mm)	Napětí (mV)
0	-4	0	50,1
0,09302	-4	0,09308	61
0,18475	-4	0,18465	30
0,27687	-4	0,27696	11,5
0,3688	-4	0,36894	-4
0,461	-4	0,46054	-16,5
0,55273	30,5	0,55302	-26,5
0,64461	92	0,64534	-37
0,73664	104	0,7372	-43,5
0,82866	100	0,82881	-51,2
0,9207	96,5	0,92119	-58
1,01275	94,5	1,01294	-61,5
1,10474	91	1,10508	-57,6
1,19704	87,5		
1,28879	82,5		

Tab. 6: Měření s PVB



Obr. 23: Měření s PVB

V případě měření bez elektrického pole:

- výška kapky 1,61 mm;
- pozorovaná deformace povrchu kapky sondou 1,13 mm.

V případě měření v elektrickém poli:

- výška kapky 1,51 mm;
- pozorovaná deformace povrchu kapky sondou 1,04 mm.

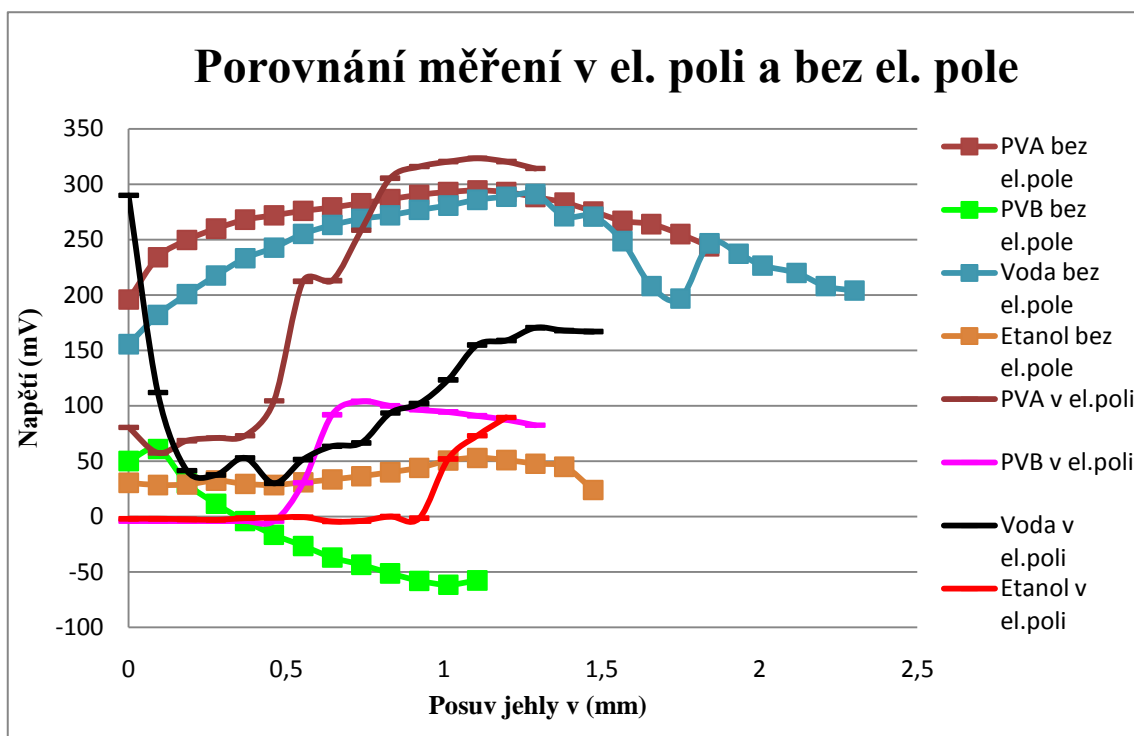
Hodnoty napětí získané z měření PVB je zcela opačné v elektrickém poli a bez elektrického pole (viz Obr. 23).

Nejdříve bylo prováděno měření roztoku bez elektrického pole a byl zaznamenáván mírný pokles napětí při zvedání sondy skrz kapku.

Při měření roztoku PVB v elektrickém poli hodnoty napětí vykazovaly na začátku zvedání sondy stále stejnou úroveň napětí. Razantnější nárůst napětí nastal až před tím, jak sonda deformovala povrch kapky. Poté napětí mírně začalo klesat.

2.3.7 POROVNÁNÍ VŠECH MĚŘENÍ

Na dalším obrázku číslo 24 je znázorněno porovnání všech hodnot měření v elektrickém poli a bez elektrického pole s roztoky PVA a PVB, etanolem a demineralizovanou vodou.



Obr. 24: Porovnání měření v el. poli a bez el. pole

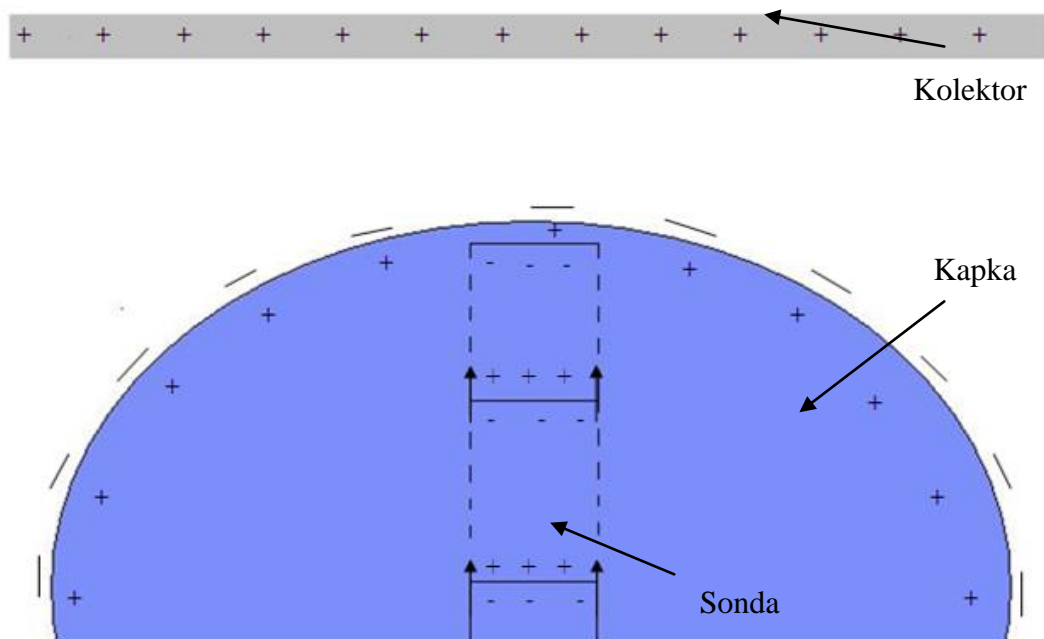
Jak je vidět z grafu, měření s roztokem PVA, který je rozpustný ve vodě a u hodnot naměřených u demineralizované vody se vyskytuje skoro stejná tendence průběhu hodnot při měření bez elektrického pole (PVA bez el. pole – vínově červená křivka s čtverečky; voda bez el. pole – modrá křivka). Průběhy hodnot naměřené u PVA a vody v elektrickém poli (PVA v el. poli – vínově červená křivka; voda v el. poli – černá křivka) jsou též velmi podobné.

Dále byly porovnány výsledky experimentu provedené s etanolem a s PVB, který byl rozpuštěn v etanolu. V obou případech je dobře vidět, jak PVB tak i etanolu, jsou hodnoty napětí mnohem menší než u roztoku PVA a vody při měření bez elektrického pole a v elektrickém poli.

Podobnost průběhů napěťových hodnot měření roztoku PVB a etanolu je méně výrazná při měření bez elektrického pole (PVB bez el. pole – světle zelená křivka; etanol bez el. pole – hnědá křivka). To může být způsobeno například tím, že použitý etanol nemá koncentrací 100 % a obsahuje určité procento vody. Hodnoty naměřené

v elektrickém poli u PVB a etanolu vypadají skoro stejně (PVB v el. poli – růžová křivka; etanol v el. poli – červená křivka).

Charakteristickým rysem experimentů prováděných bez elektrického pole je to, že průběhy všech hodnot jsou doprovázeny postupným nárůstem nebo naopak postupným poklesem. Na rozdíl od měření v elektrickém poli, je dobře vidět, že u všech druhů použitých kapalin (čista voda, etanol 95 %, roztok PVA a roztok PVB) byly zaznamenávány rychlé změny (skoky) hodnot napětí. To zase může znamenat, že posunem sondy skrz kapku detekujeme elektricky nabitě vrstvy v polymerním roztoku. (viz Obr. 25)



Obr. 25: Schéma vytažení sondy

3. ZÁVĚR

Cílem této práce bylo sestavení pokusného zařízení pro detekci chování polymerních makromolekul v silném elektrickém poli při elektrickém zvlákňování; dalším cílem bylo otestovat vybrané polymerní roztoky (PVA a PVB), etanol a demineralizovanou vodu s cílem porozumění dějů, které nastávají v kapce polymerního roztoku při elektrickém zvlákňování. Výsledky ze všech měření byly vzájemně porovnány.

Sestavený přístroj poskytuje opakovatelné záznamy. Provedené experimenty ukázaly značné rozdíly v chování polymerních roztoků ve vnějším elektrickém poli a bez elektrického pole, a to jak v případě polymerních roztoků (polyvinylalkoholu a polyvinylbutyralu) tak i v případě etanolu a demineralizované vody (viz Obr.:18 – 23).

Dále experimenty prokázaly silnou závislost na použité kapalině. Průběh měřených hodnot elektrického potenciálu v kapce PVA, který byl rozpuštěn ve vodě, je velmi podobný hodnotám získaným u čisté vody. Měřené hodnoty elektrického potenciálu v kapce PVB rozpuštěného v etanolu a získané v elektrickém poli mají skoro stejný průběh jako hodnoty získané u 95 % etanolu v elektrickém poli, což je vidět na Obr. 24.

Z měření v elektrickém poli je dobře vidět, že u všech druhů použitých kapalin (čistá voda, etanol 95 %, roztok PVA a roztok PVB) byly zaznamenávány rychlé změny (skoky) hodnot napětí. To zase může znamenat, že pohybem sondy skrz předpokládané elektricky nabitě vrstvy v polymerním roztoku detekujeme jejich polohu a rozměry. (viz Obr. 25)

V člancích, které jsou popsány v kapitole 1.4.2, se Debyeova vrstva měří a odhaduje zcela jinými postupy, než metodou popsanou v této diplomové práci. Experiment, kterým se zabývám v této diplomové práci je založen na přibližování dvou elektrických dvouvrstev vznikajících kolem hrotu detekční jehly a u povrchu kapky.

Chyby do experimentu mohl vnést lidský faktor, a to hlavně z důvodu použití ručního pohonu kvůli omezení elektrického rušení signálu. Mohly být způsobeny také nedokonalostí detekčního zařízení, jelikož se jednalo o první přístroj tohoto typu. Je však třeba zdůraznit, že tato práce je první prací, jenž ukazuje novou metodu v odhalování jevů, které nastávají v kapalině v silném elektrickém poli a i přes své nedostatky bude jistě přínosem pro další výzkum.

Tato práce by mohla být dále východiskem pro další studium chování polymerních makromolekul v silném elektrickém poli. Podkladem pro další práci poslouží možnost zlepšení přístrojů. Například umožnit posuv sondy po celé ploše kapky (vícebodové měření), zajištění pohonu jehly elektrickým motorkem, zautomatizování celého zařízení a sběr dat. Dále je možné také otestovat různé nízké molární koncentrace NaCl ve vodě. Tyto pokusy nebylo možné v této diplomové práci realizovat jak z časových důvodů, tak i vzhledem k náročnosti celé práce.

Na základě provedených experimentů a dosažených výsledků je možné konstatovat, že byla ověřena nová metodika pro detekci chování polymerních makromolekul v silném elektrickém poli.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1]. COLLTEC, dostupné z WWW:
http://www.colltec.de/Home_english/home_english.html, [citace 17. 03. 2015]
- [2]. CSCA (Krystalografická společnost), dostupné z WWW:
<http://www.xray.cz/kfkl-osa/eng/zetasizer/zeta.htm>, [citace 22. 03. 2015]
- [3]. DUCHÁČEK, V.: *Polymery*, Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, Praha 2011
- [4]. ELMARCO, *Obrázek 3.*, dostupné z WWW:
<http://www.elmarco.com/gallery/technology/> [citace 02. 03. 2015]
- [5]. HORAISOVÁ, J.: *Smáčení polymerních vrstev vyrobených elektrostatickým zvlákňováním*, bakalářská práce, Technická univerzita v Liberci, Liberec 2011
- [6]. Chemický web, dostupné z WWW: <http://canov.jergym.cz/ph/ph.html>, [citace 12. 03. 2015]
- [7]. JELÍNEK P., HAPALA P., CHÁB V.: *Rastrovací tunelová mikroskopie*, Vesmír 89, 2010
- [8]. JIRSÁK O., KALINOVÁ K.: *Netkané textilie*, Technická univerzita v Liberci, Liberec 2003
- [9]. KAMPF, N., BEN-YAAKOV, D., ANDELMAN, D., SAFRAN, S. A., KLEIN, J.: *Direct Measurement of Sub-Debye-Length between Oppositely Charged Surfaces*, Raymond and Beverly Sackler School of Physics and Astronomy, Israel 2009
- [10]. KOŠŤÁKOVÁ, E.: *Parametry ovlivňující proces elektrostatického zvlákňování*, 2. přednáška, Technická univerzita v Liberci, Liberec 2013
- [11]. KOŠŤÁKOVÁ, E.: *Úvod do elektrostatického zvlákňování*, 5 přednáška, Technická univerzita v Liberci
- [12]. KUBÁNEK, T.: *Ověření výsledků měření průběhu elektrického proudu kapalinovou tryskou při elektrostatickém zvlákňování a rozšíření měření na jiné polymerní materiály*, diplomová práce, Technická univerzita v Liberci, Liberec 2010
- [13]. KUMAR, B., CRITTENDEN, S.: *Stern potential and Debye length measurements in dilute ionic solutions with electrostatic force microscopy*, University of South Carolina, Columbia 2013

- [14]. LECCOS, *Elektroforéza*, dostupné z WWW:
<http://leccos.com/index.php/clanky/elektroforeza> [citace 10. 03. 2015]
- [15]. MARK, JAMES, E.: *Polymer data handbook*, Oxford University Press, New York 2009
- [16]. MARTINOVÁ, L.: *Průvodce studiem netkaných textilií*, Technická univerzita v Liberci, Liberec 2003
- [17]. *Obrázek 15.*, dostupné z WWW: http://mzpo.com.ua/uploads/posts/2010-10/1286286966_ds1102c.jpg [citace 07. 03. 2015]
- [18]. PRIEVE, D. C., HOGGARD, J. D, SIDES R. Fu, P. J., BETHEA R.: *Two Independent Measurements of Debye Lengths in Doped Nonpolar Liquids*, Carnegie Mellon University, Pittsburgh, Pennsylvania 2007
- [19]. PROBSTEIN, R.F.: *Physicochemical hydrodynamics: An Introduction*, Wiley and Sons, New York 1994
- [20]. RIGOL, dostupné z WWW: <http://www.rigol.eu/products/digital-oscilloscopes/ds1000e/> [citace 12. 02. 2015]
- [21]. RŮŽIČKOVÁ, J.: *Elektrostatické zvlákňování nanovláken*, Technická univerzita v Liberci, 2006
- [22]. TRUHANOVÁ, A.: *Průběh elektrického proudu vláknem polymerního roztoku při elektrostatickém zvlákňování*, diplomová práce, Technická univerzita v Liberci, Liberec 2008
- [23]. VACULKA, T.: *Zobrazování biologických struktur užitím mikroskopie atomárních sil*, diplomová práce, Univerzita Tomáše Bati v Zlíně, Zlín 2012
- [24]. VŠCHT, *Stanovení ζ - potenciálu a elektroosmotické mobility v mikrofluidním čipu*, dostupné z WWW: fchi.vscht.cz/files/uzel/0010367/ZP.pdf [citace 22. 03. 2015]
- [25]. VŠCHT: *Elektrokinetický potenciál*, dostupné z WWW:
http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_es-001/hesla/elektrokineticky_potencial.html [citace 22. 03. 2015]
- [26]. VŠCHT: *Makromolekulární klubko*, dostupné z WWW:
http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_es-001/hesla/makromolekularni_klubko.html [citace 30. 03. 2015]

- [27]. VŠCHT: *Roztoky makromolekul*, dostupné z WWW:
http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_es-001/hesla/roztoky_makromolekul.html
[citace 30. 03. 2015]
- [28]. ZAHŘÁDKOVÁ, S.: *Příprava nanovlákněných vrstev pomocí electrospinningu*,
Gymnázium v Brno – Řečkovice, Brno 2012
- [29]. ZEVAR, dostupné z WWW: <http://www.zevalar.cz/cs/produkty/zevar-produkty/lihove-vyrobky/04-lihova-redidla/vortex-lihove-edidlo->,
[citace 22. 03. 2015]