

Studium možností zobrazení vnitřní struktury polymerního roztoku v silném elektrickém poli

Diplomová práce

Studijní program:

N3106 Textilní inženýrství

Studijní obor:

Netkané a nanovláknenné materiály

Autor práce:

Bc. Eva Jarošová

Vedoucí práce:

doc. Ing. Pavel Pokorný, Ph.D.

Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů





Zadání diplomové práce

Studium možností zobrazení vnitřní struktury polymerního roztoku v silném elektrickém poli

Jméno a příjmení: **Bc. Eva Jarošová**
Osobní číslo: T19000007
Studijní program: N3106 Textilní inženýrství
Studijní obor: Netkané a nanovláknenné materiály
Zadávací katedra: Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů
Akademický rok: **2020/2021**

Zásady pro vypracování:

1. Proveďte rešerši základů elektrického zvlákňování s přihlédnutím na chování makromolekulárních v silných elektrických polích.
2. Na základě rešerše navrhnete metodiku kvalitativního studia chování makromolekul v elektrických polích v podmínkách hladinového elektrického zvlákňování.
3. Navrhnete a zkonstruuje zařízení pro testování navržené metodiky.
4. Navrženou metodiku otestujete na zkonstruovaném zařízení.
5. Výsledky diskutujete a navrhnete další opatření.

Rozsah grafických prací:
Rozsah pracovní zprávy:
Forma zpracování práce:
Jazyk práce:

dle potřeby dokumentace
40-60 dle potřeby
tištěná/elektronická
Čeština



Seznam odborné literatury:

- [1] MORAWETZ, H.: Chování makromolekul v roztoku, Academia, Praha, 1971.
- [2] KREBSOVÁ, M.: Nauka o polymerech, VŠST Liberec, 1978.
- [3] SIROTINSKY, L.I. a kol.: Technika vysokého napětí, 1. vyd., Praha, SNTL, 1956.
- [4] YUDAKHINA, I.: Modernizace a automatizace zařízení pro detekci elektricky nabitých vrstev v polymerních roztocích, diplomová práce, Fakulta textilní TUL, 2017.

Vedoucí práce:

doc. Ing. Pavel Pokorný, Ph.D.
Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů

Datum zadání práce:

1. listopadu 2020

Předpokládaný termín odevzdání:

28. května 2021

doc. Ing. Vladimír Bajzík, Ph.D.
děkan

L.S.

Ing. Jiří Chvojka, Ph.D.
vedoucí katedry

V Liberci dne 1. listopadu 2020

Prohlášení

Prohlašuji, že svou diplomovou práci jsem vypracovala samostatně jako původní dílo s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé diplomové práce a konzultantem.

Jsem si vědoma toho, 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 nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu Technické univerzity v Liberci.

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

Současně čestně prohlašuji, že text elektronické podoby práce vložený do IS/STAG se shoduje s textem tištěné podoby práce.

Beru na vědomí, že má diplomová práce bude zveřejněna Technickou univerzitou v Liberci v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů.

Jsem si vědoma následků, které podle zákona o vysokých školách mohou vyplývat z porušení tohoto prohlášení.

27. května 2021

Bc. Eva Jarošová

Poděkování

Tímto bych chtěla poděkovat panu doc. Ing. Pavlu Pokornému, Ph.D. za neuvěřitelnou podporu a trpělivost během tvorby této práce.

Obsah

Poděkování	1
Použité zkratky:	8
Abstrakt:	9
Abstract:.....	10
1. Polymery.....	12
1.1. Rozdělení polymerů	12
1.1.1. Dělení polymerů z fyzikálního hlediska	12
1.1.2. Dělení polymerů z chemického hlediska	13
2. Metody výroby nanovláknenných vrstev.....	13
2.1. Teorie elektrického zvlákňování v homogenním poli.....	14
2.1.1. Elektrické pole	14
2.1.2. Zvlákňování v elektrickém poli	15
3. Optické vlastnosti polymerních látek	16
3.1. Fotometrie a polarizace světla.....	16
3.2. Fotometrie	16
3.3. Polarizace světla	16
3.4. Využití polarizace světla polymerů v LCD displeji.....	17
3.4.1. Tekuté krystaly.....	17
3.4.2. Struktura a princip fungování LCD displeje.....	18
4. Mikroskopie	20
4.1. Optický mikroskop	20
4.2. Interference světla.....	22
4.3. Metody pozorování.....	23
4.4. Polarizační mikroskopie	24
5. Materiál a metody	27
5.1. Použité chemikálie.....	27
5.2. Přístroje a programy	27
5.3. Simulace experimentu	32
5.4. Příprava roztoků.....	34
5.5. Příprava a postup experimentu	37
6. Výsledky a diskuse	46
7. Použitá literatura	47



Použité zkratky:

PVB – polyvinylbutyral

PA6 – polyamid 6 (nylon 6)

PCL – polykaprolakton

PMMA – polymethylmethakrylát

PS – polystyren

CAD – computer aided design



Abstrakt:

V této práci je studována změna uspořádání makromolekul v roztoku polymeru. Předmětem zkoumání je změna vnitřní struktury polymerního roztoku během elektrického zvlákňování a návrh metodiky zkoumání těchto jevů pomocí polarizační mikroskopie.

Pro sledování těchto změn je zde navržen postup za použití optického polarizačního mikroskopu s měřícím přípravkem a zdroje vysokého napětí. Použití polarizovaného světla pravděpodobně umožní zviditelnit změny v koncentraci polymerního roztoku vlivem elektrického pole.

Klíčová slova: polymery, polymerní roztoky, elektrické zvlákňování, polarizační mikroskopie, polarizované světlo



Abstract:

This thesis studies changes of macromolecular arrangement in polymer solution. The field of study is the change of the internal structure in polymer solution during the process of electrospinning and the suggestion of method for examining this phenomenon using polarization microscopy.

The proposed procedure used for monitoring there changes is realized with an optical polarization microscope, a measuring agent and a high-voltage source. Using a polarized light will probably make visible the changes of a concetration in a polymer solution caused by the influence of an electric field.

Key words: polymers, polymer solution, electrospinning, polarization microscopy, polarized light



Úvod:

Metoda electrospinning je v současné době nejpoužívanějším postupem zejména pro výrobu nanovláknenných vrstev. Vznikající vláknenná vrstva se skládá z vláken různých průměrů od nanometrů až po mikrometry. Cílem tvorby takové vrstvy je vytvořit materiál obsahující vlákna s velmi malými průměry, nejlépe do desítek nanometrů. Čím menší je průměr vláken v takové vrstvě, tím větší je měrný povrch takového materiálu.

Kromě měrného povrchu má zmenšující se průměr vláken také vliv na zmenšující se velikost póru, což je výhoda zejména při filtraci, na druhou stranu se tím však snižuje prodyšnost materiálu.

V současnosti není možné při výrobě nanovláknenných vrstev cíleně ovlivňovat průměr vznikajících vláken. Vlákna vznikají samovolně na základě rozdílných elektrických potenciálů mezi zvláknovací elektrodou a kolektorem.

Tato práce je zaměřená na počátky řešení problému vrstev s rozdílnými průměry vláken. Je to však jen začátek celé cesty. Zaměřuje se na možnosti zobrazení makromolekul v polymerním roztoku ještě před začátkem zvláknování polymeru. Právě předpokládané uspořádání makromolekul na povrchu polymerních roztoků by mohlo být klíčem k hlubšímu pochopení dějů před vznikem zvláknování.



Teoretická část

1. Polymery

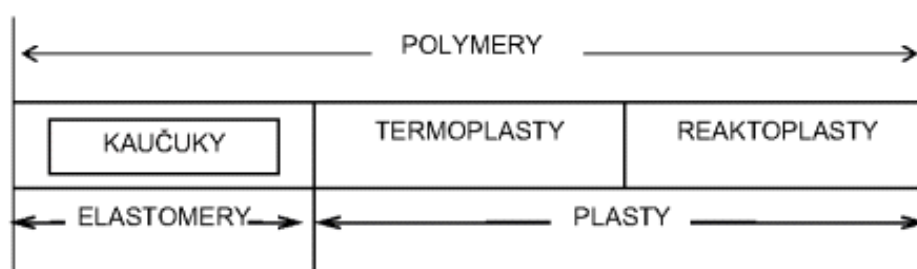
Polymery jsou makromolekulární látky, které se většinou skládají z vodíku, uhlíku a kyslíku. Dalším velmi častým prvkem v polymerech je dusík či chlór. Skládají se z makromolekul a jejich molekulová hmotnost je v řádech desítek tisíc až miliónů jednotek, což je několikanásobně vyšší hodnota než u běžných, nízkomolekulárních látek. Prvotní inicializační molekula neboli monomer, musí splňovat určité parametry, aby bylo možné makromolekulu vytvořit, a těmi jsou buď přítomnost dvojné vazby, nebo cyklická molekula. Rozlišujeme tři základní typy chemických rovnic vedoucích ke vzniku polymeru a těmi jsou polyadice, polykondenzace a polymerace (Ducháček, 2006).

1.1. Rozdělení polymerů

Polymery můžeme rozdělit na základě jejich fyzikálních vlastností či chemického složení.

1.1.1. Dělení polymerů z fyzikálního hlediska

Z fyzikálního hlediska a dle mechanických vlastností dělíme polymerní látky na elastomery neboli kaučuky, a plasty, které dále dělíme na termoplasty a reaktoplasty (Ducháček, 2006). Toto rozdělení je názorně zobrazeno na obr. č. 1.



Obr. č. 1: Rozdělení polymerů na základě fyzikálních vlastností, převzato z (Ducháček, 2006)

Elastomery jsou velmi pružné polymery, které se po působení síly a jejím následném uvolnění velmi rychle vrací do původního stavu buď s žádnou, nebo jen velmi malou zbytkovou deformací. V případě pryže se jedná o vulkanizovaný elastomer, což znamená, že takový elastomer má propojené jednotlivé řetězce atomy síry. Speciálním materiálem je termoplastický elastomer (TPE), který má za pokojové teploty vlastnosti shodné s pryží, ale je možné ho zpracovávat jako termoplast (Ducháček et al., 1997).



Plasty nazýváme polymery, které jsou za normálních podmínek tvrdé a křehké. Za zvyšování teploty plasty měknou a stávají se tvárnými. Pokud je tato změna vratná, jedná se o termoplasty. V případě reaktoplastů se jedná o změnu trvalou, jelikož dochází k chemické reakci uvnitř polymeru (*Ducháček, 2006*).

1.1.2. Dělení polymerů z chemického hlediska

Polymery můžeme rozdělit na základě jejich chemického složení na přírodní a syntetické. Přírodní jsou biologické deriváty proteinů (např.: kolagen nebo želatina) nebo polysacharidů (např.: chitin nebo celulóza). Přírodní polymery jsou tedy deriváty přírodních struktur, oproti tomu syntetické polymery se vyrábějí z nízkomolekulárních látek, například z uhlí nebo ropy. Na základě jejich chemické struktury a uspořádání jednotlivých molekul se dají tedy ovlivňovat jejich mechanické a fyzikální vlastnosti (*Godavitarne et al., 2017*).

2. Metody výroby nanovláknenných vrstev

K definici nanovláken se nejčastěji používá tvrzení, že jeden rozměr vláken nepřesáhne rozměr 10 nm, obvykle je to průměr vlákna (*Charakteristika nanovláken, 2017*). To je ale nedostižný ideál, proto se v praxi za nanovláknena považují vlákna s průměrem od cca 50 nm do 900 nm. Správnější je v případě nanovláken mluvit o tzv. submikronových vláknech.

Nejpoužívanějšími postupy pro výrobu nanovláknenných vrstev jsou:

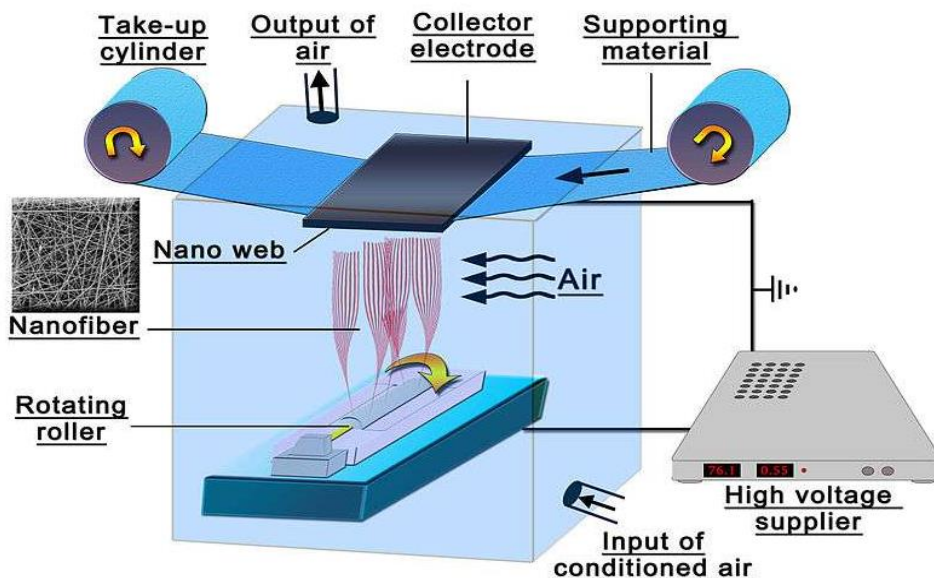
1. elektrospinning
2. forcespinning
3. melt – blown
4. drawing.

Vzhledem k tématu této práce bude nadále probírána a popisována pouze jedna metoda výroby nanovláknenných vrstev a tou je elektrospinning.

Elektrospinning využívá pro výrobu nanovláken vysoké napětí. Vytváří se rozdíl elektrického potenciálu a to v takové míře, aby došlo k vytvoření Taylorova kužele a z něj poté vlákna. Výrobní stroje se dělí na jehlové a bezjehlové. Při bezjehlovém zvlákňování dochází k tvorbě vláken z volné hladiny nebo z povrchu válce s tenkou vrstvou polymerního roztoku. Způsob zvlákňování byl nadále zkoumán a vyvíjen a v současné době se nejčastěji zvlákňování provádí ze struny (*technologie NANOSPIDERTM*).



U jehlového zvlákňování prochází polymerní roztok skrz jehlu k jejímu hrotu, odkud dochází ke vzniku vlákna. Používá se jedna či více jehel v různém uspořádání. U těchto postupů dochází k zachycování nanovláken na podkladovou textilii, kde dochází k tvorbě vlákněné vrstvy (Nayak, 2011). Na obr. č. 2 je znázorněno schéma výroby nanovlákněné vrstvy na přístroji NANOSPIDERTM.



Obr. č. 2: Elektrické zvlákňování na přístroji NANOSPIDERTM (převzato z Lukáš, 2009)

2.1. Teorie elektrického zvlákňování v homogenním poli

2.1.1. Elektrické pole

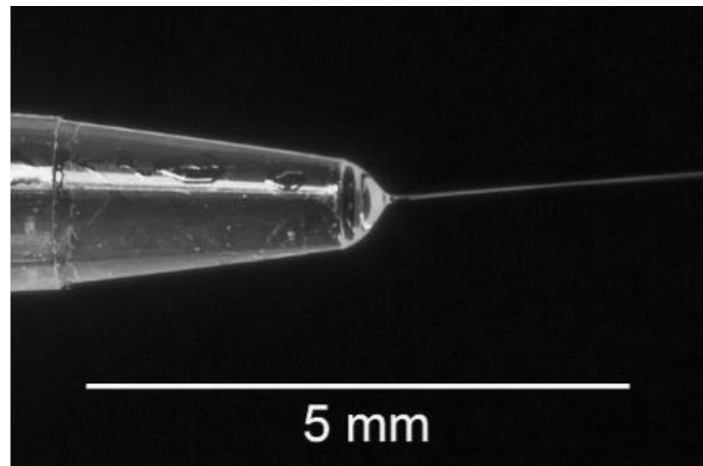
Mezi dvěma hladkými rovnoběžnými deskami dochází ke vzniku ideálního homogenního elektrostatického pole. Umístěním elektrod v ideální vzdálenosti h a při připojení napětí o velikosti U , vznikne mezi deskami intenzita elektrického pole E , která je stejná v celé ploše mezi elektrodami a dá se vypočítat jako:

$$E = \frac{U}{h} \cdot \mathbf{E}_0, \quad (1)$$

kde \mathbf{E}_0 popisuje jednotkový vektor, který směřuje od kladné elektrody k záporné. Pokud je na spodní zápornou elektrodu umístěn roztok polymeru a velikost napětí zvýšena tak, aby došlo k překonání povrchového napětí roztoku polymeru, dojde na povrchu roztoku k tvorbě kuželovitých útvarů, nazývaných Taylorovy kužely. Při dalším navyšování napětí se z Taylorových kuželů začínají tvořit nanovlákná,



které směřují ve tvaru přímky ke kolektoru na kladné elektrodě (Sodomka, 2009). Taylorův kužel je tedy prvním stadiem tvorby nanovláken z polymerního roztoku a je popsán na obr. č. 3.



Obr. č. 3: Taylorův kužel na povrchu kapky, převzato z (Wikipedia: Taylor Cone, 2008)

Teorie Taylorova kužele byla vypracována G. I. Taylorem v roce 1964 při řešení elektrostatického rozprašování. Základní charakteristikou je Taylorův úhel, který u vrcholu kužele svírá tečná rovina plochy s kolmicí vznikajícího vlákna. Hodnota Taylorova úhlu je rovna $\alpha_T = 49,3^\circ$ a lze teoreticky určit z výpočtu:

$$\alpha_T = \pi - \theta, \quad (2)$$

kde θ je úhel, který lze vypočítat pomocí Legendrova polynomu $P_{1/2}$, tvaru $P_{1/2}(\cos\theta)$. Taylorův kužel může vznikat, kromě zvlákňování v elektrickém poli, také překonáním viskoelastické a adhezní síly, povrchového napětí a vnitřního tření silou gravitační (Taylor, 1964).

2.1.2. Zvlákňování v elektrickém poli

Pro všechny metody zvlákňování je důležitým parametrem zvláknitelnost polymeru, ta je definována schopností roztoku polymeru vytvářet vlákna. Schopnost zvlákňování je v praxi souborem parametrů, které ji ovlivňují a dělí se na systémové a procesní (Růžičková, 2006).

Systémovými parametry jsou ty, které jsou definované zvlákňovaným polymerem. Řadí se mezi ně molekulová hmotnost, koncentrace roztoku, povrchové napětí, viskozita, hustota, viskoelastičita, rychlost odpařování rozpouštědla a teplota zvlákňování.

Intenzita elektrického pole, elektrická vodivost a proud, dielektrické vlastnosti roztoku či taveniny, vzdálenost kolektoru, rychlost pohybu kolektoru a parametry



okolního prostředí (vlhkost, teplota a rychlost vzduchu) jsou pak parametry procesní (Košťáková, 2013; Růžičková, 2006).

3. Optické vlastnosti polymerních látek

3.1. Fotometrie a polarizace světla

Optika je jednou z fyzikálních věd popisujících světelné záření, které je možné vnímat za pomoci zraku. Jedná se o nejdůležitější smysl, jelikož je zrakem vnímáno až 80 % všech vjemů. Obecná definice záření je šíření energie prostorem. Při upřesnění se jedná o energii, která se šíří i ve vakuu, nepotřebuje tedy pro přenos částice prostředí. Na základě rozdílného pohybu částic, tedy při rozdělení na látkové částice a částice pole, můžeme dělit i záření. V případě částicového (korpuskulárního) záření se jedná například o radioaktivní záření α a β nebo záření katodové. U částic pole se záření nazývá vlnové, jehož příkladem jsou elektromagnetické vlny (Vašek, 1973). Elektromagnetické záření je závislé na elektromagnetickém vlnění a nese s sebou hmotu. Mezi toto záření patří televizní a rozhlasové vlny, tepelné záření, infračervené, ultrafialové a viditelné světlo, rentgenové a γ záření a elektromagnetická část kosmického záření. Částicové záření s sebou nese hmotu, elektřinu, nebo obojí. Nejdůležitější společnou vlastností těchto záření je přenos zářivé energie v prostoru (Horák et al., 1961).

3.2. Fotometrie

Fotometrie se zabývá měřením účinků světla z různých světelných zdrojů. Jedná se o nauku, která se zabývá viditelným světlem a zaměřuje se na světelné záření a jeho vliv na zrakový orgán. Teorie fotometrie byla vytvořena na základě zkušeností, že světelné zdroje neosvětlují všechny předměty stejně (Kučera, 1915). Světelné zdroje jsou tělesa nebo látky vysílající zářivou energii v oblasti viditelného světla, tedy o vlnových délkách 380 – 760 nm. Primární (vlastní) zdroj je takový, kde světelné záření vzniká uvnitř struktury tělesa, patří sem např.: plamen, Slunce nebo žárovka. Sekundární zdroje odráží a rozptylují světlo, které na ně dopadá, asi nejznámějším příkladem je Měsíc, ale jedná se prakticky o všechny předměty. Ve fotometrii dělíme primární světelné zdroje na bodové a plošné (Horák et al., 1961). Bodový světelný zdroj má snazší matematický popis, ve skutečnosti se však většina světelných zdrojů řadí mezi plošné (Fotometrie, CUNI).

3.3. Polarizace světla

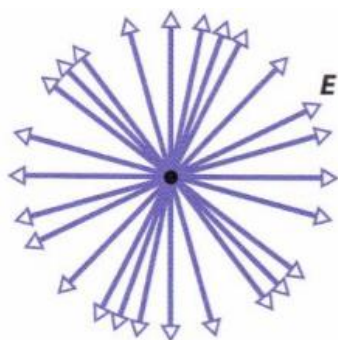
Jak bylo již uvedeno v předchozí kapitole, pro popis světla se používá jednotka zvaná vlnová délka λ , jejíž jednotky jsou nm a viditelné světlo se pohybuje v rozmezí 380 – 760 nm. Polarizace světla může být buď lineární, nebo kruhová. Pokud mluvíme o interakci světla a materiálu, kdy nedochází k jeho absorpci, je tato interakce popsána pomocí indexu lomu světla n , kde:



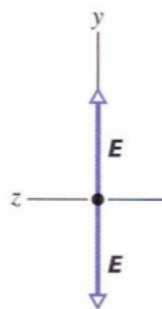
$$n(\lambda) = \frac{c}{c(\lambda)}. \quad (3)$$

Pro popis indexu lomu světla při lineární polarizaci se používá útvar zvaný indicatrix. Jedná se o elipsoid, jehož osy odpovídají indexu lomu světla v krystalu, přičemž jeho osy odpovídají směrům lomu světla. Indicatrix může být buď izotropní, biaxiální (dvouosý) nebo jednoosý a záleží na dielektrických vlastnostech použitého krystalu.

Běžné viditelné světlo kolem nás je většinou nepolarizované. Směr oscilace jeho elektrické intenzity je chaotické a jeho elektrické pole je vždy kolmé ke směru šíření vlny, mění však nahodile směr, kterým se šíří. Na obr. č. 4 a 5 je znázorněn rozdíl v šíření elektrické intenzity nepolarizovaného a polarizovaného světla (Halliday et al., 1993).



Obr. č. 4: Šíření elektrické intenzity nepolarizovaného světla, převzato z (Halliday et al., 1993)



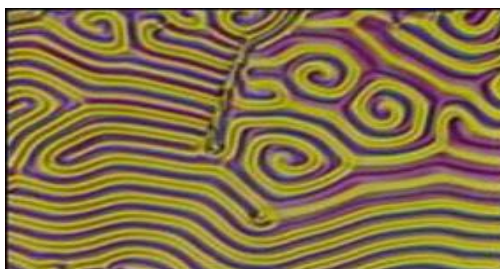
Obr. č. 5: Šíření elektrické intenzity polarizovaného světla, převzato z (Halliday et al., 1993)

3.4. Využití polarizace světla polymerů v LCD displeji

3.4.1. Tekuté krystaly

Tekuté krystaly (liquid crystals – LC) jsou látky, které se vyskytují vlastně v mezifázi mezi kapalným a pevným skupenstvím. Tyto látky jsou tekuté, mají však optické a elektromagnetické vlastnosti pevných látek. Uspořádání molekul LC, označované jako mesogeny, jim dává důležitou vlastnost a tou je polarizace světla, dle jejich aktuální polohy. Toho se využívá v LCD (liquid crystal display), kde dochází za pomoci elektrického pole k otáčení LC a to díky jejich dipólovému charakteru (Doleček, 2005). Zvětšený obraz tekutého krystalu je znázorněn na obr. č. 6.





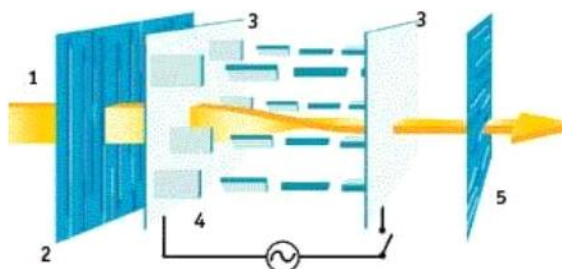
Obr. č. 6: Pohled na zvětšený tekutý krystal, převzato z (Doleček, 2005)

3.4.2. Struktura a princip fungování LCD displeje

LCD displej je nejčastějším využitím tekutých krystalů, jejich principem je změna optických vlastností LC, dle změn na ně působícího elektrického pole. Z chemického hlediska se jedná o látky na základě hexylkyanidbifenyly, které mají tvar tyčinky a jedná se o tzv. nematické krystaly.

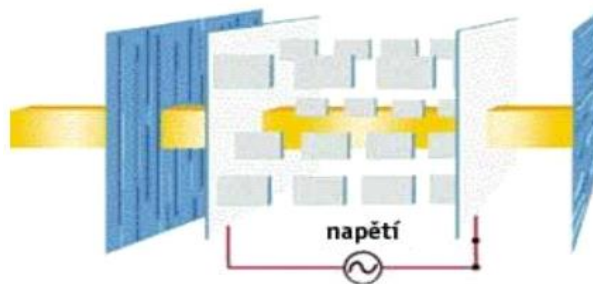
LCD displej se skládá z několika vrstev, první vrstvou je skleněná destička potažená metal oxidem, která funguje jako elektroda a slouží k nastavení napětí zobrazovaných částí. Metal oxid může být nanesen ve tvaru sloupců a řad, jedná se o displej s pasivní maticí, nebo v individuálním tvaru, kdy se jedná o displej s aktivní maticí. Dále je narovnávací polymerní vrstva, nejčastěji se jedná o polyamid, ve které jsou drážky. Tyto drážky rovnají LC do požadovaných směrů. Obě tyto vrstvy jsou v LCD displeji dvakrát, z obou stran zvenku směrem do středu. Jedna narovnávací polymerní vrstva je pokryta distanční vrstvou kuliček polymeru, které jsou zde, aby zajišťovaly konstantní vzdálenost těchto destiček. Hrany narovnávacích destiček jsou slepeny epoxidem. Poté se jejich meziprostor plní ve vakuu tekutými krystaly a dochází k úplnému zalepení jejich hran. Následně se na vnější vrstvu, skleněné destičky, aplikuje polarizační filtr a připojí se vývody přivádějící napětí.

Za displejem je umístěn světelný zdroj, většinou se jedná o elektroluminiscenční výbojku, následuje polarizátor, který propouští pouze část světla. Dále jsou orientační filtry a mezi nimi vrstva s tekutými krystaly (Podstufka, 2003). Celý tento proces je znázorněn na obr. č. 7 a 8.



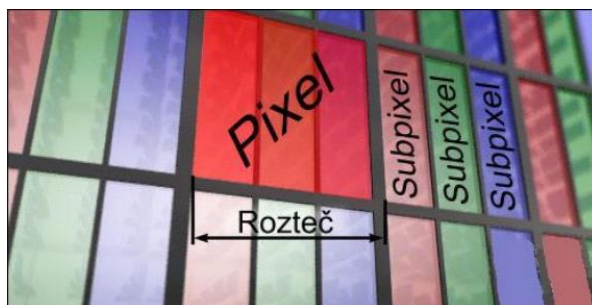
Obr. č. 7: Klidový stav displeje – světlo přes LC prochází (1- světelný zdroj, 2 a 5 – polarizační filtry, 3 – orientační filtry, 4 – vrstva LC), převzato z (Podstufka, 2003)





Obr. č. 8: Stav displeje při napětí– světlo přes LC neprochází (1- světelný zdroj, 2 a 5 – polarizační filtry, 3 – orientační filtry, 4 – vrstva LC), převzato z (Podstufka, 2003)

LC jsou v klidovém stavu (stav, při němž displej svítí) vůči sobě natočeny. Jejich mezní stavy jsou určeny orientačními filtry. Světlo ze zdroje prochází polarizačním filtrem a je polarizované v horizontálním směru, pokračuje přes tekuté krystaly, kde je opět polarizováno, tentokrát vertikálně. Zdrojem napětí je ovládáno natočení krystalů, podle jejich natočení prochází LC různé množství světla (tedy jednodušeji, dochází k regulaci jasu) až do mezního stavu, kdy displejem neprochází žádné světlo a displej se jeví černý. Při konstrukci barevných displejů se používá červených, zelených a modrých filtrů umístěných na vnější skleněné desce v každém bodě displeje. Takový bod se nazývá pixel a jejich počet určuje kvalitu displeje, čím více pixelů, tím lepší zobrazovací kvalita displeje. Jejich osvětlením a mísením dochází k tvorbě všech barev (Podstufka, 2003). Na obr. č. 9 jsou viditelné jednotlivé pixely a jejich složení.



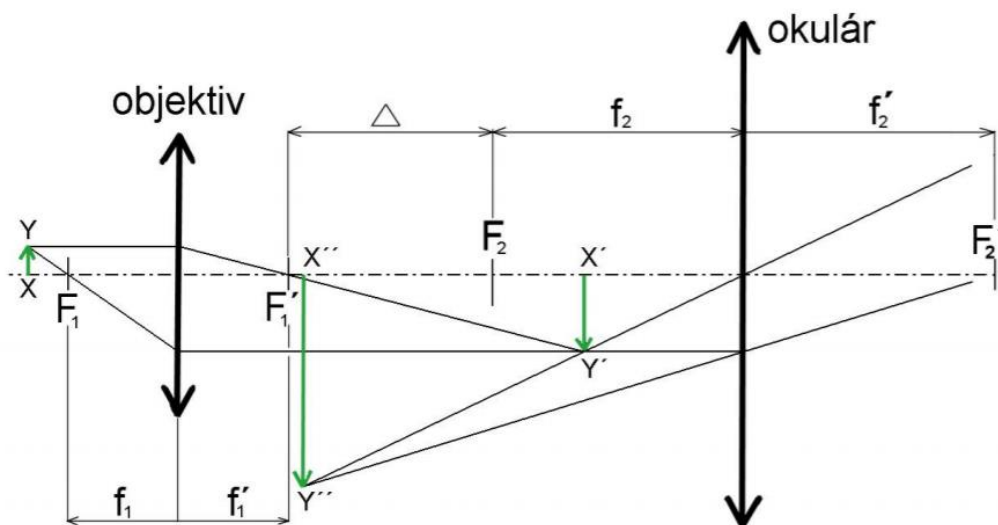
Obr. č. 9: Zvětšený pixel a jeho složení ze tří barevných filtrů, převzato z (Kováč, 2005)



4. Mikroskopie

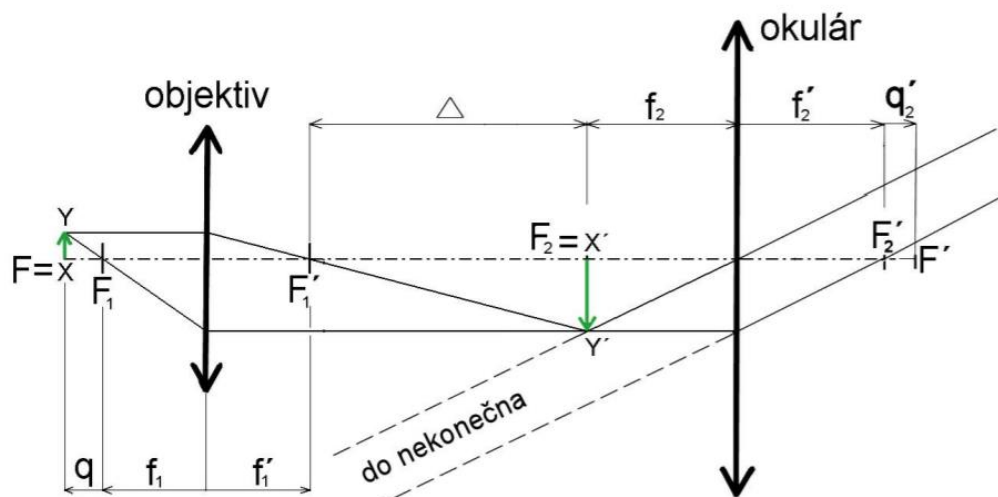
4.1. Optický mikroskop

Slovo mikroskop vzniklo složením řeckých slov ‚mikros‘ (malý) a ‚skopeo‘ hledím. Jedná se o přístroj, který umožňuje okem vidět tak malé předměty, které nejsou jinak běžnému oku viditelné. Jeho hlavními částmi jsou objektiv a okulár. Princip optického mikroskopu je vytvoření zvětšeného obrazu za pomoci objektivu a následné pozorování tohoto obrazu v okulárech. Při pozorování může být okulár nastaven buď na konvenční vzdálenost nebo na pozorování v nekonečnu. Schématický náčrt obou těchto nastavení je zobrazen na obr. č. 10 a 11, kde **XY** - pozorovaný předmět, **F₁** - předmětové ohnisko objektivu, **F'₁** - obrazové ohnisko objektivu, **F₂** - předmětové ohnisko okuláru, **F'₂** - obrazové ohnisko okuláru, Δ - optický interval, **f₁** – předmětová ohnisková vzdálenost objektivu, **f₂** – předmětová ohnisková vzdálenost okuláru, **f'₁** - obrazová ohnisková vzdálenost objektivu, **f'₂** – obrazová ohnisková vzdálenost okuláru, **F** - předmětové ohnisko mikroskopu jako celku, **F'** - obrazové ohnisko mikroskopu jako celku, **X'Y'** - převrácený obraz vytvořený objektivem, **X''Y''** - obraz vytvořený okulárem (pozorujeme okem), **q** - vzdálenost mezi pozorovaným předmětem XY a předmětovým ohniskem okuláru F₂, **q'₂** - vzdálenost mezi obrazovým ohniskem okuláru F'₂ a obrazovým ohniskem mikroskopu jako celku F'. (Kepřt, 1966)



Obr. č. 10: Schéma funkce zobrazení při nastavení okuláru na konvenční vzdálenost





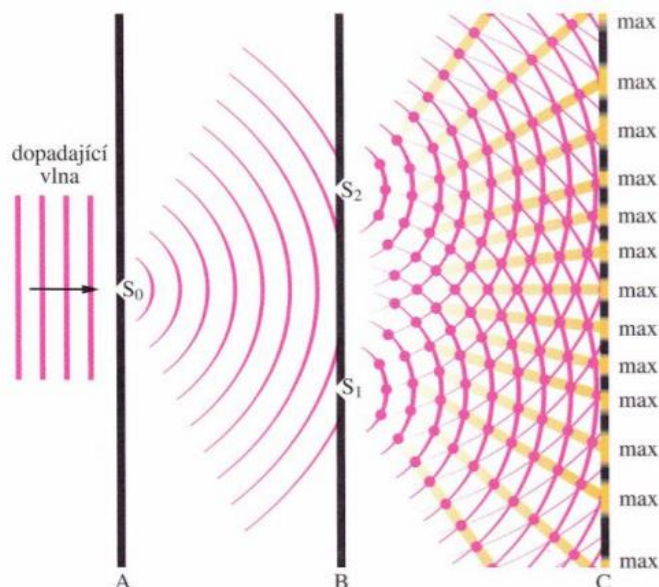
Obr. č. 11: Schéma funkce zobrazení při nastavení okuláru na pozorování v nekonečnu

Objekt, který chceme pozorovat se při obou těchto nastaveních, umísťuje před předmětové ohnisko F_1 a jeho obraz je neskutečný a převrácený. Nastavení pozorování se pak provádí odlišným nastavením vzdálenosti okulárů od obrazu pozorovaného objektu vytvořeného objektivem. Při pozorování obrazu v nekonečnu jsou okuláry nastaveny tak, aby obraz dopadl do jejich předmětové ohniskové vzdálenosti. V případě pozorování v konvenční vzdálenosti dopadá obraz z objektivu za předmětovou ohniskovou vzdálenost do vzdálenosti zřetelného vidění neboli do konvenční vzdálenosti, což odpovídá vzdálenosti cca 250 mm od oka pozorovatele (Kepřt, 1966).



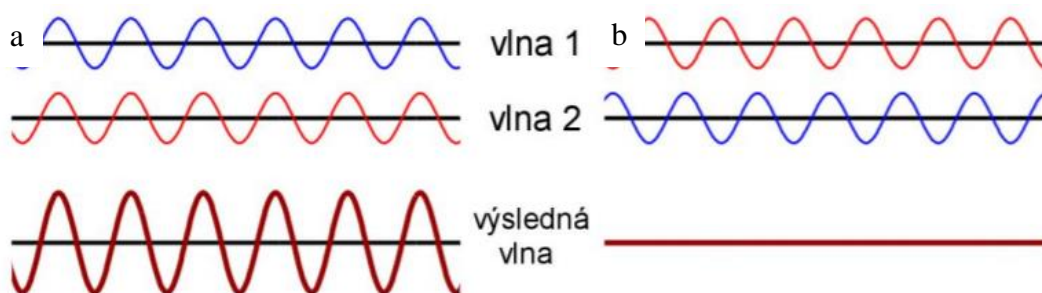
4.2. Interference světla

Interference světla znamená skládání jednotlivých světelných vln. Grafické znázornění tohoto jevu je zobrazeno na obr. č. 12.



Obr. č. 12: Interference světelných vln, převzato z (Halliday, et. al, 2006)

Vlna monochromatického světla (= světlo o jedné vlnové délce) dopadá na stínítko A a prochází štěrbinou S_0 , kde dochází k difrakci. Tato vlna dopadá na druhé stínítko B, kde dochází k další difrakci při průchodu skrz štěrbinu S_1 a S_2 . U těchto dvou vln dochází k interferenci – skládání – těchto dvou vln. V bodech, kde dochází ke konstruktivní interferenci, vznikají interferenční maxima a projevují se jako světlé body – žluté na stínítku C. Naopak tmavé body jsou interferenční minima a ty se nazývají destruktivní interference (Halliday, et. al, 2006). Skládání jednotlivých vln je pak popsáno na obr. č. 13.



Obr. č. 13: Skládání vln a výsledná vlna při interferenčním maximu (a) a minimu (b), převzato z (Wikipedia: Interference, 2001, 2010)

Světlý bod a tedy maximum interference vzniká, pokud se jednotlivé vlny skládají ve fázi obr. č. 13 a. V případě, že dojde k setkání vln v protifázi, je výsledná vlna



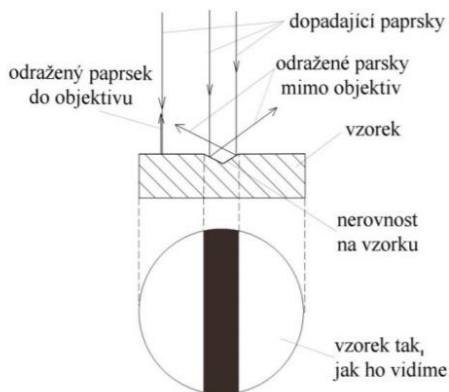
na obr. č. 13 b a vzniká minimum interference a černé body (*Wikipedia: Interference, 2001, 2010*).

4.3. Metody pozorování

Vzorky, které můžeme pod mikroskopem pozorovat, se dělí do dvou hlavních skupin. Jedná se o vzorky průsvitné, hlavními zástupci této skupiny jsou biologické materiály jako buňky nebo krev. Druhou skupinou jsou materiály neprůsvitné, což jsou materiály, které nepropouští světlo a řadí se mezi ně například kovy. Znalost tohoto rozdílu mezi pozorovanými materiály je velmi důležitá pro další postup. Na základě druhu materiálu se volí vhodná metoda pozorování a nastavení mikroskopu pro dosažení co možná nejlepšího zobrazení zkoumané struktury.

4.3.1. Světlé pole

Technika pozorování ve světlem poli je nejpoužívanější metodou v optické mikroskopii a je možné ji použít jak pro světlo propustné, tak nepropustné vzorky. Principem je osvětlení vzorku a jeho následné pozorování v okulárech. U světlo propustných vzorků probíhá pozorování za pomoci světla, které projde vzorkem. U světlo nepropustných vzorků dochází k pozorování odraženého světla. Při odrazu světla dochází buď k odrazu do okuláru a toto místo se jeví jako světlé, nebo k odrazu paprsku mimo okulár, což způsobují nerovnosti vzorku a tato místa se pak jeví jako tmavé (*Pokorný, 2010*). Tento princip je popsán na obr. č. 14.

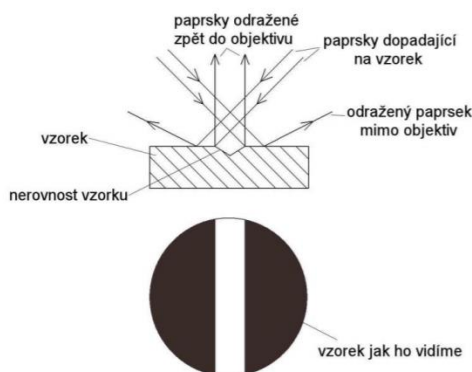


Obr. č. 14: Pozorování světlo nepropustného vzorku ve světlem poli, převzato z (*Pokorný, 2010*)



4.3.2. Tmavé pole

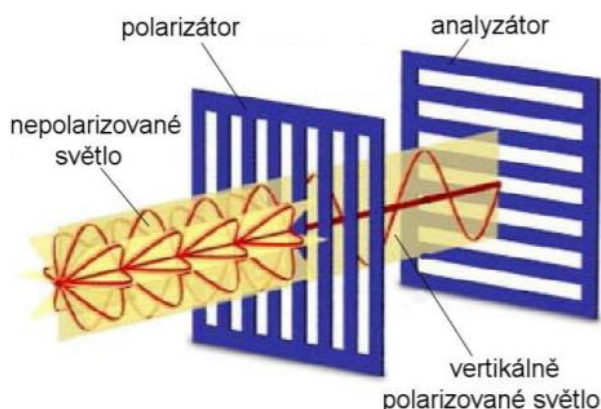
Metoda pozorování v tmavém poli funguje na podobném principu jako pozorování ve světlém poli s tím rozdílem, že paprsky ze světelného zdroje dopadají na vzorek pod úhlem. Tento princip je znázorněn na obr. č.15. Metoda je vhodná pro pozorování obou typů vzorků. Výsledný obraz je potom tmavý, kdežto nerovnosti se jeví jako světlé.



Obr. č. 15: Pozorování světlo nepropustného vzorku v tmavém poli, převzato z (Pokorný, 2010)

4.4. Polarizační mikroskopie

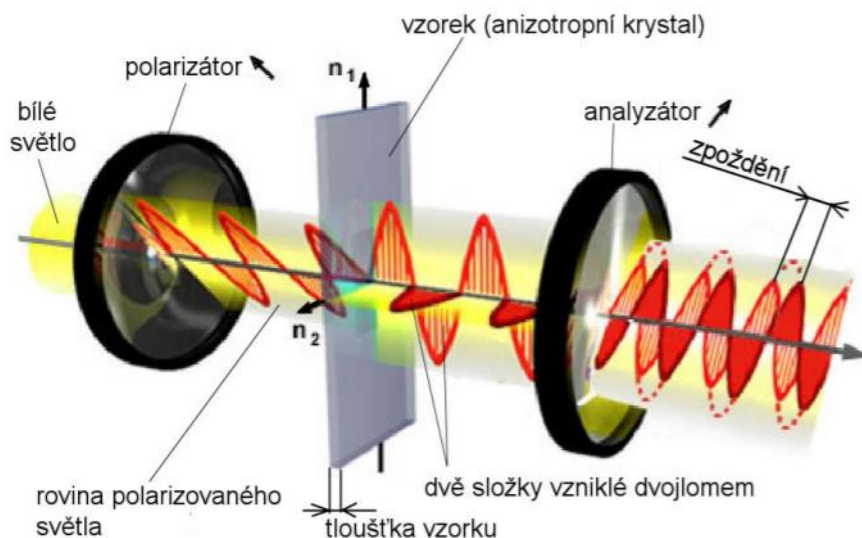
Polarizační mikroskopie funguje na principu polarizovaného světla. Toho je dosaženo pomocí polarizátoru a analyzátoru. Nepolarizované světlo ze zdroje prochází skrz polarizátor, který rovná jednotlivé složky světla do vertikální roviny. Analyzátor je umístěn za polarizátorem. V případě, že je analyzátor otočen o 90° oproti polarizátoru, žádné světlo neprochází za analyzátor, který ho všechno pohltí. Tento princip je znázorněn na obr. č. 16. V případě, že je mezi tyto dva prvky umístěn materiál, který stáčí rovinu světla, tedy je opticky aktivní, jsou pak za analyzátolem patrné světlé obrazce, případně body (Halliday, et. al, 2006).



Obr. č. 16: Princip polarizace světla, převzato z (Specialized Microscopy Techniques, 2000)



Na obr. č. 16 je zobrazen princip polarizační mikroskopie. Jedná se stejný princip jako u optické mikroskopie s tím rozdílem, že jsou do optické soustavy navíc umístěny polarizátor a analyzátor. Na obr. č. 17 je mezi nimi dvojlomný vzorek.



Obr. č. 17: Princip polarizační mikroskopie, převzato z (*Specialized Microscopy Techniques*, 2000)

Nepolarizované světlo ze zdroje prochází skrz polarizátor, kde dochází ke stáčení světla do jedné roviny. Následuje pozorovaný vzorek, který v případě, že je opticky aktivní, stáčí tuto rovinu. Následují objektiv, analyzátor a okuláry. Na analyzátoru dochází opět k polarizaci světla a interferenci vln vniklých průchodem skrz vzorek a výslednou vlnu je možné pozorovat. Polarizační mikroskopy často nabízí možnost úhlového posunu polarizátoru a analyzátoru, takže je možné sledovat i změny výsledné vlny v závislosti potočení odlišném, než již zmiňovaných 90° (*Pokorný, 2010*).



EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

V průběhu studia elektrického zvlákňování, zejména úvodní části děje, bylo vyzkoušeno určité přípravné období, během kterého se vytváří tzv. Taylorův kužel. Je jisté, že makromolekuly v roztoku jsou mnohem větší objekty než molekuly rozpouštědla. To znamená, že pohyb makromolekul v roztoku díky působení elektrického pole bude relativně pomalý. Dále se dá předpokládat, že makromolekuly polymerní látky se budou nějakým způsobem organizovat podél ekvipotenciálních ploch přiloženého elektrického pole, analogicky k chování nematických krystalů v LCD displejích. Nematické krystaly jsou sloučeniny, které vznikly zvláště pro to, aby dobře reagovaly na změny přiloženého elektrického pole. Předpokladem je, že běžné polymerní látky používané k elektrickému zvlákňování nemusí být tak citlivé na elektrické pole jako nematické krystaly.

Úkolem této práce je prostudovat možnosti optického kvalitativního sledování chování makromolekul v podmínkách hladinového elektrického zvlákňování. Vychází se z následujících předpokladů, které budou ověřovány:

- makromolekuly v roztoku se nějakým způsobem orientují v elektrickém poli,
- tyto předpokládané změny v uspořádání struktury makromolekul budou nějakým způsobem ovlivňovat optické vlastnosti polymerního roztoku.

Optické vlastnosti látek je možné zkoumat mnoha různými způsoby. V této práci byla zvolena polarizační mikroskopie, která je schopna detekovat i velmi malé změny v optickém chování látek. Další důvodem je to, že použitý polarizační mikroskop MEOPTA s výrobním číslem 116152 umožňuje bezproblémovou modifikaci pro měření v silném elektrickém poli. Ostatní modernější přístroje bývají obvykle vybaveny elektronikou, která je velmi náchylná k destrukci silným elektrickým polem a použití takových přístrojů ve vysokonapěťovém měření vyžaduje speciální přístupy.



5. Materiál a metody

5.1. Použité chemikálie

PVB Mowital	Kuraray
Ethanol	Penta
Kyselina mravenčí	Penta
Kyselina octová	Penta
Polyamid 6 Ultramid	BASF
PCL	Sigma Aldrich
PMMA	
PS	
Dichlormethan	Penta

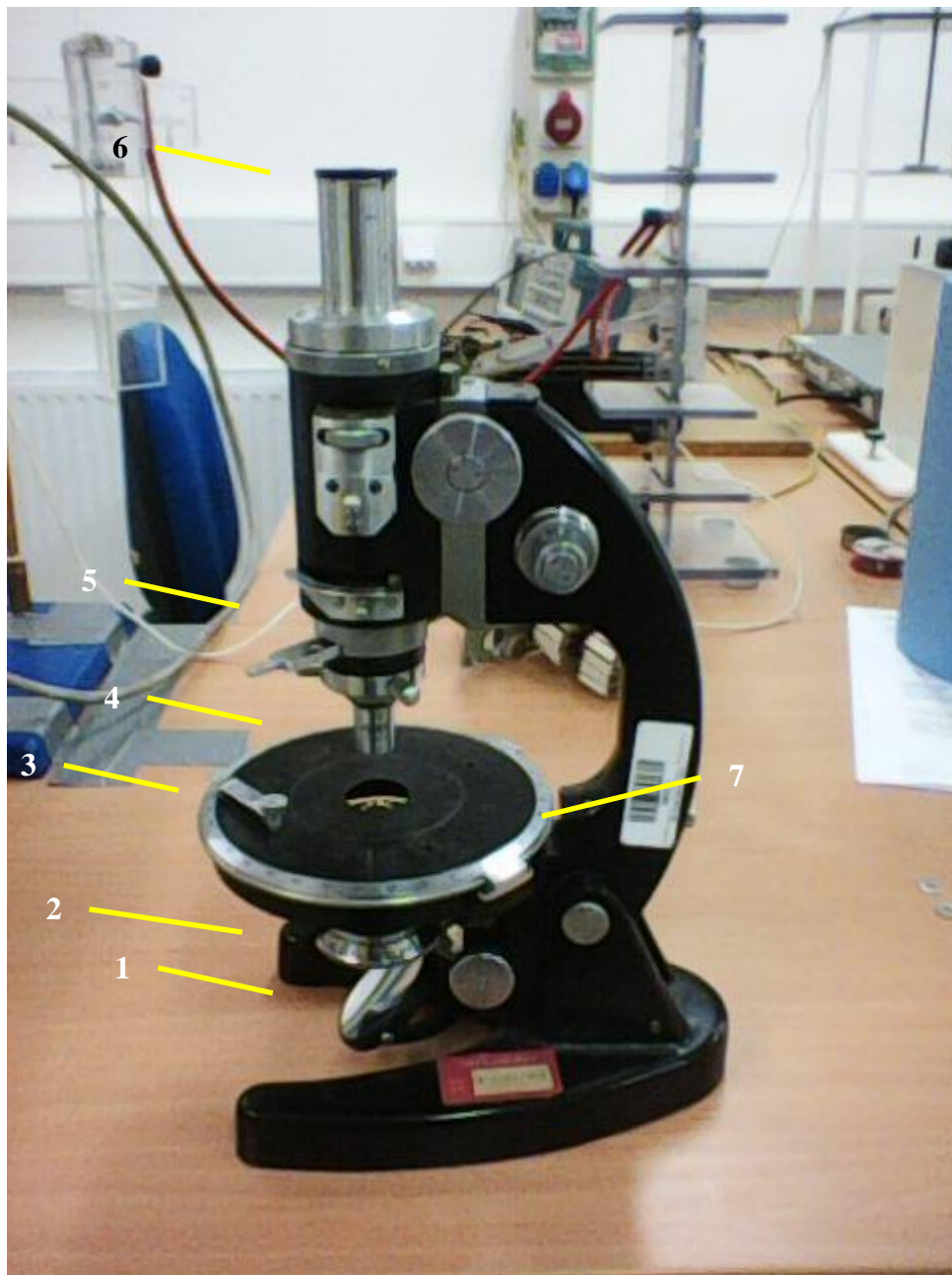
5.2. Přístroje a programy

Polarizační optický mikroskop	MEOPTA
Zdroj vysokého napětí	MATSUSADA AU 60 P1
iPhone X	Apple
CAD CREO	



Polarizační optický mikroskop MEOPTA

Tento přístroj pracuje na principu popsaném v kapitole 4.4. Je dostatečně robustní, aby snesl příslušnou vysokonapěťovou úpravu. Je vyobrazen na obr. č. 18.



Obr. č. 18: Fotografie polarizačního mikroskopu MEOPTA – uspořádání jeho hlavních částí: 1 - spodní zrcátko, 2 - polarizátor, 3 - otočný stolek, 4 - objektiv, 5 - analyzátor, 6 - okulár a 7 - rám.



Zdroj vysokého napětí

Jako zdroj vysokého napětí byl používán zdroj MATSUSADA AU 60 P1, který pracuje do 60 kV a poskytuje výstupní proud do 1 mA. Je ho výhodou je velmi dobrá nadproudová ochrana, která najde uplatnění při popisovaných experimentech.

Měřicí přípravek

Pro kvalitativní testování reakce zvolených polymerních roztoků na přiložené silné elektrické pole je nutné zkonstruovat jednoduchý přípravek. Protože bylo nutné používat mikroskop v jeho původní funkci, nebylo možné instalovat do optické osy mikroskopu jakékoli neprůhledné části. Jelikož nebyla možnost zhotovit průhledné vysokonapěťové elektrody, byla zvolena cesta působení elektrického pole kolmo na optickou osu mikroskopu. Toto řešení je kompromisem mezi technickou realizací měřicího přípravku a probíjením prostředí vysokým napětím ze zdroje vysokého napětí.

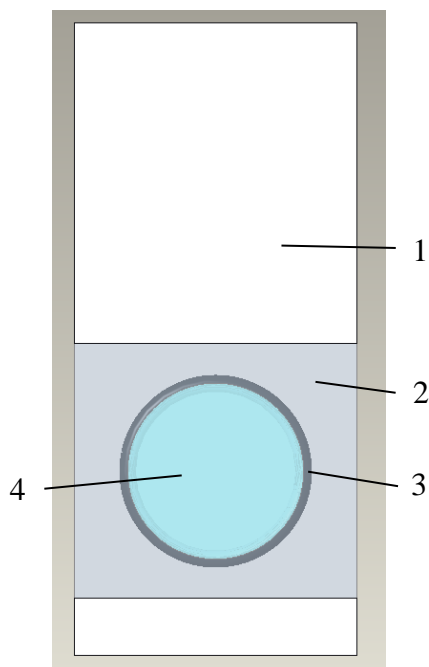
Schéma řešení měřicího přípravku je následující. Byl vyroben frézováním polyetylenový držák standartních podložních sklíček pro mikroskopii. Rozměr podložního sklíčka je 75,8 x 25,6 x 1,12 mm. V jeho základně byl vyvrtán otvor pro průchod světla optickou osou mikroskopu. Kolmo na tuto osu byly do stěn přípravku vetknuty nerezové elektrody o průměru 6 mm, které slouží jedna k uzemnění přípravku a druhá pro přívod elektrického napětí.

Na základní podložní sklíčko byl položen teflonový kroužek o vnějším průměru 11,25 mm a vnitřním průměru 7,5 mm. Tento kroužek byl vyplněn zkoumaným polymerním roztokem a překryt dalším podložním sklíčkem tak, aby uvnitř nebyly bubliny vzduchu. Snaha byla tímto odstranit vliv deformace povrchu kapaliny v silném elektrickém poli působením elektrických sil.

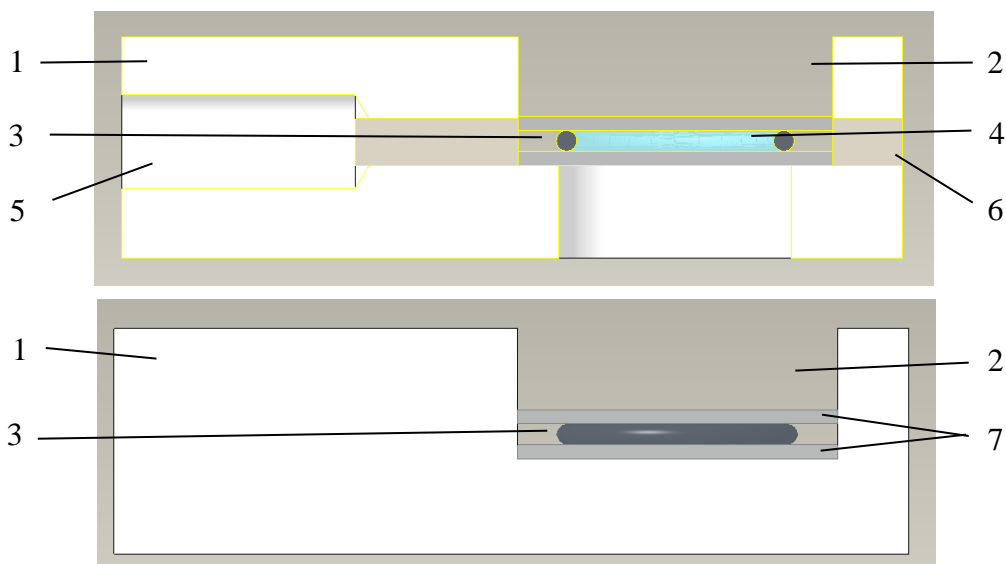
Bohužel, rozměrové a materiálové limitace neumožnily použít vyšší přiložené napětí na měřicí přípravek než maximálně 15 kV. Při překročení tohoto napětí dochází k přeskoku výboje mezi elektrodami, narušení povrchu izolantů elektrickým výbojem a vytvoření vodivé cesty na povrchu použitých materiálů. Tím se rapidně sníží elektrická pevnost přípravku a zvýší se pravděpodobnost dalších přeskoků při podstatně nižších napětích. Díky těmto technickým omezením se dá předpokládat, že se pravděpodobně nepodaří dosáhnout vysoké intenzity elektrického pole uvnitř přípravku.



V konstrukčním programu CAD CREO byl kolegy z Fakulty strojní TUL vytvořen model testovacího přípravku, obr. č. 19 - 22. Z obrázku je patrné uspořádání testovacího přípravku. Základní rozměry a materiály již byly stručně popsány v předešlém textu. Jistá nesymetrie přípravku je dána prostorem pro zasunutí kabelu ze zdroje vysokého napětí. Poněkud se tak zvýší bezpečnost práce s přípravkem, kdy je napojení kabelu ze zdroje vysokého napětí na elektrodu přípravku kryto izolačním materiálem.

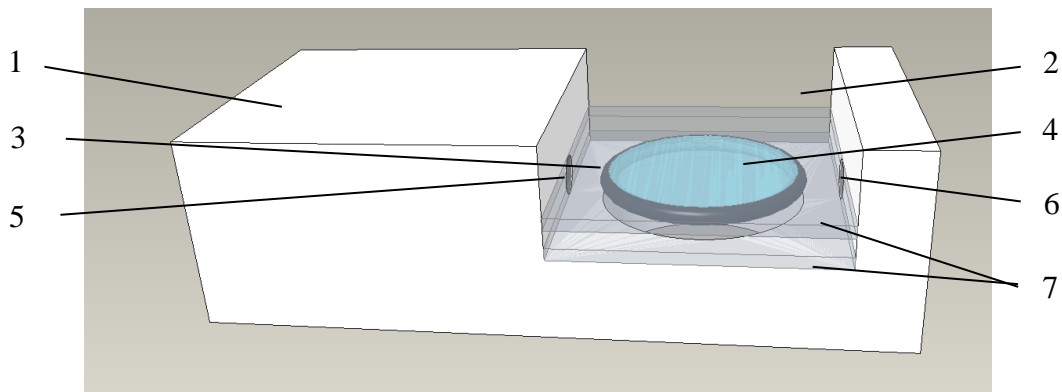


Obr. č. 19: Model testovacího přípravku, pohled shora: 1 – tělo testovacího přípravku, 2 – výřez pro umístění podložního sklička, 3 – teflonový kroužek, 4 – roztok polymeru

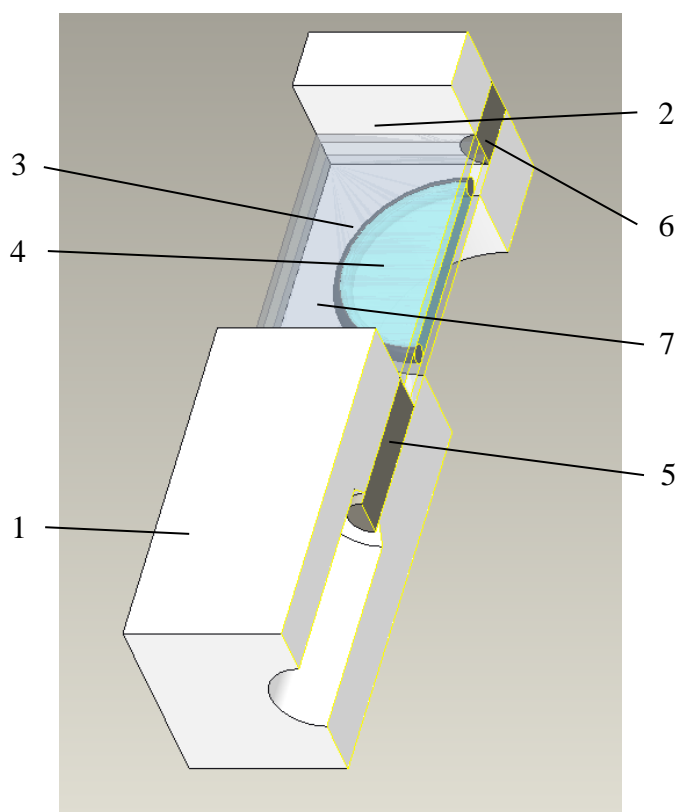


Obr. č. 20: Model testovacího přípravku, pohled z boku: 1 – tělo testovacího přípravku, 2 – výřez pro umístění podložního sklička, 3 – teflonový kroužek, 4 – roztok polymeru, 5 – elektroda, 6 – uzemnění, 7 – podložní a krycí skličko





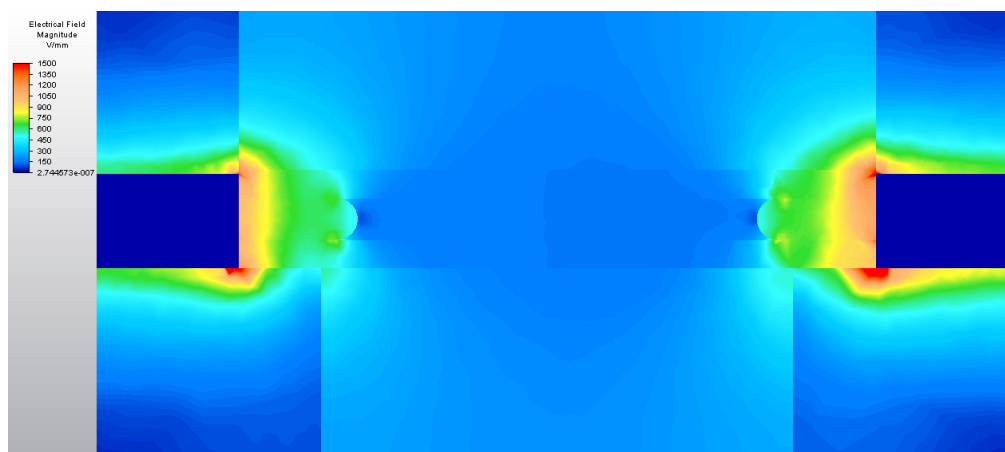
Obr. č. 21: Model testovacího přípravku: 1 – tělo testovacího přípravku, 2 – výřez pro umístění podložního sklíčka, 3 – teflonový kroužek, 4 – roztok polymeru, 5 – elektroda, 6 – uzemnění, 7 – podložní a krycí sklíčko



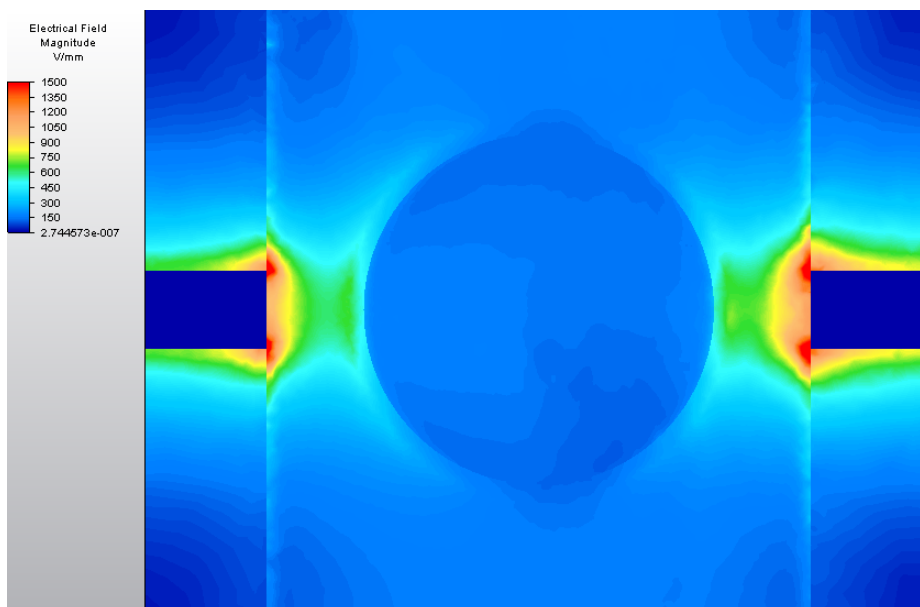
Obr. č. 22: Řez modelem testovacího přípravku: 1 – tělo testovacího přípravku, 2 – výřez pro umístění podložního sklíčka, 3 – teflonový kroužek, 4 – roztok polymeru, 5 – elektroda, 6 – uzemnění, 7 – podložní a krycí sklíčko

5.3. Simulace experimentu

Na základě výše uvedeného modelu byla vytvořena simulace tvaru elektrického pole uvnitř měřicího přípravku. Díky experimentálně zjištěným maximálním hodnotám použitelného vysokého napětí je z modelu pole zřejmé, že vyšší míra intenzity elektrického pole je v těsné blízkosti elektrod. Dále je vidět, že teflonový kroužek poněkud stíní elektrické pole. Tyto okolnosti způsobují, že intenzita pole v hodnotě cca $1,5 \text{ MVm}^{-1}$ se vyskytuje v těsné blízkosti elektrod a uvnitř kroužku s polymerním materiálem je intenzita v řádu 150 kVm^{-1} . Je otázkou, zda tato elektrická intenzita způsobí pozorovatelné změny v optickém chování použitých polymerních materiálů, a to také bude předmětem zkoumání. Simulace intenzity elektrického pole je zobrazena na obr. č. 23 - 25.

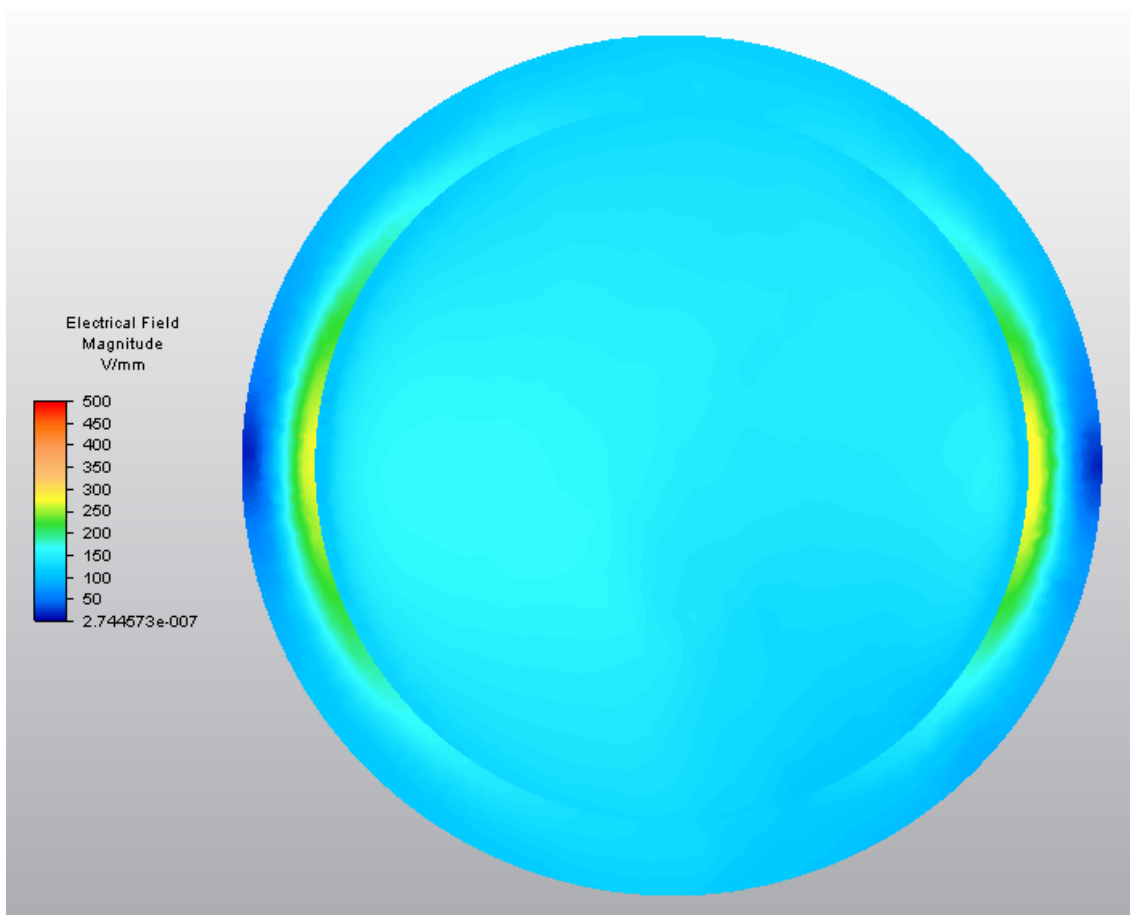


Obr. č. 23: Vizualizace průchodu vysokého napětí (15 kV) skrz testovací přípravek, pohled ze strany



Obr. č. 24: Vizualizace průchodu vysokého napětí (15 kV) skrz testovací přípravek, pohled shora





Obr. č. 25: Vizualizace průchodu vysokého napětí (15 kV) skrz testovací přípravek, přiblížení na kroužek s polymerem

Z uvedených obrázků výsledků simulace je patrné rozložení elektrické intenzity elektrického pole při průchodu skrz testovací přípravek. Elektrická intenzita je nejvyšší na koncích obou elektrod a velmi rychle klesá směrem k prostředku přípravku. Na krajích kroužku je znatelná nízká hodnota intenzity a to 200 – 300 $\text{kV}\cdot\text{m}^{-1}$. Doprostřed kroužku už se dostává pouze intenzita o velikosti cca 100 $\text{kV}\cdot\text{m}^{-1}$.

Pro lepší vizualizaci a výsledky experimentu je tedy nutné posunout kroužek s testovaným materiálem blíže k jedné z elektrod, případně použít vyšší napětí. V tomto případě je možná pouze první varianta, vzhledem k omezeným možnostem sestaveného testovacího přístroje. Zvýšit výrazně elektrickou intenzitu uvnitř vzorku tak není možné. Pozorování teoretických optických změn bude možná úspěšné při vnitřním okraji vymežovacího kroužku v blízkosti elektrody.



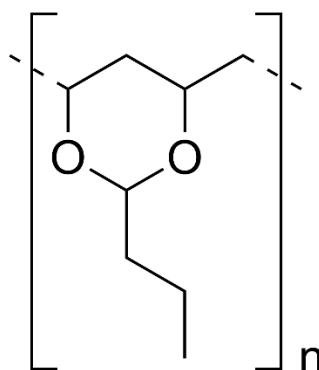
5.4. Příprava roztoků

5.4.1. PVB

Pro přípravu roztoku byl použit práškový PVB o molekulové hmotnosti 60 000 g/mol, který byl rozpuštěn v ethanolu tak, aby vznikl 10 % roztok. Rozpis přípravy roztoku je uveden v tabulce č. 1.

Tabulka č.1: Příprava roztoku PVB

Chemikálie	Množství
PVB	1 g
Ethanol	9 g



Obr. č. 26: Monomerní jednotka PVB

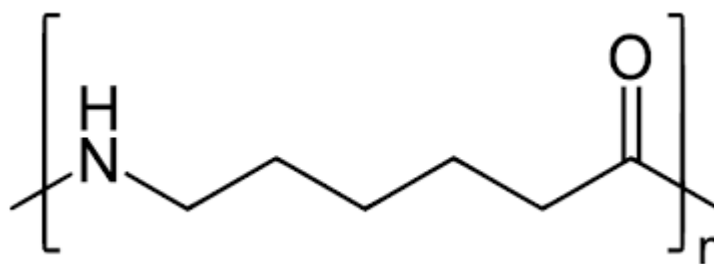
5.4.2. PA6

K přípravě 10 % roztoku byl použit práškový PA6 molekulové hmotnosti 66 000 g/mol, který byl rozpuštěn v kyselině octové a kyselině mravenčí v poměru 1:1. Receptura roztoku je uvedena a v tabulce č. 2.

Tabulka č. 2: Příprava roztoku PA6

Chemikálie	Množství
PA6	1 g
Kyselina octová	4.5 g
Kyselina mravenčí	4,5 g





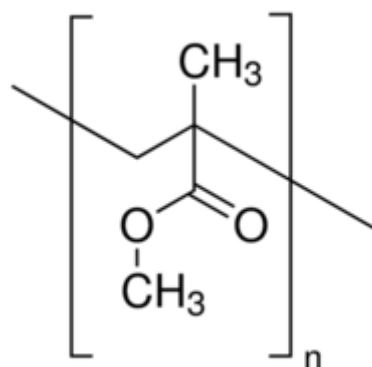
Obr. č. 27: Monomerní jednotka PA6

5.4.3. PMMA

Roztok byl připraven v hmotnostní koncentraci 10 % a pro jeho přípravu byl použit práškový PMMA a dichlormethan. Molekulová hmotnost použitého PMMA bohužel není dohledatelná, jedná se o vzorek neznámého původu. Příprava je popsána v tabulce č. 3.

Tabulka č. 3: Příprava roztoku PMMA

Chemikálie	Množství
PMMA	1 g
Dichlormethan	9 g



Obr. č. 28: Monomerní jednotka PMMA

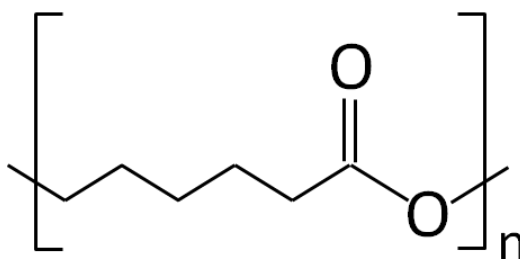
5.4.4. PCL

Roztok byl připraven v 16 % koncentraci, pro jeho přípravu byl použit práškový PCL o molekulové hmotnosti 45 000 g/mol, který byl rozpuštěn v chloroformu a ethanolu v poměru 8:2. Příprava roztoku je popsána v tabulce č. 4.



Tabulka č. 4: Příprava roztoku PCL

Chemikálie	Množství
PCL	1,6 g
Chloroform	6,7 g
Ethanol	1,7 g



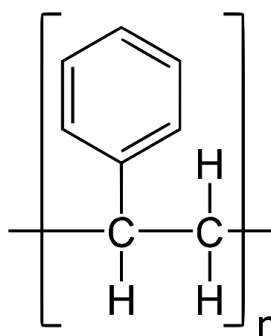
Obr. č. 29: Monomerní jednotka PCL

5.4.5. PS

K přípravě roztoku byl použit práškový PS neznámého původu, který byl rozpuštěn v dichlormethanu. Postup přípravy roztoku je uveden v tabulce č. 5.

Tabulka č. 5: Příprava roztoku PS

Chemikálie	Množství
PS	1 g
Dichlormethan	9 g



Obr. č. 30: Monomerní jednotka PS



5.5. Příprava a postup experimentu

Na začátku bylo nutné nastavit mikroskop a to tak, aby bylo optimální zvětšení a průchod světla skrz polarizační filtry. Analyzátor a polarizátor byly vůči sobě natočeny o 90° . To způsobuje, že světlo mikroskopem neprochází. Vložené jednolomné látky se v zorném poli jeví jako temné. Typickým příkladem jednolomné látky je voda a ta se také jeví v zorném poli jako temná. Dvojlomné látky způsobují zesvětlení zorného pole mikroskopu úměrně k velikosti dvojlomu. Pokud budou použité polymerní roztoky vykazovat alespoň částečný dvojlom, měla by tato změna být polarizačním mikroskopem pozorovatelná. Pokud bude míra dvojlomnosti roztoku závislá na přiloženém elektrickém poli, měly by být změny pozorovatelné.

Na podložní sklíčko byl umístěn teflonový kroužek o vnitřním průměru 7,8 mm, který byl naplněn polymerním roztokem a zakryt druhým podložním sklíčkem a to tak, aby uvnitř kroužku nevznikla bublina vzduchu, která by mohla ovlivnit průběh experimentu, a zároveň se omezila rychlost vysychání vzorku. Některá dále použitá rozpouštědla jsou silně těkavá. Takto připravený vzorek byl umístěn do testovacího přípravku. Testovací přípravek byl zapojen mezi dvě elektrody a umístěn na stolek mikroskopu. Mikroskop byl zapnut a polarizační filtry mikroskopu byly zkříženy o 90° . Mikroskop byl následně zaostřen na polymerní roztok uvnitř kroužku takovým způsobem, aby byly zřetelně vidět barevné obrazce vznikající dvojlomem světla při jeho průchodu skrz roztok. Poté bylo na přípravek přiloženo elektrické napětí a v průběhu času byly pozorovány změny v zorném poli mikroskopu.

Na obr. č. 31 je znázorněno zaostření mikroskopu na okraj kroužku, kde je přítomna nejvyšší hodnota elektrické intenzity při průchodu vysokého napětí skrz testovací přípravek. Vnitřek kroužku je v tomto případě prázdný, proto pro názornost nejsou polarizační filtry zkříženy na 90° , ale o něco méně, aby docházelo k průchodu světla skrz průhlednou část uvnitř kroužku. Snímky byly pořizovány skrz okulár pomocí mobilního telefonu značky iPhone X, protože k danému inkurantnímu mikroskopu nebyla k dispozici příslušná CCD kamera.



Obr. č. 31: Fotografie pohledu do mikroskopu na pozorovaný kroužek, bez polymeru



Barevné obrázky a stíny viditelné v mikroskopu jsou způsobeny nečistotami uvnitř optiky mikroskopu, které nebylo možné lépe vyčistit. Světlý „srpek měsíce“ je obraz bílého teflonového kroužku a tmavá část obrazu je použitý polymerní roztok.

Měření bylo provedeno na pěti různých polymerech a to: PVB, PA6, PCL, PMMA a PS. U každého polymeru byla pořízena fotografie bez vysokého napětí, bezprostředně po zapnutí zdroje vysokého napětí a po pěti minutách působení napětí o velikosti 15 kV.

5.5.1. Průběh experimentu

Všechny fotografie byly pořizovány při zvětšení mikroskopu 50x a zkřížení polarizačních filtrů na 90°. Napětí přiložené na přípravek bylo 15 kV a bylo ve všech případech stejné.

PVB



Bez napětí

*Bezprostředně po zapnutí
vysokého napětí 15 kV*

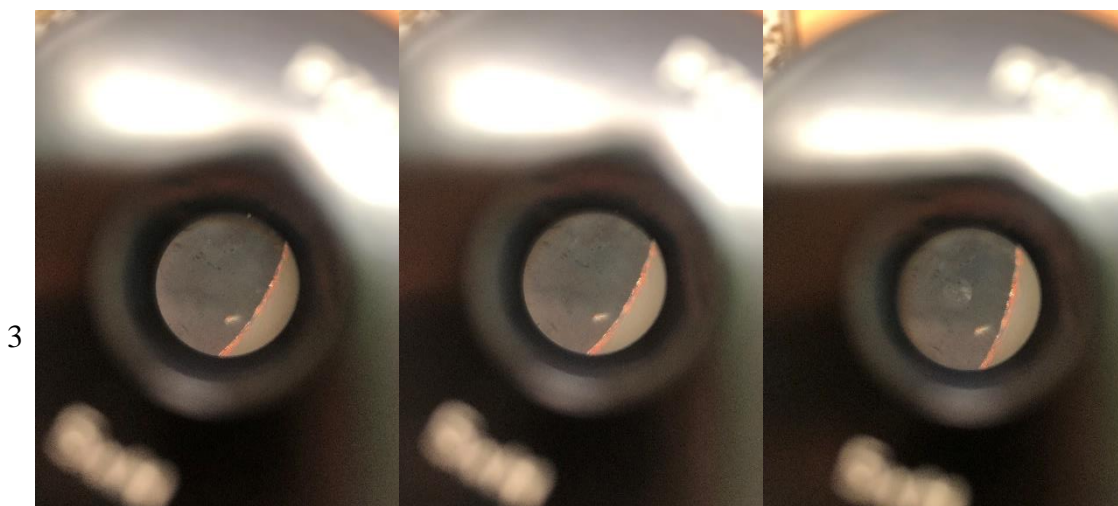
*Po 5 minutách pod
vysokým napětím*



Bez napětí

*Bezprostředně po zapnutí
napětí*

*Po 5 minutách pod
vysokým napětím*



Bez napětí

*Bezprostředně po zapnutí
napětí*

*Po 5 minutách pod
vysokým napětím*

Obr. č. 32: Fotodokumentace tří měření působení vysokého napětí na roztok PVB

V případě použitého PVB je patrné, že v průběhu měření se poněkud mění barva a světlost zkoumaného vzorku. Je pravděpodobné, že působením přiloženého elektrického pole opravdu dochází k částečné indukci změn optického chování daného polymeru. Bohužel, změny se jeví jako hraniční a nepříliš průkazné. Pravděpodobně je to dáno relativně nízkou intenzitou elektrického pole uvnitř vzorku.

PA6



Bez napětí

*Bezprostředně po zapnutí
napětí*

*Po 5 minutách pod
vysokým napětím*

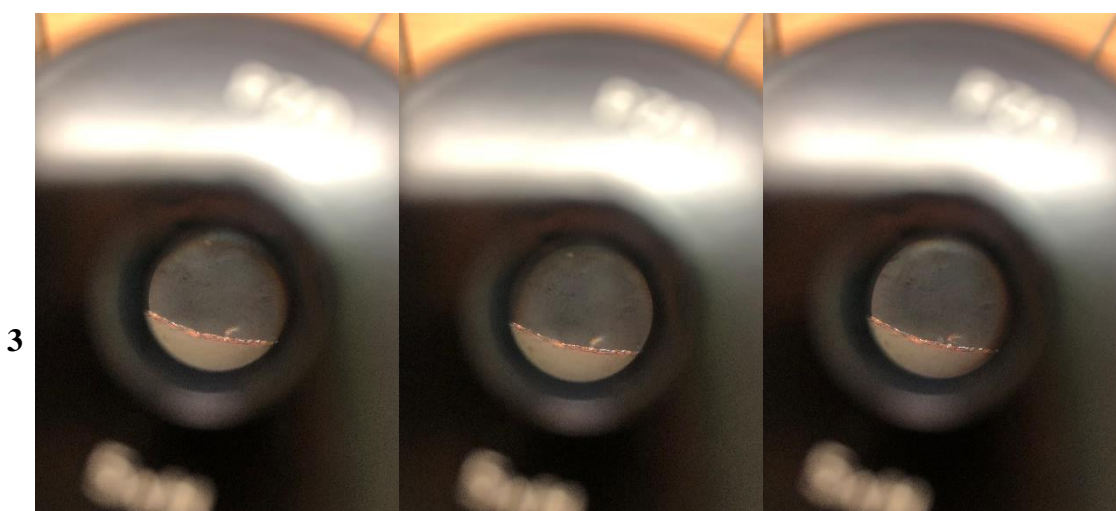




Bez napětí

*Bezprostředně po zapnutí
napětí*

*Po 5 minutách pod
vysokým napětím*



Bez napětí

*Bezprostředně po zapnutí
napětí*

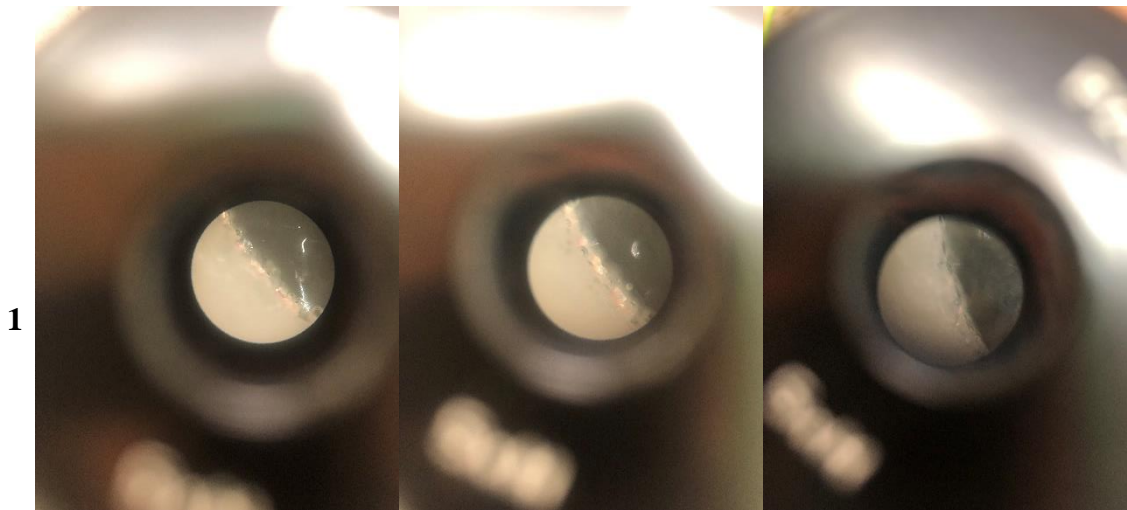
*Po 5 minutách pod
vysokým napětím*

Obr. č. 33: Fotodokumentace tří měření působení vysokého napětí na roztok PA6

V případě PA6 jsou pozorované změny ještě slabší než v případě PVB a nelze tak jednoznačně rozhodnout, jestli elektrické pole uvnitř vzorku způsobuje nějaké změny v optickém chování daného polymeru.



PMMA



Bez napětí

*Bezprostředně po zapnutí
napětí*

*Po 5 minutách pod
vysokým napětím*



Bez napětí

*Bezprostředně po zapnutí
napětí*

*Po 5 minutách pod
vysokým napětím*





Bez napětí

*Bezprostředně po zapnutí
napětí*

*Po 5 minutách pod
vysokým napětím*

Obr. č. 34: Fotodokumentace tří měření působení vysokého napětí na roztok PMMA

Polymethylmetakrylát byl použit proto, že je známo, že z PMMA se vyrábějí zmenšené modely konstrukcí, které jsou pak v laboratoři úměrně mechanicky zatěžovány. Lokální průběhy napětí v konstrukci je pak možné sledovat pomocí polarizovaného světla. Je to umožněno tím, že PMMA vykazuje částečně dvojlomné optické chování. Proto byl proveden tento experiment, zda elektrické pole způsobí pozorovatelnou změnu v případě běžně nezvláknovaného polymeru, který však v tuhém stavu mění své optické vlastnosti pod mechanickým zatížením. Z experimentu jsou však patrné jen velmi slabé změny v optickém chování.



PCL

1



Bez napětí

*Bezprostředně po zapnutí
napětí*

*Po 5 minutách pod
vysokým napětím*

2



Bez napětí

*Bezprostředně po zapnutí
napětí*

*Po 5 minutách pod
vysokým napětím*





Bez napětí

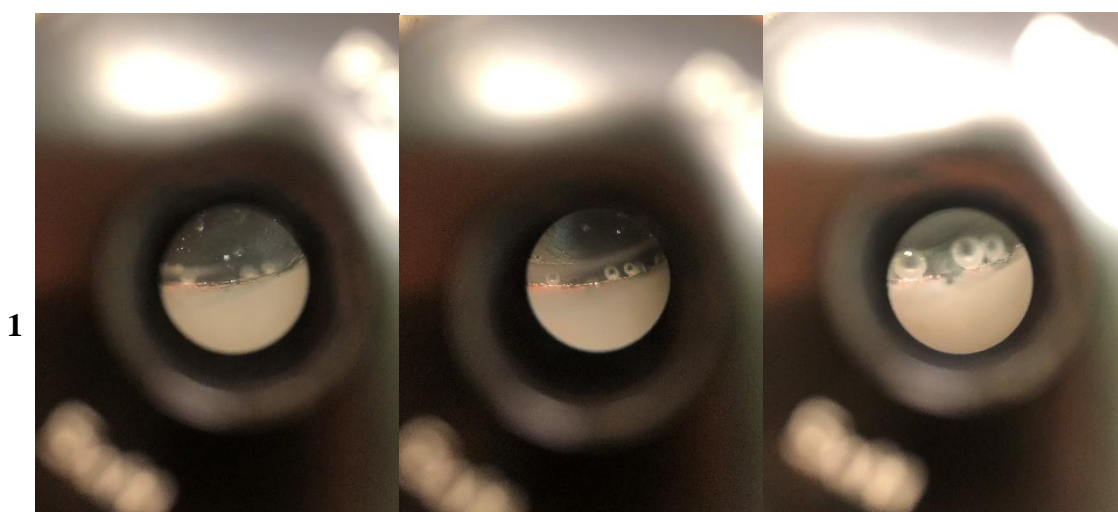
*Bezprostředně po zapnutí
napětí*

*Po 5 minutách pod
vysokým napětím*

Obr. č. 35: Fotodokumentace tří měření působení vysokého napětí na roztok PCL

V případě polykaprolaktonu je evidentní, že k nějakým změnám optického chování polymerního roztoku vlivem elektrického pole dochází. Opět jsou však tyto změny nevýrazné.

PS



Bez napětí

*Bezprostředně po zapnutí
napětí*

*Po 5 minutách pod
vysokým napětím*





Bez napětí

*Bezprostředně po zapnutí
napětí*

*Po 5 minutách pod
vysokým napětím*



Bez napětí

*Bezprostředně po zapnutí
napětí*

*Po 5 minutách pod
vysokým napětím*

Obr. č. 36: Fotodokumentace tří měření působení vysokého napětí na roztok PS

Polystyren byl použit z obdobných důvodů částečně dvojlomného chování v tuhém stavu jako u PMMA. Opět je zřejmé, že jisté změny v optickém chování polystyren vykazuje, bohužel i v tomto případě jsou změny nevýrazné.



6. Výsledky a diskuse

Cílem diplomové práce bylo navrhnout metodiku kvalitativního zjišťování optických změn vyvolaných působením silného elektrického pole na vybrané polymerní roztoky. Předpokladem bylo, že pozorované optické změny budou vyvolány jistou konformační změnou polymerních makromolekul ve zkoumaných roztocích. Analogicky k takovému chování pravděpodobně dochází při elektrickém zvlákňování obecně a při hladinovém zvlákňování.

Zatím není prakticky možné přímo zkoumat děje uvnitř Taylorova kuželu při tvorbě nanovláken. Metodika byla navržena tak, aby se co nejvíce přiblížila reálnému chování polymerních roztoků při hladinovém elektrickém zvlákňování.

Kvalitativní výsledky získané během experimentu jsou velmi nepřesvědčivé. Je však velmi zajímavé, že silně nepřesvědčivé jsou i v případě PMMA a PS, které v pevném stavu při mechanickém zatížení změny optického chování vykazují.

Přesto je zřejmé, že k jistým nepatrným změnám optického chování dochází. Navržená metodika však vykazuje tyto nedostatky.

1. Konstrukce měřicího přípravku neumožňuje dostatečnou koncentraci elektrického pole uvnitř zkoumaného vzorku. Lepších výsledků by bylo zřejmě dosaženo použitím napařených průhledných elektrod v optické ose mikroskopu na použitých podložních sklíčkách. Napařená elektroda by měla mít v prvním přiblížení tvar kruhu o průměru cca 2 mm. Takto uspořádané elektrody vytvoří podstatně lepší přiblížení reálnému stavu.
2. Manipulace s přípravkem během přípravy vzorku je obtížná. Bylo by vhodné provést konstrukční úpravu tak, aby horní sklíčko neklouzalo po spodním. Při skluzu se vytváří bubliny ve vzorku, které mohou ovlivňovat měření.
3. Chybí CCD kamera u daného mikroskopu. S vhodnou kamerou by bylo možné po synchronizaci se sepnutím zdroje vysokého napětí sledovat optické změny v reálném čase. Vyhodnocením záznamů by při využití kompenzačních klínů bylo teoreticky možné změřit rozměry hypotetických polymerních struktur v roztocích.

Předloženou diplomovou práci je možné chápat jako první pokus v dané oblasti, který však spíše zobrazil problémy ve studiu předpokládaného chování polymerů. Z uvedených kvalitativních experimentů je zřejmé, co vše se musí radikálně změnit, aby navržená metodika zkoumání poskytovala relevantní data. Po značném dopracování a zvýšení citlivosti metody je možné očekávat vzhled do dosud obtížně přístupných oblastí zkoumání procesu elektrického zvlákňování polymerních nanovláken.



7. Použitá literatura

- Doleček, 2005 Doleček, J.: Moderní učebnice elektroniky 3.díl: Optoelektronika a optoelektronické prvky. Praha: BEN – technická literatura. (2005). ISBN 80-7300-184-5.
- Fázové separace Fázové separace. [Online]. VŠCHT. Dostupné z: <http://old-biomikro.vscht.cz/vyuka/ib/skripta.pdf>
- Fotometrie Fotometrie. [Online]. CUNI. Dostupné z: http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/txt_304.pdf
- Godavitarne et al., 2017 Godavitarne, C., Robertson, A., Peters, J., & Rogers, B. Biodegradable materials. In Orthopaedics and Trauma (-Vol. 31, pp. 316–320). (2017). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.mporth.2017.07.011>
- Halliday et al., 1993 Halliday, D., Resnick, R., Walker, J.: Fyzika: Optika – Relativita: Elektromagnetické vlny, 4. část. (1993). Vutium. ISBN 80-214-1868-0.
- Horák et al., 1961 Horák, Z., Krupka, F., Šinelář, V.: Technická fyzika. 3. Vydání. (1961). Praha: SNTL.
- Interference, 2001, 2010 Interference (wave propagation). [Online]. (2001, 2010). Dostupné z: https://en.wikipedia.org/wiki/Wave_interference.
- Kepřt, 1966 Kepřt, E.: Teorie optických přístrojů II. Teorie a konstrukce mikroskopu. (1966). SPN Praha.
- Košťáková, 2013 Košťáková, E.: Parametry ovlivňující proces elektrostatického zvlákňování. 2. přednáška. (2013). Liberec: Technická univerzita v Liberci.
- Kovač, 2005 Kovač, P.: Technologie LCD panelů [online]. (2005). Dostupné z: http://www.svethardware.cz/art_doc-4239E06AD0710C86C125704A004D7807.html
- Krebsová, 1978 Krebsová, M.: Nauka o polymerech. (1978). VŠST Liberec.
- Kučera, 1915 Kučera, B.: Nástin geometrické optiky a základů fotometrie. 1. Vydání. (1915). Praha: Jednota českých matematiků a fysiků
- Lukáš, 2010 Lukáš, D.: Fyzikální principy tvorby nanovláken: Historie [Online]. (2010). Dostupné z: <https://nanoed.tul.cz/course/view.php?id=16#section-2>.
- Morawetz, 1971 Morawetz, H.: Chování makromolekul v roztoku. (1971). Academia Praha.
- Nanopharma, 2015 Nanopharma: Making nano your opportunity. *Nanopharma*. [online]. (2015). Dostupné z: <http://www.nanopharma.cz/cs/produkty-a-technologie/technologie>
- Podstufka, 2003 Podstufka, J.: Zrak a monitor počítače. (2003). [online]. Dostupné z: <https://www.4oci.cz/history/4-2003/texty/zrak.htm>
- Pokorný, 2010 Pokorný, P.: Světelná mikroskopie a její aplikace. (2010). VUT Brno.



- Růžičková, 2006 Růžičková, J.: Elektrostatické zvlákňování nanovláken. (2006). Liberec: Technická univerzita v Liberci.
- Sirotinský, 1956 Sirotinský, L.I. et. al.: Technika vysokého napětí. 1. 1. vydání. (1956). Praha: SNTL.
- Sodomka et al., 2002,2003 Sodomka, L., Fiala, J.: Základy fyziky kondenzovaných látek s aplikacemi 1,2. In *Adhesiv.* (2002,2003). Liberec.
- Sodomka, 2009 Sodomka, L.: Jednoduché teoretické úvahy ke zvlákňování nanovláken. Nanocon, [online]. (2009). Dostupné z: http://nanocon2014.tanger.cz/files/proceedings/nanocon_09/Lists/Papers/115.pdf
- Specialized Microscopy Techniques, 2000 Specialized Microscopy Techniques. [Online]. (2000). Dostupné z: <https://www.olympus-lifescience.com/en/microscope-resource/primer/techniques/>.
- Taylor, 1964 Taylor, G.: Disintegration of water droplets in an electric field). (1964). Proc.Roy.Soc.
- Taylor cone, 2021 Taylore cone. [Online.]. (2021). Dostupné z: http://en.wikipedia.org/wiki/Taylor_cone#cite_note-0.
- Vašek, 1973 Vašek, L.: Fyzika I – část 2 – Kmity, vlny, optika. 1. Vydání. (1973). Praha: SNTL. ISBN: 05-049-73
- Yudakhina, 2017 Yudakhina, I.: Modernizace a automatizace zařízení pro detekci elektricky nabitých vrstevv polymerních roztocích, diplomová práce. (2017). Fakulta textilní TUL.



Seznam obrázků:

Obr. č. 1: Rozdělení polymerů na základě fyzikálních vlastností, převzato z (Ducháček, 2006).....	8
Obr. č. 2: Elektrické zvlákňování na přístroji NANISPIDER™ (převzato z Lukáš, 2009).....	10
Obr. č. 3: Taylorův kužel na povrchu kapky, převzato z (Wikipedia: Taylor Cone, 2008).....	11
Obr. č. 4: Šíření elektrické intenzity nepolarizovaného světla, převzato z (Halliday et al., 1993).....	13
Obr. č. 5: Šíření elektrické intenzity polarizovaného světla, převzato z (Halliday et al., 1993).....	13
Obr. č. 6: Pohled na zvětšený tekutý krystal, převzato z (Doleček, 2005).....	13
Obr. č. 7: Klidový stav displeje – světlo přes LC prochází (1- světelný zdroj, 2 a 5 – polarizační filtry, 3 – orientační filtry, 4 – vrstva LC), převzato z (Podstufka, 2003).....	14
Obr. č. 8: Stav displeje při napětí– světlo přes LC neprochází (1- světelný zdroj, 2 a 5 – polarizační filtry, 3 – orientační filtry, 4 – vrstva LC), převzato z (Podstufka, 2003).....	15
Obr. č. 9: Zvětšený pixel a jeho složení ze tří barevných filtrů, převzato z (Kováč, 2005).....	15
Obr. č. 10: Schéma funkce zobrazení při nastavení okuláru na konvenční vzdálenost....	16
Obr. č. 11: Schéma funkce zobrazení při nastavení okuláru na pozorování v nekonečnu.....	17
Obr. č. 12: Interference světelných vln, převzato z (Halliday, et. al, 2006).....	18
Obr. č. 13: Skládání vln a výsledná vlna při interferenčním maximu (a) a minimu (b), převzato z (Wikipedia: Interference, 2001, 2010).....	18
Obr. č. 14: Pozorování světlo nepropustného vzorku ve světlém poli, převzato z (Pokorný, 2010).....	19
Obr. č. 15: Pozorování světlo nepropustného vzorku v tmavém poli, převzato z (Pokorný, 2010).....	20
Obr. č. 16: Princip polarizace světla, převzato z (Specialized Microscopy Techniques, 2000).....	20
Obr. č. 17: Princip polarizační mikroskopie, převzato z (Specialized Microscopy Techniques, 2000).....	21



Obr. č. 18: Fotografie polarizačního mikroskopu MEOPTA – uspořádání jeho hlavních částí: 1 - spodní zrcátko, 2 - polarizátor, 3 - otočný stolek, 4 - objektiv, 5 - analyzátor, 6 - okulár a 7 – rám.....	24
Obr. č. 19: Model testovacího přípravku, pohled shora: 1 – tělo testovacího přípravku, 2 – výřez pro umístění podložního sklíčka, 3 – teflonový kroužek, 4 – roztok polymeru.....	26
Obr. č. 20: Model testovacího přípravku, pohled z boku: 1 – tělo testovacího přípravku, 2 – výřez pro umístění podložního sklíčka, 3 – teflonový kroužek, 4 – roztok polymeru, 5 – elektroda, 6 – uzemnění, 7 – podložní a krycí sklíčko.....	26
Obr. č. 21: Model testovacího přípravku: 1 – tělo testovacího přípravku, 2 – výřez pro umístění podložního sklíčka, 3 – teflonový kroužek, 4 – roztok polymeru, 5 – elektroda, 6 – uzemnění, 7 – podložní a krycí sklíčko.....	27
Obr. č. 22: Řez modelem testovacího přípravku: 1 – tělo testovacího přípravku, 2 – výřez pro umístění podložního sklíčka, 3 – teflonový kroužek, 4 – roztok polymeru, 5 – elektroda, 6 – uzemnění, 7 – podložní a krycí sklíčko.....	27
Obr. č. 23: Vizualizace průchodu vysokého napětí (15 kV) skrz testovací přípravek, pohled ze strany.....	28
Obr. č. 24: Vizualizace průchodu vysokého napětí (15 kV) skrz testovací přípravek, pohled shora.....	28
Obr. č. 25: Vizualizace průchodu vysokého napětí (15 kV) skrz testovací přípravek, přiblížení na kroužek s polymerem.....	29
Obr. č. 26: Monomerní jednotka PVB.....	30
Obr. č. 27: Monomerní jednotka PA6.....	31
Obr. č. 28: Monomerní jednotka PMMA.....	31
Obr. č. 29: Monomerní jednotka PCL.....	32
Obr. č. 30: Monomerní jednotka PS.....	32
Obr. č. 31: Fotografie pohledu do mikroskopu na pozorovaný kroužek, bez polymeru...33	33
Obr. č. 32: Fotodokumentace tří měření působení vysokého napětí na roztok PVB.....	34, 35
Obr. č. 33: Fotodokumentace tří měření působení vysokého napětí na roztok PA6.....	36, 37
Obr. č. 34: Fotodokumentace tří měření působení vysokého napětí na roztok PMMA.....	37, 38



Obr. č. 35: Fotodokumentace tří měření působení vysokého napětí na roztok PCL.....	39, 40
Obr. č. 36: Fotodokumentace tří měření působení vysokého napětí na roztok PS.....	40, 41

Seznam tabulek

Tabulka č.1: Příprava roztoku PVB.....	30
Tabulka č. 2: Příprava roztoku PA6.....	30
Tabulka č. 3: Příprava roztoku PMMA.....	31
Tabulka č. 4: Příprava roztoku PCL.....	32
Tabulka č. 5: Příprava roztoku PS.....	32

Seznam rovnic

(1) Výpočet elektrické intenzity.....	10
(2) Výpočet velikosti Taylorova úhlu.....	11
(3) Výpočet indexu lomu světla.....	12

