

# Vliv molekulové hmotnosti PVB na jeho zvláknitelnost střídavým proudem

## Bakalářská práce

*Studijní program:*

B3107 Textil

*Studijní obor:*

Textilní technologie, materiály a nanomateriály

*Autor práce:*

**Jan Vinter**

*Vedoucí práce:*

Ing. Tomáš Kalous

Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů





## Zadání bakalářské práce

# Vliv molekulové hmotnosti PVB na jeho zvláknitelnost střídavým proudem

*Jméno a příjmení:* **Jan Vinter**  
*Osobní číslo:* T17000090  
*Studijní program:* B3107 Textil  
*Studijní obor:* Textilní technologie, materiály a nanomateriály  
*Zadávací katedra:* Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů  
*Akademický rok:* **2018/2019**

### Zásady pro vypracování:

1. Rešerše daného tématu.
2. Návrh vhodných měřených vlastností a výběr použitelných molekulových hmotností PVB a koncentrací roztoků.
3. Příprava nanovláknenných vrstev a jejich analýza.
4. Vyhodnocení výsledků a zpracování závěru.

*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. POKORNY, P., E. KOSTAKOVA, F. SANETRNIK, et al. Effective AC needleless and collectorless electrospinning for yarn production. Phys. Chem. Chem. Phys [online]. 2014, 16(48), 26816-26822.
2. SHENOY, Suresh L., W. Douglas BATES, Harry L. FRISCH a Gary E. WNEK. Role of chain entanglements on fiber formation during electrospinning of polymer solutions. Polymer [online]. 2005, 46(10), 3372-3384, PVB: Technical datasheet. Kuraray EU [online].

*Vedoucí práce:*

Ing. Tomáš Kalous  
Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů

*Datum zadání práce:*

20. dubna 2019

*Předpokládaný termín odevzdání:*

10. srpna 2020

Ing. Jana Drašarová, Ph.D.  
děkanka

L.S.

Ing. Jiří Chvojka, Ph.D.  
vedoucí katedry

## Prohlášení

Prohlašuji, že svou bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně jako původní dílo s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé bakalářské práce a konzultantem.

Jsem si vědom toho, že na mou bakalářskou 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 bakalářské práce pro vnitřní potřebu Technické univerzity v Liberci.

Užiji-li bakalářskou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom 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 bakalářská 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 vědom následků, které podle zákona o vysokých školách mohou vyplývat z porušení tohoto prohlášení.

6. srpna 2020

Jan Vinter

## **Poděkování**

Za pomoc při zpracování této bakalářské práce bych chtěl především poděkovat Ing. Tomáši Kalousovi a Ing. Pavlu Holcovi za poskytnuté materiály, cenné konzultace a odbornou pomoc při praktických provedeních experimentů na AC zvláknovacím zařízení pro výrobu membrán KOMES. Také bych chtěl poděkovat blízkým přátelům za pomoc a podporu. Závěrem bych chtěl velice poděkovat své rodině za materiální i psychickou podporu během studia.

## **Anotace**

Bakalářská práce se zabývá vlivem molekulové hmotnosti polyvinylbutyralu (PVB) na jeho zvláknitelnost střídavým proudem. Práce je rozčleněna na dvě části, a to teoretickou a experimentální. V teoretické části jsou popsány vlastnosti nanovláken a technologií, ze kterých jsou nanovláknena vyráběna, zejména je věnována pozornost elektrickému zvláknování střídavým proudem. Dále jsou v teoretické části popsány vlastnosti PVB a vlivy molekulové hmotnosti na tvorbu vláken během elektrického zvláknování. Experimentální část byla zaměřena na testování rozdílné molekulové hmotnosti o různých koncentracích polymerního roztoku. Zjišťovalo se, zda PVB o dané molekulové hmotnosti a koncentraci zvláknuje, pokud došlo ke zvláknění, byly následně měřeny výtěžnosti, průměry vláken a poté byl pozorován mikroskopický a makroskopický vzhled. Také byly připravené směsi PVB a ty byly následně testovány. Hlavní část práce se věnuje stanovení závislosti zvláknitelnosti dané molekulové hmotnosti na koncentraci roztoku. Zvláknění PVB bylo provedeno na přístroji KOMES.

## **Klíčová slova**

Střídavé elektrické zvláknování, molekulová hmotnost, nanovláknena, polymerní zapleteniny, polyvinylbutyral

## **Abstract**

The bachelor thesis deals with the Effect of Molecular Weight of PVB on spinnability using AC power source. The first part of the work is theoretical and describes the properties of nanofibers and technologies that produce nanofibers, especially attention is paid to electric spinning with alternating current. Furthermore, the theoretical part describes the properties of PVB and how molecular weight effects the formation of fibres during electrospinning. The experimental part was focused on testing different molecular weights with different concentrations of polymer solutions. Whether PVB of specific molecular weight and concentration spun, then the diameter of fibers and the microscopic and macroscopic properties were observed. Thereafter, blends of PVB were tested as well. These Blends had been prepared from the previously spun PVB solutions. The main part of the work was to determine the dependence of spinnability on the concentration of the solution. PVB spinning was performed on the KOMES device.

## **Key words**

Alternating current electrospinning, molecular weight, nanofibers, polymer entanglements, polyvinylbutyral.

# Obsah

Úvod a cíle práce .....	6
<b>I Literární rešerše .....</b>	<b>7</b>
1. Úvod do nanovlákných materiálů .....	8
2. Technologie výroby nanovláken.....	9
2.1. Tažení (Drawing) .....	9
2.2. Syntéza šablonou (Template Synthesis).....	10
2.3 Fázová separace (Phase Separation) .....	10
2.4. Technologie Melt-blown .....	11
2.5. Výroba bikomponentních vláken .....	12
2.6. Forcspinnig – Centrifugal spinning – Odstředivé zvlákňování.....	13
3. Elektrické zvlákňování.....	15
3.1. Bezjehlové zvlákňování (Needleless electrospinning).....	16
3.2. AC electrospinning.....	17
3.2.1. Nanovláknenné materiály vyrobené zvlákňováním střídavým proudem.....	18
3.2.2. Zařízení pro AC electrospinning .....	19
4. Polyvinylbutyral.....	20
4.1. Koncentrace roztoku .....	21
4.2. Molární hmotnost a její distribuce .....	22
4.3. Vliv molekulové hmotnosti na elektrické zvlákňování.....	23
4.4. Polymerní zapleteniny .....	25
4.5. PVB (Polyvinylbutyral).....	25
<b>II Experimentální část.....</b>	<b>27</b>
5. Popis použitého PVB .....	28
6. Příprava roztoků PVB .....	29
7. AC zvlákňování na zařízení KOMES .....	30
8. Testování vlivu molekulové hmotnosti a koncentrace PVB na zvlákňitelnost AC .....	31
8.1. PVB <sub>60</sub> 8% (37 kV).....	31
8.2. PVB <sub>60</sub> 8% (28 kV).....	32
8.3. PVB <sub>60</sub> 10% (37 kV).....	32
8.4. PVB <sub>60</sub> 10% (28 kV).....	33
8.4. PVB <sub>60</sub> 12% (28 kV).....	33
8.6. PVB <sub>75</sub> 3%, 5% a 7% (28 kV) .....	33
8.9. PVB <sub>45</sub> 13%, 15% a 17% (28 kV) .....	35

9. Plošné hmotnosti nanovláknenných vrstev .....	36
9.1. Výrobnost .....	37
10. Vyhodnocení snímků pořízené na skenovacím elektronovém mikroskopu (SEM)....	38
10.1. PVB <sub>60</sub> 8% (37 kV, 28 kV).....	38
10.2. PVB <sub>60</sub> 10% (37 kV, 28 kV).....	39
10.3. PVB <sub>75</sub> 3%, 5% a 7%, (28 kV) .....	40
10.4. PVB <sub>60</sub> 10% (30 kV, 37 kV).....	41
10.5. PVB <sub>60</sub> 12% (30 kV, 37k).....	42
11. Směsi PVB <sub>45</sub> ,PVB <sub>60</sub> , PVB <sub>75</sub> .....	44
11.1. PVB <sub>45</sub> :PVB <sub>60</sub> 12% (1:1, 30 kV) .....	44
11.2. PVB <sub>45</sub> :PVB <sub>60</sub> 12% (1:1, 37 kV) .....	45
11.3. PVB <sub>45</sub> :PVB <sub>60</sub> 14% (2:1, 30 kV) .....	45
11.4. PVB <sub>60</sub> :PVB <sub>75</sub> 8% (1:1, 30 kV) .....	46
11.5. PVB <sub>60</sub> :PVB <sub>75</sub> 8% (1:1, 25 kV) .....	46
11.6. PVB <sub>60</sub> :PVB <sub>75</sub> 6% (1:2, 30 kV).....	47
11.7. PVB <sub>60</sub> :PVB <sub>75</sub> 6% (1:2, 37 kV) .....	47
11.8. PVB <sub>60</sub> :PVB <sub>75</sub> 6% (1:2, 25 kV) .....	47
11.9. PVB <sub>45</sub> :PVB <sub>75</sub> , 10% (1:1, 25 kV).....	48
12. Plošné hmotnosti směsí.....	49
12.1. Výrobnost .....	49
13. Vyhodnocení snímků nanovláknenných vrstev směsí pořízených na SEM .....	50
13.1. PVB <sub>45</sub> :PVB <sub>60</sub> 12% (1:1, 30 kV).....	50
13.2. PVB <sub>45</sub> :PVB <sub>60</sub> 12% (1:1, 37 kV) .....	51
13.3. PVB <sub>45</sub> :PVB <sub>60</sub> 14% (2:1 30 kV) .....	52
13.4. PVB <sub>60</sub> :PVB <sub>75</sub> 8% (1:1, 30 kV) .....	53
13.5. PVB <sub>60</sub> :PVB <sub>75</sub> 8% (1:1 25 kV) .....	54
13.6. PVB <sub>60</sub> :PVB <sub>75</sub> 6% (1:2, 30 kV).....	55
13.7. PVB <sub>60</sub> :PVB <sub>75</sub> 6% (1:2, 25 kV) .....	56
14. Vyhodnocení .....	57
15. Závěr a doporučení .....	61
Použitá literatura.....	63
Přílohy.....	67
PVB <sub>60</sub> 12% (28 kV).....	67



## Seznám obrázků

Obrázek 1: Proces výroby technologií drawing .....	9
Obrázek 2: Kontinuálně tažená soustava vláken na silikonovém podkladu .....	10
Obrázek 3: Schéma procesu syntéza šablonou .....	10
Obrázek 4: Proces fázové separace .....	11
Obrázek 5: Schéma zařízení melt – blown .....	12
Obrázek 6: Typy bikomponentních vláken .....	12
Obrázek 7: Schéma zvlákňovacích hlav v technologii Forcespinning .....	14
Obrázek 8: Schéma principu elektrického zvlákňování .....	15
Obrázek 9: Zásobník v Nanospideru, .....	17
Obrázek 10: Vznik trysek při AC elektrickém zvlákňování .....	19
Obrázek 11: Umístění Elektrody a pohonné jednotky na pracovním stole .....	19
Obrázek 12: etylen, polyetylen .....	20
Obrázek 13: Průchod polymeru tryskou .....	21
Obrázek 14: Diferenciální a integrální distribuční křivky .....	23
Obrázek 15: Zapleteniny pokryté molekulami rozpouštědla .....	24
Obrázek 16: Polymerní zapleteniny .....	24
Obrázek 17: "Směsi" monomerních jednotek vinylbutyralu, vinylalkoholu a vinylacetátu ....	26
Obrázek 18: Nanovláknenná vlečka vytvořená na řízení KOMES .....	30
Obrázek 19: Zařízení KOMES .....	30
Obrázek 20: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva .....	31
Obrázek 21: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva .....	32
Obrázek 22: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva .....	32
Obrázek 23: Nanovláknenná vrstva .....	33
Obrázek 24: Snímky nanovláknenné vlečky .....	34
Obrázek 25: Snímky nanovláknenné vrstvy .....	34
Obrázek 26: Snímky nanovláknenné vlečky .....	35
Obrázek 27: Snímky nanovláknenné vrstvy .....	35
Obrázek 28: Snímky ze SEM .....	38
Obrázek 29: Histogram četností velikostí průměrů vláken PVB60 8% .....	39
Obrázek 30: Snímky ze SEM .....	39
Obrázek 31: Histogram četností velikostí průměrů vláken PVB60 10% .....	40
Obrázek 32: Snímky ze SEM .....	40
Obrázek 33: Histogram četností velikostí průměrů vláken PVB75 3%, 5% a 7% .....	41
Obrázek 34: Snímky ze SEM .....	41
Obrázek 35: Histogram četností velikostí průměrů vláken PVB60 10% .....	42
Obrázek 36: Snímky ze SEM .....	42
Obrázek 37: Histogram četností velikostí průměrů vláken PVB60 .....	43
Obrázek 38: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva PVB45: PVB60 .....	44
Obrázek 39: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva PVB45: PVB60 .....	45
Obrázek 40: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva PVB45: PVB60 .....	45
Obrázek 41: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva PVB60: PVB75 .....	46
Obrázek 42: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva PVB60: PVB75 .....	46
Obrázek 43: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva PVB60: PVB75 .....	47
Obrázek 44: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva PVB60: PVB75 .....	47

Obrázek 45: Neřízené odletování vláken od trysky .....	48
Obrázek 46: Nanovláknenná vrstva <i>PVB45: PVB60</i> .....	50
Obrázek 47: Histogram četností průměrů vláken <i>PVB45: PVB60</i> .....	50
Obrázek 48: Nanovláknenná vrstva <i>PVB45: PVB60</i> .....	51
Obrázek 49: Histogram četností průměrů vláken <i>PVB45: PVB60</i> .....	51
Obrázek 50: Nanovláknenná vrstva <i>PVB45: PVB60</i> .....	52
Obrázek 51: Histogram četností průměrů vláken <i>PVB45: PVB60</i> .....	52
Obrázek 52: Nanovláknenná vrstva <i>PVB60: PVB75</i> .....	53
Obrázek 53 Histogram četností průměrů vláken <i>PVB60: PVB75</i> .....	53
Obrázek 54: Nanovláknenná vrstva <i>PVB60: PVB75</i> 8%.....	54
Obrázek 55: Histogram četností průměrů vláken <i>PVB60: PVB75</i> .....	54
Obrázek 56: Nanovláknenná vrstva <i>PVB60: PVB75</i> .....	55
Obrázek 57: Histogram četností průměrů vláken <i>PVB60: PVB75</i> .....	55
Obrázek 58: Nanovláknenná vrstva <i>PVB60: PVB75</i> .....	56
Obrázek 59: Histogram četností průměrů vláken <i>PVB60: PVB75</i> .....	56
Obrázek 60: nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva.....	67
Obrázek 61: <i>PVB60 12%</i> .....	68
Obrázek 62: Histogram četností průměrů vláken <i>PVB60</i> .....	68

## Seznam použitých zkratek a výrazů:

$\mu\text{m}$	Mikrometr [ $\text{m} \cdot 10^{-6}$ ]
$\varphi$	Objemový zlomek
AC	Alternating current electrospinning
C	Látková koncentrace $\left[\frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}\right]$
cm	Centimetr [ $\text{m} \cdot 10^{-2}$ ]
DC	Direct current electrospinning
DK	Distribuční křivky
f	Relativní četnost [%]
h	Hodina
KOMES	Komorový Membránový Spinner
m	Hmotnost [kg]
M	Molární hmotnost $\left[\frac{\text{g}}{\text{mol}}\right]$
$m_0$	Klidová hmotnost molekuly
$M_m$	Molární hmotnost monomeru
$\bar{M}_n$	Početně průměrná molární hmotnost
$M_p$	Molární hmotnost polymeru
$M_r$	Relativní molekulová hmotnost
$m_u$	Atomová hmotnostní konstanta
$\bar{M}_w$	Hmotnostně průměrná molární hmotnost
n	Látkové množství [mol]
$N_A$	Avogadrova konstanta
nm	Nanometr [ $\text{m} \cdot 10^{-9}$ ]
P	Polymerační stupeň
PA 6	Polyamid 6
PLC	Polykaprolakton
PLCL	Kopolymer polykaprolaktonu a kyseliny mléčné
PVA	Polyvinylalkohol
PVAc	Polyvinylacetát
PVB	Polyvinylbutyral
SEM	Skenovací elektronový mikroskop
w	Hmotnostní zlomek
x	Molární zlomek

## Úvod a cíle práce

Bakalářská práce se zabývá, jaký vliv má molekulová hmotnost na zvláknitelnost PVB střídavým proudem a vyšetřuje vliv molekulové hmotnosti na morfologii vyrobených nanovláknenných struktur. Molekulová hmotnost je důležitá vlastnost polymeru při procesu výroby nanovláken elektrickým zvlákněním. Molekulová hmotnost a další parametry roztoku jako viskozita, koncentrace, počet zapletenin jsou na sobě závislé proměnné a ovlivňují proces elektrického zvlákněním a následnou morfologii vláken.

Použitá technologie elektrické zvlákněním střídavým proudem je metoda určená pro výrobu nanovláken. Vhodný roztok polymeru je schopen reagovat na změny polarity elektrického pole a přizpůsobit se mu. V případě této technologie odpadá potřeba uzemněného, nebo opačně nabitého kolektoru. Zvlákněním střídavým proudem proběhlo na zařízení KOMES. Toto zařízení umožňuje diskontinuální výrobu plošné kompozitní nanovláknenné membrány s použitím nosiče spunbond.

Literární rešerše se věnuje základním pojmům z oblasti nanovláknenných technologií a shrnuje poznatky z oblasti nanovláknenných materiálů a technologií, pomocí kterých se nanovláknenné materiály vyrábějí. Dále se rešerše věnuje pojmům z oblasti polymerů, též zkoumá vlastnosti polymerního roztoku s rozdílnou molekulovou hmotností během elektrického zvlákněním.

Distribuce molární hmotnosti je podstatou při přizpůsobování polymerních struktur pro různá konečná použití, a proto cílem této práce bylo provedení výzkumu s rozdílnými molekulovými hmotnostmi PVB (Mowital B 45 H,  $M_w = 45,000 \text{ g/mol}$ ), PVB (Mowital B 60 H,  $M_w = 60,000 \text{ g/mol}$ ), PVB (Mowital B 75 H,  $M_w = 75,000 \text{ g/mol}$ ) o různých koncentracích.

Zjišťovalo se, zda PVB o dané molekulové hmotnosti a koncentraci zvlákněním, pokud došlo ke zvlákněním, potom byly měřeny výtěžnosti, průměry vláken a následně byl pozorován mikroskopický a makroskopický vzhled nanovláknenné struktury. Hlavní částí práce bylo stanovení závislosti zvláknitelnosti na koncentraci roztoku. Po zjištění vhodných molekulových hmotností a koncentracích roztoku byly připravené směsi PVB o různých molekulových hmotnostech a byly pozorovány stejné parametry jako u předchozích roztoků.

# I Literární rešerše

Rešeršní část je zaměřená na získání přehledu a upřesnění pojmů v oblasti nanovláknenných materiálů. V práci je popsána definice pro rozměr nanovláken a také oblasti užití nanovláken. Dále v práci jsou popsány technologie, kterými je možno produkovat nanovláknena. V další části je více věnována pozornost electrospinningu, a to jak DC, tak AC. V neposlední řadě byly vysvětleny pojmy z hlediska polymeru polyvinylbutyralu a vlastností polyvinylbutyralu, které jsou ovlivněné molekulovou hmotností.

# 1. Úvod do nanovláknenných materiálů

Nanotechnologie je považována za technologii budoucnosti. Nanotechnologie se v dnešní době považuje za pokročilou výrobní technologii a může se nazývat „Hi - tech“, protože dosahuje teoretického limitu přesnosti, který je dán velikostí molekuly nebo atomu. Ve výrobním průmyslu je možno vidět dva vzájemně propojené trendy. První trend je snaha k miniaturizaci a druhý trend je snaha o co nejpřesnější zpracování. Oba trendy se setkávají v oblasti nanotechnologií, protože směřují k rozměrům, které leží v rozmezí několika nanometrů [1].

Nanotechnologie se zabývá materiály a systémy, které mají tyto klíčové vlastnosti [2]:

- mají alespoň jeden rozměr v intervalu 1 až 100 nm,
- jsou navrženy prostřednictvím procesů, které vykazují základní kontrolu nad fyzikálními a chemickými atributy struktur molekulárního měřítka,
- vyrobený materiálový systém by měl být vhodný ke zhotovení větších konečných struktur.

Nanotechnologie přinesly nové možnosti produktů, které mají vynikající vlastnosti, díky nimž jsou cenné pro širokou škálu aplikací. Jedním z důležitých výstupů nanotechnologického odvětví jsou nanovláknena. Ačkoli skutečná definice nanomateriálového systému je taková, že alespoň jeden rozměr musí být menší než 100 nm, u nanovláken byla dohodou stanovena hranice, že alespoň jeden rozměr musí být pod 1000 nm. Polymerní nanovláknena jsou velice jemná a mají vysokou flexibilitu. Výsledkem je, že nanovláknenné struktury mají velký specifický povrch, také obsahují mikro póry, z toho vyplývá vysoká porozita vláken [3].

Nanovláknenné materiály se staly nedílnou součástí nejrůznějších komponentů v mnoha aplikacích, částečně je to oblast medicíny a materiálového inženýrství. Do toho jsou zahrnuty materiály pro ochranu, senzory, kosmetiku, hygienu, filtraci a skladování elektřiny. Ve tkáňovém inženýrství našly vláknenné materiály uplatnění jako mikro nebo nanovláknenné scaffoldy (nosiče). Tyto scaffoldy mají jedinečné biomechanické vlastnosti, které jsou ve tkáňovém inženýrství žádané [4]. Nanovláknena mohou být vyráběna řadou různých technik využívajících fyzikální, chemické, tepelné a elektrické technologie výroby. Značně používaná a zkoumaná technologie v této oblasti je elektrické zvláknění. Rozšířené jsou jehlové nebo kapilární (needle electrospinning) a bez jehlové (needleless electrospinning) zvláknovací technologie. Obě metody využívají vysokonapěťových zdrojů stejnosměrného proudu (DC- direct current electrospinning) nebo střídavého proudu (AC- alternating current electrospinning) [3,5].

## 2. Technologie výroby nanovláken

Elektrické zvlákňování je oblíbenou technologií pro akademické výzkumy, ačkoli pro široké rozšíření průmyslové výroby zůstává technologie stále nedosahuje tak vysokých produkčních rychlostí jako například Melt-blown [6]. Přesto jsou nanovlákná oblíbená pro jejich specifické vlastnosti a mohou být vyráběna řadou dalších technik jako například [7]:

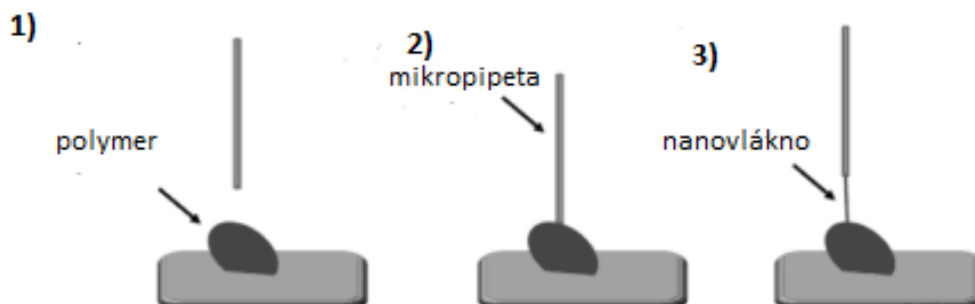
- tažením (Drawing),
- syntéza šablonou (Template Synthesis),
- fázovou separací (Phase Separation),
- samosestavováním (Self-Assembly),
- technologie Melt-blown,
- výrobou bikomponentních vláken,
- odstředivým zvlákňováním (Forcespinning).

### 2.1. Tažení (Drawing)

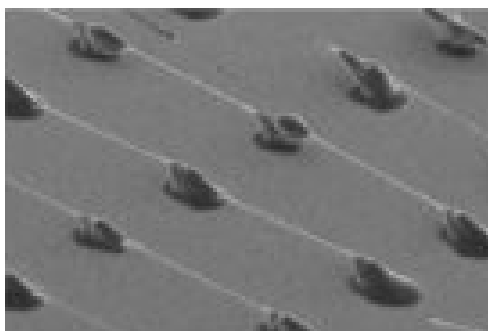
Drawing je jednou z možností, jak připravit polymerní nebo anorganická nanovlákná. V porovnání s ostatními technologiemi je Drawing spíše technologií laboratorní. Většinou jsou vyráběna jen individuální nanovlákná nebo mikrovlákná. Díky možnosti přípravy vláken s velikostí průměrů od mikro až po nanometry jsou polymerní nebo anorganická vlákná využívána hlavně v elektronických zařízeních nebo v optických senzorech [8]. Standardní rychlost mikro pipety je  $104 \text{ ms}^{-1}$ . Při tažení polymerního vlákna se rozpouštědlo vypařuje. Rychlost vypařování rozpouštědla a rychlost tažení vlákna jsou parametry určující finální vlastnosti zhotovených vláken. Výhoda této technologie je snadné ovládání procesu výroby vláken, také je relativně ekonomicky přívětivá. Avšak jednou z hlavních nevýhod je nízká produkce [9].

Proces výroby vlákna technologií drawing (viz obrázek 1) [9]:

1. umístění kapky polymeru na substrát,
2. mikropipeta se dotkne stěny kapky,
3. proces tažení vlákna.



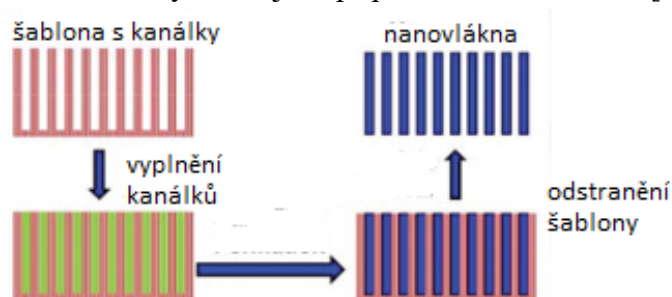
Obrázek 1: Proces výroby technologií drawing [9]



Obrázek 2: Kontinuálně tažená soustava vláken na silikonovém podkladu [8]

## 2.2. Syntéza šablonou (Template Synthesis)

Pomocí metody syntéza šablonou se vyrábí nanovláknna v dutých kanálcích v porézních keramických nebo polymerních šablonách (viz obrázek 3) [10]. Prvním krokem je vyplnění monomerů do pórů šablony. Polymerní nanovláknna se vyrábí chemicky nebo elektrochemicky z monomerů v porézní matici. Separovaná nanovláknna se získají rozpuštěním nebo leptáním šablony. Kromě použití monomerů umožňuje syntéza šablonou také nanovláknna vyrábět z roztoků polymerů. Během výroby nanovláken z polymerního roztoku jsou používány větší průměry dutých kanálků kvůli vysoké viskozitě roztoku, která ztěžuje použití dutých kanálků s malým průměrem. To má za následek, že nanovláknna vyrobená z polymerních roztoků mají větší průměry ve srovnání s vlákny, která jsou připravena z monomerů [7].



Obrázek 3: Schéma procesu syntéza šablonou [7]

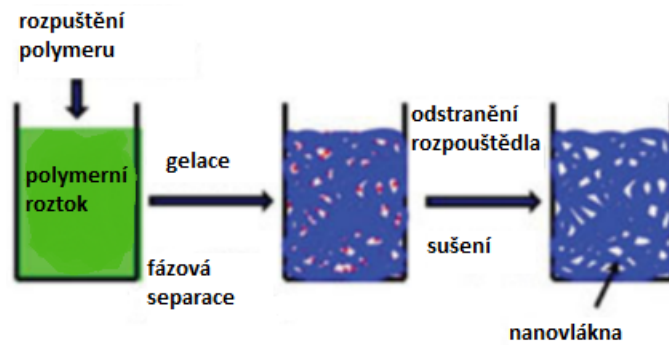
## 2.3. Fázová separace (Phase Separation)

Metodu fázové separace lze také použít k výrobě nanovláken. Typický proces fázové separace pro výrobu nanovláken zahrnuje rozpuštění polymeru, gelaci, fázovou separaci, odstranění rozpouštědla a sušení [11]. Polymer se nejprve rozpustí za vzniku homogenního roztoku při pokojové nebo při zvýšené teplotě. Roztok se potom udržuje na teplotě gelování, kde polymerní roztok vytvoří gel a separace fází vytvoří nanovláknennou matici. Po odstranění rozpouštědla a vysušení matrice se vytvoří nanovláknna (viz obrázek 4) [7].

Výhodou metody fázové separace je to, že morfologii připravených scaffoldů lze regulovat změnou parametrů, jako je typ a koncentrace polymeru, teplota gelování a použití různých typů porogenů. Tato metoda může být také užitečná pro přípravu scaffoldů různých tvarů, protože se přímo vyrábí z nanovláknenné vrstvy.

I když jde o jednoduchou technologii méně náročnou na zařízení, separace fází zůstává laboratorním postupem, který je omezen na několik polymerů. Vláknna mají průměry 50 až 500 nm a tvoří strukturu „nekonečných vláken“ [12].





Obrázek 4: Proces fázové separace [7]

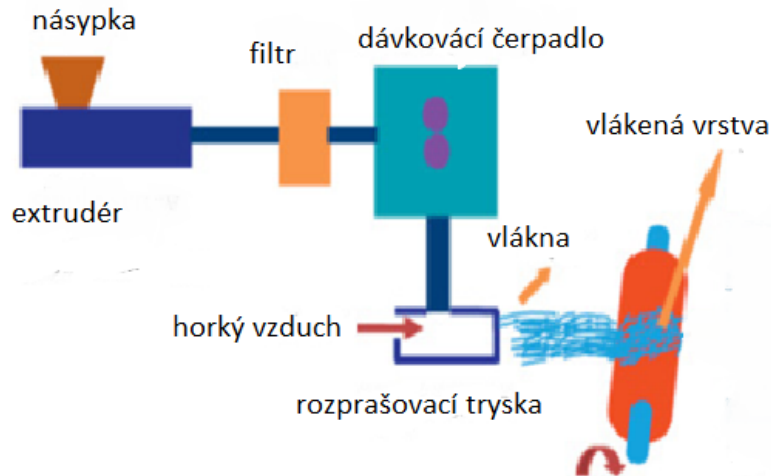
## 2.4. Technologie Melt-blown

Název technologie po přeložení z anglického jazyka znamená tavení a foukání, ale do češtiny se název této technologie nepřekládá. Tato netkaná technologie je jedna z předně využívaných na výrobu nanovláken. U výroby melt-blown lze vyrábět různé průměry vláken, typicky jsou vyráběna mikrovlákná o průměru 2 až 4  $\mu\text{m}$ . Tímto procesem lze vyrobit vlákna i velmi jemná, 100 nm v průměru, anebo vlákna podobná běžným textilním vláknům o průměru 10 až 15  $\mu\text{m}$  [13]. Struktura vláken vyrobených melt-blown technologií může být ovlivněna selektivními procesními parametry jako rychlost proudění vzduchu, index toku polymeru, teplota polymerní taveniny a vzduchu, vnitřní vlastnosti polymerní taveniny, geometrie trysky a podobně [7].

Při výrobním procesu je nejprve polymer taven, a následně proudí tavenina simultánně skrz řadu trysek, tento proces je následován dloužením vláken následkem tepla a velké rychlosti proudění vzduchu. Na výslednou jemnost vláken má velký vliv průměr trysek. Vlákna jsou formována do náhodně uspořádané netkané textilie [7].

Technologický postup výroby melt-blown se skládá z následujících základních operací [13]:

- a) tavení polymeru a dopravy taveniny k hubici,
- b) formování vláken,
- c) strhávání taveniny proudem vzduchu, dloužení vláken a jejich chlazení,
- d) formování vlákenné vrstvy na porézním sběrném bubnu nebo pásu,
- e) pojení,
- f) navíjení.

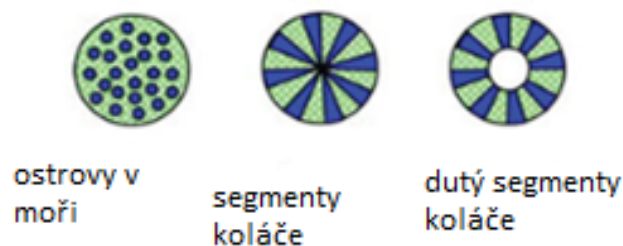


Obrázek 5: Schéma zařízení melt – blown [23]

## 2.5. Výroba bikomponentních vláken

Bikomponentní vlákna jsou vyráběna z rozdílných komponent. Je také možné odstranit jednu komponentu ze struktury bikomponentního vlákna. Jednotlivé komponenty jsou nemísitelné polymery uspořádané v průřezu vlákna [15]. Aby bylo možné vyrobit nanovlákna, musí mít alespoň jedna ze složek průřez v nano rozměru. Běžně viditelné tvary průřezu dvousložkových vláken jsou Island-in-the-sea (ostrovky v moři), segmented pie (segmenty koláče) a duté segmenty koláče [7].

Obrázek 6 ukazuje tvary průřezů těchto dvousložkových vláken. Obecně při zhotovení typu průřezu vlákna ostrovky v moři je několik jednotlivých fibril (ostrovů) vyrobených z jedné polymerní složky obklopeno matricí (mořem) vyrobenou z jiné polymerní složky. Ve struktuře průřezu vláken segmenty koláče jsou dvě polymerní komponenty uspořádány alternativně podél obvodu průřezu vlákna, zatímco tvar průřezu vlákna duté segmenty koláče má kromě charakteristik segmenty koláče také dutou centrální část vlákna. Tato dvousložková vlákna jsou tvořena extruzí dvou polymerních tavenin skrze zvláknovací trysku s požadovaným uspořádáním průřezu [16].



Obrázek 6: Typy bikomponentních vláken [7]

Bikomponentní vlákna produkované technologií Island-in-the-sea využívá například společnost Hills při výrobě nanovláken. Island-in-the-sea je metoda, kdy se v jednom větším polymerním vlákne nachází řádově stovky až tisíce menších vláken. V laboratoři společnosti Hills jsou schopni zvláknit až 1200 vláken uvnitř jediného vlákna. Pomocí stejné technologie může být vyrobeno také duté vlákno [17].

## 2.6. Forcespinnig – Centrifugal spinning – odstředivé zvlákňování

Odstředivé zvlákňování může reprezentovat několik názvů jako Centrifugal spinning, Forcespinnig<sup>TM</sup> nebo rotary jet spinning, všechny tyto názvy představují technologii, která je schopná produkovat vlákna pouze odstředivým zvlákňováním. Odstředivé síly jsou výsledkem rotace zvlákňovací hlavy a jsou nezbytné pro formování a dlužení vláken. V základu je možné kombinovat odstředivé zvlákňování s elektrickým polem k produkci vláken s elektro-odstředivou (electro-centrifugal) metodou. Vlákna mohou být formována z roztoku nebo také z taveniny. Forcespinnig má několik výhod v porovnání s elektrickým zvlákňováním, jednou z výhod je možnost zvlákňovat velké množství polymerních roztoků a kapalných forem materiálů, například taveniny polymeru, keramiky a kovů. Možnost velké řady zvláknitelných materiálů je způsobena odpadnutím požadavku na vodivost materiálu. Další cennou výhodou oproti electrospinningu je, že odstředivé zvlákňování dosahuje větších produkčních rychlostí. Vlákna jsou uspořádána v jednom směru na sběrači nebo na korektoru. Tato homogenní vlákenná vrstva může být použita pro mnoho aplikací. Například to může být v oblasti biomedicíny, scaffoldů ve tkáňovém inženýrství, systém pro dodávání léčiv, filtrace nebo v energetickém průmyslu. Materiály jako například polykaprolakton (PLC), polyvinylbutyral (PVB), polyamid (PA 6) polyvinylalkohol (PVOH), kopolymery kyseliny mléčné a kaprolaktonu (PLCL), kolagen a další byly úspěšně zvlákněny. Vlákna vyrobená odstředivým zvlákňováním obecně mají širokou distribuci průměrů vláken.

Velká variabilita výrobních zařízení, materiálů a procesních podmínek vede k produkci modifikovaných vláken, jako například pórovitá vlákna, bikomponentní vlákna, a dokonce hybridní nebo anorganická vlákna [18].

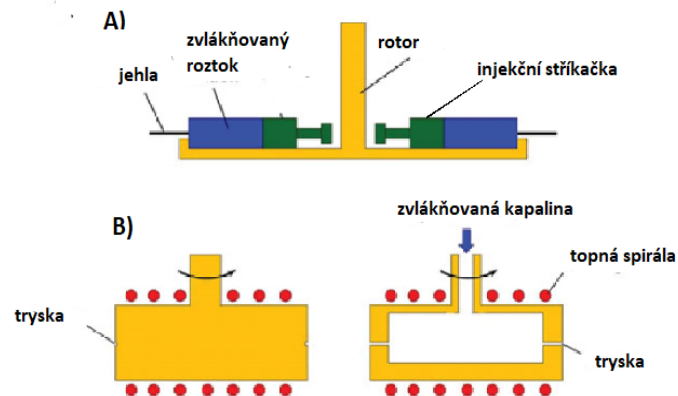
V základu Forcespinnig využívá dvě formy zvlákňování. První forma se nazývá jehlové (tryskové) odstředivé zvlákňování a druhá forma je bezjehlové odstředivé zvlákňování. Bezjehlové odstředivé zvlákňování bylo vyvinuto kvůli snadnému ucpání jehly, protože byla použita velmi viskózní kapalina nebo byl zvolen malý průměr jehly. Vlákna jsou formována z tenkého nánosou kapaliny, která je umístěna na horní ploše zvlákňovací hlavy. Tato zvlákňovací hlava má tvar disku [19].

Pro zařízení jehlového (tryskového) odstředivého zvlákňování je jednoznačně důležitou komponentou rotující zvlákňovací hlava. Existují dva odlišné hlavní typy zvlákňovací hlavy, které mohou být se zvlákňovací jehlou nebo s tryskou, přes tento rozdíl výrobní proces sdílí podobný dlužící proces vláken [9].

V případě jehlové zvlákňovací hlavy (Syringe-based spinning head) jsou k rotoru připojeny dvě nebo čtyři identické injekční stříkačky obsahující stejné množství zvlákněvané kapaliny (viz obrázek 7a). Při vysoké obvodové rychlosti generuje odstředivá síla současně z jehel připojených k injekčním stříkačkám dva proudy kapaliny. Úkolem této konstrukce sprádací hlavy je neustálé vyvážení hmotností dvou injekčních stříkaček obsahujících kapalinu během celého procesu zvlákňování [7].

V případě válcové zvlákňovací hlavy (Cylinder-shape spinning head) jsou zapuštěny dvě trysky na protilehlých stranách stěny válce. Průměr a délka trysky jsou důležité parametry pro řízení průměru vláken (viz obrázek 7b). Válcová zvlákňovací hlava formuje nanovlákna přímo z polymeru. Zmíněný způsob zvlákňování nanovláken je určen pro polymerní taveniny, a proto tato zvlákňovací hlava zahrnuje topnou spirálu, nebo jiné topné těleso [7].

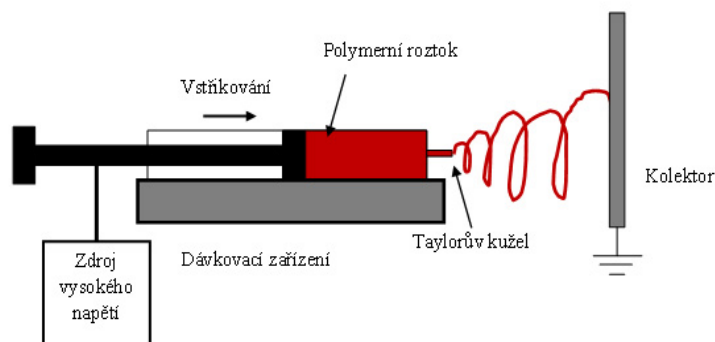
Během výrobního procesu je do zvlákňovací hlavy umístěna kapalina, která je odstředivána ven skrz několik trysek, které jsou v boční stěně zvlákňovací hlavy. Když rotační rychlost dosáhne kritické hodnoty, odstředivá síla překoná povrchové napětí kapaliny a ze špiček trysek zvlákňovací hlavy se začne urychlovat kapalina. Odstředivá síla společně s třecí silou vzduchu zúží proud kapaliny a potom dochází k formování a dloužení vláken. Kromě odstředivé síly a třecí síly vzduchu mohou formování nanovláken rovněž ovlivnit další procesní podmínky, jako například reologická síla, povrchové napětí a gravitační síla. Vydloužená vlákna se ukládají na povrchu sběrače nebo kolektoru a tvoří rohož nanovláken [7].



Obrázek 7: Schéma zvlákňovacích hlav v technologii Forcespinning [7]. **A)** – Jehlová zvlákňovací hlava (Syringe-based spinning head); **B)** – Válcová zvlákňovací hlava (Cylinder-shape spinning head)

### 3. Elektrické zvlákňování

Elektrické zvlákňování je technologie používána pro výrobu polymerních nanovláken s relativně konsistentní morfologií. Tato technologie používá elektrické pole k dloužení vláken, přičemž nepotřebuje externí mechanické síly [20]. Elektrické zvlákňování je všestranná technologie, zvlákňující rozdílné polymery. Při výrobě je částečně možné regulovat parametry výsledné vlákenné struktury, například průměr vláken a plošnou hmotnost [21]. Konvenční sestavu electrospinningu typicky tvoří zdroj vysokého napětí, elektroda (tryska) a kolektor [9]. Během procesu elektrického zvlákňování z trysky působí elektrické pole na kapku polymerního roztoku. Tato kapka polymeru se nachází na povrchu zvlákňovací trysky. Zvětšením intenzity elektrického pole také vzroste elektrický náboj v kapce polymerního roztoku, to zásadně změní tvar kapky a dojde ke vzniku Taylorova kuželu [22]. Nakonec přitažlivé síly elektrického náboje převýší povrchové napětí roztoku, který je na zvlákňovací trysce, poté se začnou dloužit vlákna z Taylorova kuželu směrem ke kolektoru. Během dloužení vláken se rozpouštědlo vypařuje a vlákna jsou formována do nanovláknenné vrstvy na uzemněném kolektoru. Vlákna jsou těsně po vytrysknutí z Taylorova kuželu vystavena procesu tzv. nestabilního bičování, což má za následek jejich vydloužení a významnou redukci jejich průměrů [14].



Obrázek 8: Schéma principu elektrického zvlákňování [42]

I když je uspořádání elektrického zvlákňování poměrně jednoduché, pro široké komerční využití je třeba vyřešit řadu důležitých otázek, například [6]:

- Jaké parametry řídí výrobu vláken, aby nedocházelo ke vzniku kapek (jako v případě elektro sprejování)?
- Mohou být konzistentně získávána vlákna konstantních průměrů?
- Jaké jsou mechanické vlastnosti vyrobených vláken nebo vlákenných vrstev ve srovnání s běžnými polymerními vlákny?
- Jak se orientují vlákna ve srovnání s konvenčními vlákny?
- Jaké parametry ovlivňují morfologii povrchu vlákna?

Na základě empirických zkušeností byly popsány parametry, které ovlivňují nebo řídí proces elektrického zvlákňování a následnou morfologii vláken takto [6]:

- 1) koncentrace roztoku,
- 2) molekulová hmotnost polymeru,
- 3) viskozita roztoku,
- 4) těkavost rozpouštědla,

- 5) vodivost roztoku,
- 6) povrchové napětí roztoku,
- 7) použité elektrické napětí,
- 8) vzdálenost zdrojové elektrody od cílového substrátu,
- 9) elektrické pole,
- 10) průtok roztoku,
- 11) teplota prostředí,
- 12) vlhkost prostředí.

Ne všechny výše uvedené proměnné jsou základními regulačními parametry. Kromě toho jsou vzájemně propojeny jako použité napětí, vzdálenost kolektoru a elektrické pole, stejně jako vzdálenost kolektoru a rychlost odpařování rozpouštědla [6].

Elektrické zvlákňování se používá v několika formách, zejména jehlové a bezjehlové při použití stejnosměrného proudu (DC). V jehlové variaci je formování vláken generováno pouze jedním proudem z trysky, proto tento proces výroby není příliš produktivní. U bezjehlového zvlákňování se objevuje destabilizace povrchu roztoku pomocí elektrického pole, proto se vytváří četné trysky emitované z povrchu válečku, koule, struny nebo spirály.

I přesto, že došlo k významnému navýšení produktivity technologie DC elektrického zvlákňování, v porovnání s odstředivým zvlákňováním nebo modifikovanou technologií melt-blown se stále jedná o méně produktivní proces. Další nevýhoda DC electrospinningu je, že obě varianty, jehlové i bezjehlové, vyžadují kolektor, což ztěžuje kombinování DC elektrického zvlákňování s jinými technologiemi díky přítomnosti vysoké intenzity elektrického pole uvnitř zvlákňovací zóny. AC elektrické zvlákňování je založeno na zvlákňování bezjehlové elektrody. Vytváří kouří podobný útvar složených nanovláken a celý proces nevyžaduje kolektor [5].

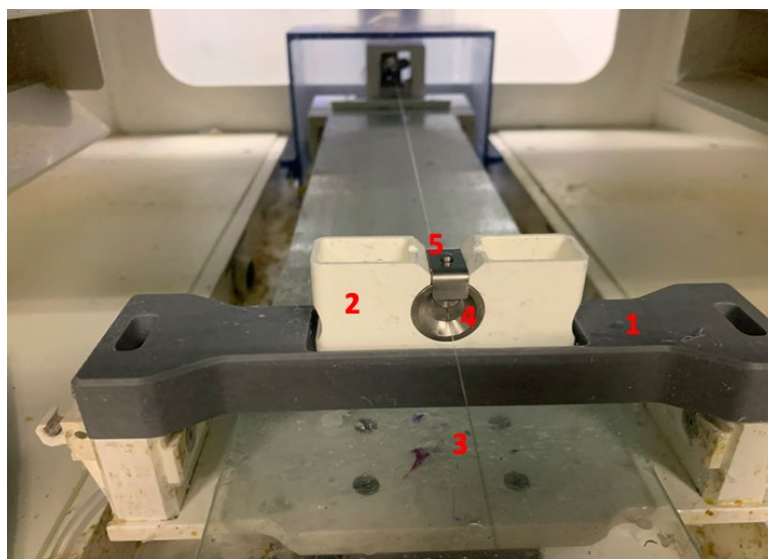
### **3.1. Bezjehlové zvlákňování (Needleless electrospinning)**

Bezjehlové elektrické zvlákňování z válečku bylo vyvinuto a patentováno na Technické Univerzitě v Liberci v roce 2003 [24]. Vynález byl založen na zjištění, že známé jehlové elektrické zvlákňování může být nahrazeno mnohem produktivnějším procesem, který by byl vhodný pro průmyslové aplikace. Elektrické zvlákňování z válečku bylo prováděno na prvních zařízeních Nanospider. Při výrobním procesu se z povrchu rotujícího válce zvlákňuje polymerní roztok nebo tavenina. Válec je částečně ponořen do zásobníku obsahující zvlákňovaný materiál. Na povrchu válce je proto stále vrstva materiálu. Na povrchu válce vzniká velké množství Taylorových kuželů a proces je díky tomu výrazně produktivnější než předchozí varianta využívající jehlu. V roce 2004 byla zahájena spolupráce se společností Elmarco s cílem vývoje a komercializaci strojů pro výrobu nanovláken [25].

Pro výrobu plošných nanotextilií stejnosměrným proudem se využívá zvlákňování ze struny. Vývoj zvlákňování ze struny byl započat v roce 2010 společností Elmarco. Zařízení má lepší produktivitu než předchozí modely, kdy se používal válec jako zvlákňovací elektroda. Nové bezjehlové zvlákňování nanovláken využívá ocelovou strunu jako zvlákňovací elektrodu. Pomocí pojezdové hlavy, kde se nachází polymerní roztok, dochází k nanosení tenké vrstvy polymeru na strunu. Z povrchu polymerního roztoku potom dochází k emitování následkem elektrického pole mnoha trysek [9]. Vysoké napětí by mělo být takové, aby došlo k vytvoření Taylorových kuželů na struně. Z Taylorových kuželů se tvoří vlákna, která jsou dlouhá

směrem k záporné elektrodě, vzdálenost elektrod by měla být taková, aby se stihlo vypařit rozpouštědlo z vláken [26]. Při srovnání s konvenčním jehlovým zvlákňováním dosahuje bezjehlová varianta vyšší produkce. Tato vlákna projevují větší závislost na aplikovaném elektrickém napětí při zpracování. Bylo zjištěno, že intenzita elektrického pole pro oba zvlákňovací systémy je rozdílná [27].

Zvlákňování ze struny prováděné na stroji Nanospider je technologie, která je schopna vyrábět nanovlákna v průmyslovém měřítku. Tato technologie využívá polymerní roztoky pro zhotovení jemné nanovlákněné vrstvy. Zařízení Nanospider je schopno vyrobit vlákna o průměru menším než 500 nm. Optimální podmínky bezjehlového zvlákňování prováděné na zařízení Nanospider zahrnují vysoké napětí, vzdálenost mezi oběma elektrodami, vlhkost a teplotu vzduchu [27].



Obrázek 9: Zásobník v Nanospideru, 1 – stojan; 2 – nádobka; 3 – struna; 4 – průvlak pro strunu; 5 – zarážka průvlastku

## 3.2. AC electrospinning

Zvlákňování pomocí střídavého proudu je podobné zvlákňování pomocí proudu stejnosměrného. Liší se však tím, že AC electrospinning nevyžaduje přítomnost protikladné elektrody. Bylo zjištěno, že chybějící kolektor neovlivní proces. Proto bylo předpokládáno, že AC proces disponuje nějakým druhem samosestavovací protikladné elektrody, která umožňuje tvorbu nanovlákněné vložky bez použití kolektoru.

Taková protielektroda je opakovaně formována v bezprostřední blízkosti zvlákňovací elektrody a skládá se z elektrického náboje obsaženého v nanovlákněném segmentu. Polymerní roztok zvlákňovaný ze zvlákňovací elektrody obsahuje kladné a záporné náboje, které se střídají. Elektrický náboj nanovlákněné vrstvy odpovídá příslušnému náboji půl periody střídavého napětí. Nověji formovaná nanovlákna rekombinují náboj s opačně nabitými staršími vlákny. Tento proces je kontinuálně opakován z důvodu podstaty střídavého proudu.

Náboj v nanovlákněných vrstvách vzniká postupně, poté každá nabitá vrstva je přitahována každou další opačně nabitou vrstvou, tento útvar byl popsán jako nanovlákněná vložka rostoucí pomocí virtuálního kolektoru [5]. Tato nanovlákněná vložka obsahuje seskupené pramínky nanovláken, které byly vytahovány z nabitě hladiny roztoku.

Vlákna se pohybovala rychlostí 0,25 m/s - 0,6 m/s důsledkem elektrického větru vytvářeného zvlákňovací elektrodou [28].

Pokud je nanovláknenná vlečka vzdálená 2 až 5 cm od zvlákňovací elektrody, vlákna se vnitřně nepřemisťují. Pouze dochází ve vláknech ke střídání na kladné a záporně nabitě oblasti [26]. Pohyb nanovláknenné vlečky způsobený elektrickým větrem je důležitou součástí technologie elektrického zvlákňování bez kolektoru. Tento vítr nedovoluje, aby nově vytvořená nanovláknna byla přitahována zpět ke zvlákňovací elektrodě během příští půl-periody střídavého proudu, kdy elektroda mění polaritu. Místo toho jsou k sobě navzájem přitahována vlákna a vytvářejí skupiny uvnitř v nanovláknenném útvaru v důsledku přitažlivých Coulombových sil, poté jsou odpuzována elektrickým větrem pryč [5].

Elektrické, iontové nebo korónové větry jsou toky plynu poháněné ionty generované korónovými výboji a zrychlené v aplikovaném elektrickém poli [28,29]. Elektrický vítr je vytvářen jak DC, tak AC poli [5].

Vláknenná struktura zhotovená AC electrospinningem má velmi malý konečný elektrický náboj, který se blíží k nule, což činí velmi obtížný sběr vláken sběrnou elektrodou [26].

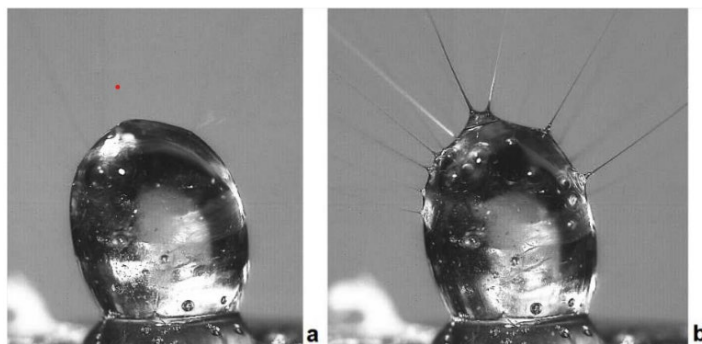
### **3.2.1. Nanovláknenné materiály vyrobené zvlákňováním střídavým proudem**

AC electrospinning uspořádává vlákna polymeru do viditelné vláknenné struktury. Formování nanovláknenné vlečky nastane při překročení kritického napětí, které je pro každé zařízení rozdílné, protože hlavním měřítkem je intenzita elektrického pole, která je dána geometrií elektrody a zvlákňovacího prostoru [5].

V případě DC elektrického zvlákňování zahájí několik trysek formování nanovláknenné struktury tím, že na povrch polymeru působí elektrické pole jedné polarity. Dochází k nárůstu elektrického náboje v kapce polymerního roztoku. Kapka je deformována do podoby tzv. Taylorova kuželu [22,30]. Dodávaná energie je z roztoku odváděna skrze Taylorovy kužely a následně polymerní trysky. Po opuštění okolí polymerní kapky jsou vlákna přitahována k uzemněnému, nebo opačně nabitému kolektoru [27].

U AC electrospinningu určité procento velkých kuželů přetrvává i přes změnu polarity (nezbortí se). Po přepólování opět dochází ke zvlákňování z těchto kuželů. Následkem můžou být velké průměry vláken pozorované ve vzorcích. Další podstatný rozdíl mezi AC a DC metodou je, že časový úsek pro postupné a opakované vytváření trysky během AC electrospinningu je kratší. Ukázalo se, že tento děj trvá pouze zlomek sekundy. Během produkce nanovláken se rozpouštědlo vypařuje. Tato nanovláknna se formují do plastického aero gelu, který je odtahován elektrickým větrem, následně se začne tvořit útvar nazývaný se nanovláknenná vlečka, která vzniká dále od zvlákňovací elektrody. Uvnitř nanovláknenné vlečky se tato vlákna zapletou jedno s druhým. Nanovláknenná vlečka je tudíž soudržná, při jemné manipulaci s vhodnými nástroji lze s nanovláknennou vlečkou pohybovat, navíc se také vlákna mohou navinout na přízi [5].





Obrázek 10: Vznik trysek při AC elektrickém zvlákňování, **a** – neexistence trysek; **b** – vznik menších trysek [5]

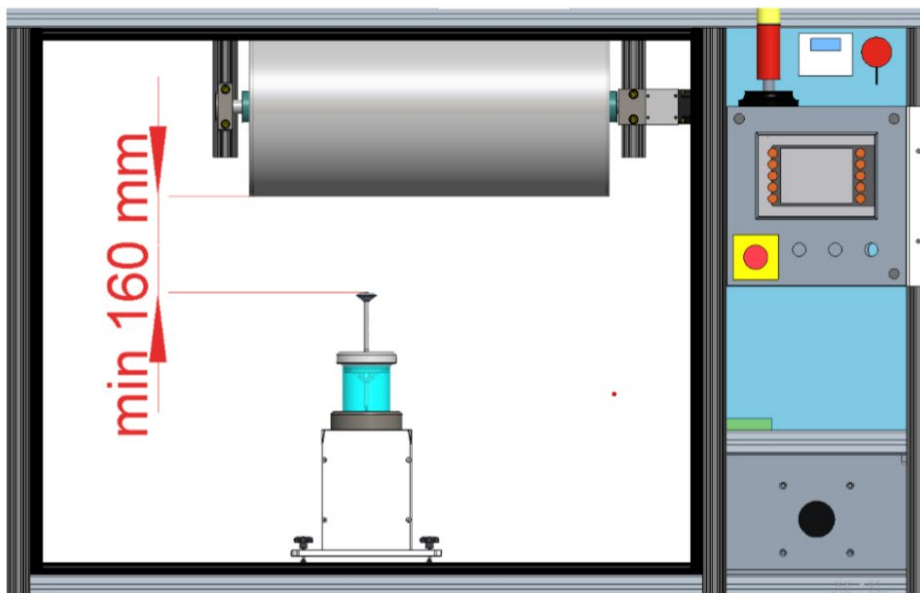
### 3.2.2. Zařízení pro AC electrospinning

Elektrické zvlákňování střídavým proudem bylo prováděno na zařízení KOMES (Komorový Membránový Spinner). Zařízení je určeno pro výrobu diskontinuální plošné kompozitní nanovlákněné membrány uložené na nosiči Spun-Bond. Vlákna vyrobená z polymerního roztoku byla nanášena na rotační posuvný válec.

Do mezivlákněných prostorů je možno dispergovat pevné prachové částice pro potřebu absorpce látek ze vzdušného prostředí.

Ukládání prachových částic je prováděno před samotným uložením vláken na rotující válec. Družící efekt je docílený několika násobným překrýváním jednotlivých vrstev, následkem je homogenizace vlákněné struktury [31].

V zařízení KOMES se nachází pracovní stůl, na který je přímo umístěná pohonná jednotka s AC zvlákňovací elektrodou. Vzdálenost hlavy AC zvlákňovací elektrody od rotačně-posuvného bubnu nemůže být menší než 160 mm, aby nedocházelo k přeskokování proudu mezi elektrodou a bubnem [31].



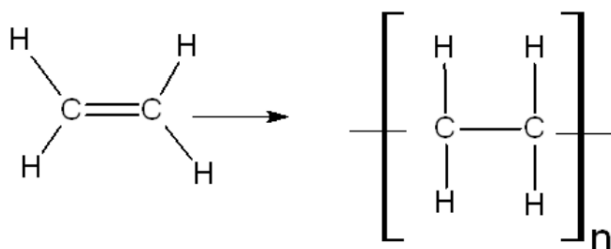
Obrázek 11: Umístění Elektrody a pohonné jednotky na pracovním stole – minimální povolená vzdálenost hlavy elektrody od rotačního bubnu [31]

## 4. Polyvinylbutyral

PVB je syntetický polymer. Jsou to materiály, které jsou syntetizovány z opakujících se konstitučních jednotek a každá konkrétní konstituční jednotka je získána z monomeru. Velké množství monomerů spojených kovalentní vazbou je určujícím znakem pro každý polymer. Jednotlivé monomery určují vlastnosti daného polymeru. Každý monomer má specifickou reaktivní funkční skupinu nebo dvojnou vazbu, která za specifických podmínek vytváří kovalentní vazbu mezi monomerními jednotkami. To tvoří páteř polymerní struktury [20].

Polymerační stupeň (P) udává, kolik stavebních jednotek (merů) či strukturních jednotek je zabudováno v makromolekule [35]. Je dán poměrem molární hmotnosti polymeru ( $M_p$ ) a monomeru či strukturní jednotky ( $M_m$ ).

Příklad:



Obrázek 12: etylen, polyetylen

$M_m$  – molární hmotnost monomeru etylenu,

$M_p$  – molární hmotnost polymeru etylenu,

$$\text{Polymerační stupeň } P = \frac{M_p}{M_m}$$

Molární hmotnost  $M$  je fyzikální veličina, která udává hmotnost jednoho molu. Je to tedy poměr hmotnosti  $m$  [kg] a látkového množství  $n$  [mol].

$$M = \frac{m}{n} \left[ \frac{g}{mol} \right]$$

Relativní molekulová hmotnost  $M_r$ , je podíl klidové hmotnosti molekuly a atomové hmotnostní konstanty.

$m_0$  – klidová hmotnost molekuly,

$m_u$  – atomová hmotnostní konstanta je hmotnost  $\frac{1}{12}$  atomu uhlíku  $^{12}_6\text{C}$  ( $m_u = 1,66 \cdot 10^{-27}$  kg),

$$M_r = \frac{m_0}{m_u} [-]$$

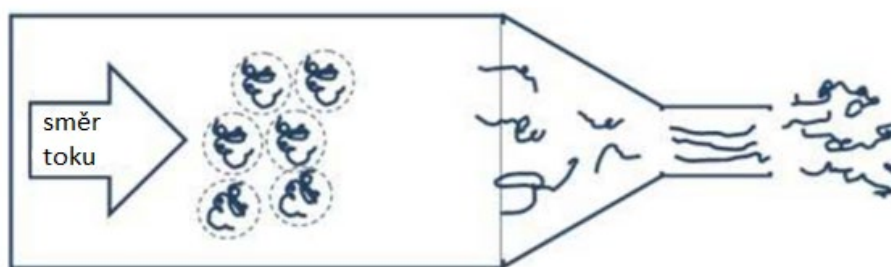
Látkové množství ( $n$ ) vyjadřuje počet molů určité látky. Jeden mol látky je takové množství, které obsahuje stejný počet částic, jako je obsaženo ve 12 g izotopu uhlíku  $^{12}_6\text{C}$ . Velikost tohoto čísla je určena Avogadrovou konstantou  $N_A$ .

$$N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ částic}$$

V 1 molu každé látky je  $6,022 \cdot 10^{23}$  částic.

Polymery jsou tedy makromolekulární útvary, které jsou složené z merů. Právě díky své délce mají své specifické vlastnosti. Hlavní řetězce nejsou většinou tuhé, ale ohebné, mohou se stáčet do různých směrů. Tyto řetězce se mohou nacházet jako paralelně uspořádaný makromolekuly, anebo ve formě podobné klubku, přičemž se polymerní řetězce mohou proplétat. V tuhém stavu se molekuly mohou skládat do lamel, to znamená, že krátké úseky makromolekuly se otočí vždy do protisměru. Tento jev je základem pro krystalický stav polymeru, je nazýván skládaná makromolekula. Právě zmíněné vnitřní uspořádání makromolekul polymeru má zásadní vliv na formování vláken, může zásadně změnit jeho vlastnosti. I když je použit stejný materiál pro zvlákňování, mohou mít připravená vlákna rozdílné mechanické, chemické a fyzikální vlastnosti.

Při formování vláken není důležité vytvořit dlouhá vlákna, ale doslova roztáhnutí takzvaného klubka makromolekuly polymeru, tím se vytvoří paralelní uspořádání makromolekulárních řetězců ve směru osy vlákna [32].



Obrázek 13: Průchod polymeru tryskou. Z nákresu je patrné, že při průchodu polymeru tryskou dochází k napřimování makromolekuly. Tento proces má za následek orientovanou vnitřní strukturu [32]. Obrázek převzat [33].

## 4.1. Koncentrace roztoku

Tato veličina má přímou úměrnost na určité parametry roztoku, např. viskozitu a povrchové napětí roztoku. Tyto parametry jsou důležité charakteristiky roztoku pro jeho zvlákňování. Pro určení koncentrace roztoku nám slouží hmotnostní, objemový a molární zlomek [32].

Hmotnostní zlomek  $w(B)$  – podíl hmotnosti složky B a celkové hmotnosti soustavy.

$$w(B) = \frac{m(B)}{m} [-] 100 [\%]$$

Objemový zlomek  $\varphi(B)$  – podíl objemu složky B a celkového objemu soustavy.

$$\varphi(B) = \frac{V(B)}{V} [-] 100 [\%]$$

Molární zlomek  $x(B)$  – podíl látkového množství složky B a celkového látkového množství soustavy.

$$x(B) = \frac{n(B)}{n} [-] 100 [\%]$$

S koncentrací makromolekul roste viskozita roztoku. Z toho vyplývá, že vzájemné interakce a propletení řetězců bude intenzivnější u roztoků s větší koncentrací [22].

## 4.2. Molární hmotnost a její distribuce

Distribuce molární hmotnosti je klíčovou informací při přizpůsobování polymerních struktur pro různá konečná použití. Výrobci nabízejí velmi mnoho různých druhů polymeru na trhu, jako je polyvinylchlorid, polyetylen, polystyren atd. Jednotlivé polymery se mezi sebou výrazně liší, i když bude mít polymer stejné chemické složení, může mít rozdílné finální vlastnosti. Tento fakt se obvykle připisuje změnám v distribuci molekulové hmotnosti a v některých případech také změnám v rozvětvení řetězců.

Schopnost optimalizovat polymery pro konkrétní aplikace závisí na porozumění vlivu podmínek syntézy polymerů, na distribuci molekulové hmotnosti produktu a znalost vlivu distribuce molekulové hmotnosti na mechanické a zpracovatelské vlastnosti materiálu. Kromě toho, že napomáhají k dosažení důležitých praktických cílů, mohou údaje o distribuci molekulové hmotnosti poskytnout informace o mechanismu a podrobnostech samotného polymerizačního procesu [34].

Při přípravě polymerů vznikají řetězce o různých délkách, které jsou k sobě chemicky ve vztahu polymerhomologů. Obecně polymery nejsou tvořeny v řetězci o konstantní délce, ale spíše o různé distribuci délek, takže pro jejich charakterizaci se používají veličiny odvozeny ze zákonitostí matematické statistiky [36].

Pomocí experimentů lze pouze zjistit průměrná molární hmotnost  $\bar{M}$ , která je závislá na metodě, která byla použita pro její zjištění. Když je metoda měření založená na sledování vlivu počtu řetězců na měřenou veličinu, pak se jedná o početně průměrnou molární hmotnost [36]. Početně průměrná molární hmotnost  $\bar{M}_n$  představuje celkovou hmotnost molekulové hmotnosti monomeru podle počtu přítomných molekul [20].

$$\bar{M}_n = \frac{\sum_1^{\infty} M_i N_i}{\sum_1^{\infty} N_i} = \frac{w}{\sum_1^{\infty} N_i}$$

$M_i$  – molární hmotnost  $i$ -tého řetězce

$N_i$  – počet molů  $i$ -tího řetězce

$w = \sum_1^{\infty} M_i N_i$  – celková hmotnost vzorku

O hmotnostní průměr molárních hmotností se jedná v případě, když metodou měření je sledován vliv hmotnosti řetězců na měřenou veličinu [36].

$$\bar{M}_w = \frac{\sum_1^{\infty} N_i M_i^2}{\sum_1^{\infty} N_i} = \sum_1^{\infty} N_i M_i$$

$$W_i = M_i N_i$$

Užitečný pak může být poměr:

$$\frac{\bar{M}_w}{\bar{M}_n} = \text{stupeň polydisperzity,}$$

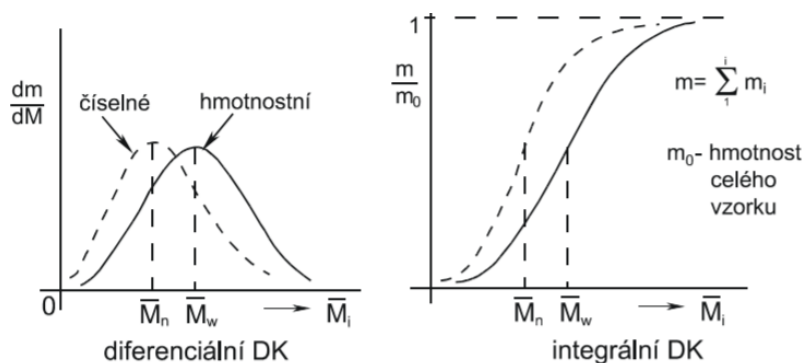
zjišťuje se měřením dvěma metodami a pak následným podílem těchto dvou měření. Takto se pouze hrubě charakterizuje polymer (soubor různě dlouhých řetězců) [36].

Po úplné analýze distribuční křivky se může stanovit úplná charakteristika polymeru. Distribuční křivka popisuje polydisperzitu, což znamená zastoupení všech jednotlivých frakcí. Experimentálně jsou zjišťovány podíly [36].

Podle způsobu vyhodnocení naměřených výsledků se pak získají dva druhy distribuční křivky (DK) [36]:

1. Vyjádří se podíl jenom jednotlivých frakcí na jejich molární hmotnosti, pak je získána diferenciální distribuční křivka.
2. Je-li sčítán počet všech frakcí od začátku až do  $M_i$ . Poté se součty postupně vynesou, jako závislost na dané molární hmotnosti je získána integrální distribuční křivka.

Schéma:



Obrázek 14: Diferenciální a integrální distribuční křivky [37]

Polymery mají většinou velkou polydisperzitu. Znamená to, že mají širokou distribuční křivku. Výjimkou mohou být některé přírodní i syntetické polymery, které mohou být skoro až monodisperzní. Rozdělení frakcí není statisticky normální rozdělení. Z toho vyplývá, že dva polymery se stejným  $\bar{M}$  nemusí mít stejnou distribuční křivku [36].

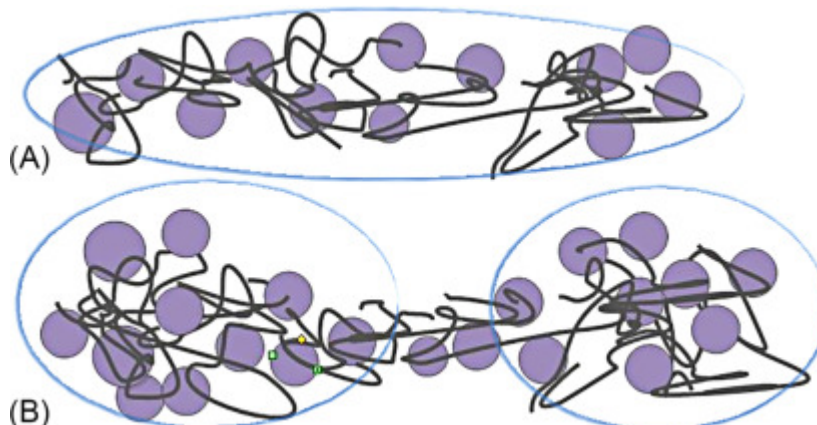
### 4.3. Vliv molekulové hmotnosti na elektrické zvlákňování

Při výrobě vláken technologií electrospinning hraje klíčovou roli molekulová hmotnost zvlákňovaného polymeru. Ideální Koncentrace (c) polymeru v roztoku se mění v závislosti na jeho molekulové hmotnosti [37].

Protože polymerní makromolekula je složena z opakujících se monomerních jednotek, je molekulová hmotnost polymeru součtem molekulových hmotností jednotlivých monomerních jednotek. Polymery s vysokou molekulovou hmotností mají obvykle zvýšenou odolnost vůči rozpuštění v rozpouštědle [20].

Molekulová hmotnost do jisté míry ovlivňuje viskozitu roztoku. Když je rozpuštěno jednotkové množství polymeru, vyšší molekulová hmotnosti, zvýší se také viskozita polymerního roztoku, která je důležitá při výrobě vláken elektrickým zvlákňováním. Stejně množství nízkomolekulárního polymeru bude vykazovat nízkou viskozitu. Při výrobním procesu elektrického zvlákňování by viskozita polymerního roztoku měla být dostatečně velká, protože polymerní vlákno musí být dlouženo od zdroje ke kolektoru. Při tomto procesu jsou vlákna napínána a polymerní zapleteniny přítomné ve struktuře zajišťují, že při dloužení nedojde k přerušení celistvosti vláken [20]. Z tohoto důvodu nelze nízkomolekulární látky použít pro elektrostatičké zvlákňování za účelem výroby vláken [38].

Při vysoké viskozitě roztoku jsou molekuly rozpouštědla distribuovány rovnoměrně kolem zapletenin (viz obrázek 15 (A)). U méně viskózního roztoku mají molekuly rozpouštědla tendenci se shromažďovat jen v určitých místech v důsledku povrchového napětí (B) [20].

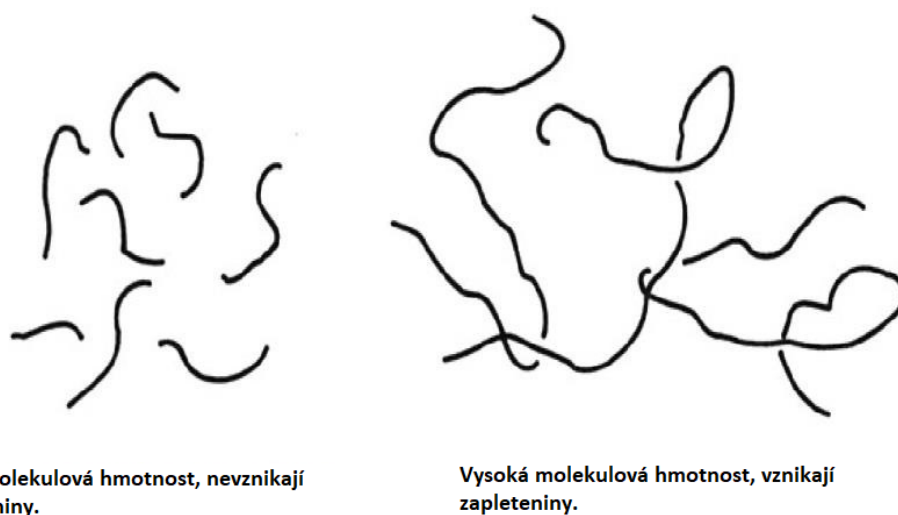


Obrázek 15: Zapleteniny pokryté molekulami rozpouštědla [20]

Vliv molekulové hmotnosti při dané koncentraci polymeru je zodpovědný za zvýšení řetězového zapletení a delší relaxační doby během kontinuální tvorby vláken. Už delší dobu je zdůrazňována důležitost zapletenin v electrospinningu [6].

Když se rozpouštědlo odpařuje, dochází k významnému zvýšení koncentrace polymeru, to má za následek zapletení řetězců a zvýšení viskozity, což ovlivňuje viskoelastické vlastnosti. Z toho plyne, že vlastnosti roztoku jako je koncentrace polymeru a molekulová hmotnost, zásadně ovlivňují tvorbu vláken nebo kapek. Množství zapletenin řetězců roste se zvyšující se molekulovou hmotností použitého polymeru a také s jeho rostoucí koncentrací v roztoku [6].

Celková délka řetězového zapletení přítomného v polymerní struktuře je regulována molekulovou hmotností použitého polymeru. Zvýšením obsahu polymeru v roztoku lze viskozitu zvýšit až do určité meze. Molekulová hmotnost má stejný účinek, jak se zvyšuje, zvyšuje se viskozita roztoku. Důsledkem je pravidelné zvlákňování [20].



Nízká molekulová hmotnost, nevznikají zapleteniny.

Vysoká molekulová hmotnost, vznikají zapleteniny.

Obrázek 16: Polymerní zapleteniny [39]

## 4.4. Polymerní zapleteniny

Zapletení řetězců je jedním z mnoha parametrů, který může významně ovlivnit tvorbu vláken během elektrického zvlákňování polymeru. I když byla uznána důležitost zapleteniny během electrospinningu, není zcela jasné, kolik zapletenin je zapotřebí k ovlivnění nebo stabilizaci tvorby vláken. Využití znalostí o množství zapletenin v roztoku a střední molekulové hmotnosti a také znalostí koncentrace polymeru, může být tak eliminována pracná laboratorní metodologie pokus a omyl, která obvykle předchází proces výroby vláken elektrickým zvlákňováním [6].

Počáteční neúplná tvorba vláken je přisuzována pro různé systémy polymer-rozpouštědlo, když je přítomna v řetězci makromolekuly pouze jedna zapletenina. Ke stabilní tvorbě vláken obvykle dochází, když je 2,5 a více zapletenin v řetězci. Množství zapletenin v systému polymer rozpouštědlo  $(n_e)_{soln}$  může být stanoveno z rovnice [6]:

$$(n_e)_{soln} = \frac{\bar{M}_w}{(M_e)_{soln}}$$

$\bar{M}_w$  – hmotnostně střední molární hmotnost

$(M_e)_{soln}$  – molekulová hmotnost zapletenin v roztoku

Během elektrického zvlákňování polymerních roztoků bylo zjištěno, že zvyšování koncentrace polymeru, a tím zvyšování počtu zapletenin má za následek rozdílnou morfologii tvorby vláken [6]:

1. pouze kuličky,
2. kuličky s počínajícími vlákny,
3. vlákna obsahující zbytky rozpouštědla,
4. pouze vlákna,
5. kulovitá vlákna.

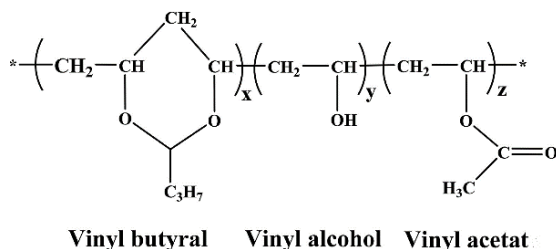
Během procesu elektrického zvlákňování, když se rozpouštědlo odpařuje, dochází ke dvěma konkurenčním dějům: (a) zvyšuje se koncentrace polymeru a polymerní řetězce se začínají zaplést. Dochází ke stabilizaci kapky a nedochází k dalšímu dělení; (b) zvyšuje se povrchový náboj, který překonává povrchové napětí kapky a poskytuje hnací sílu pro vznik Taylorových kuželů [6].

## 4.5. PVB (Polyvinylbutyral)

Polyvinylbutyral je považován za polyacetal. PVB je amorfní náhodný kopolymer vinylbutyralu, vinylalkoholu a malé frakce vinylacetátu vyrobeného polykondenzací polyvinylalkoholu s butyraldehydem, jeho struktura je znázorněna na obrázku 17 [40].

Polykondenzace je obvykle rovnovážná reakce, ve které dva nebo více reaktantů (nebo vzdálených reaktivních center v rámci jedné molekuly) vytvoří jediný hlavní produkt s doprovodnou tvorbou vody nebo jiného nízko molekulárního produktu, např. amoniaku, etanolu, kyseliny octové, sirovodíku. Během polykondenzace se monomer rychle spotřebovává. Polyreakce bývají katalyzovány vhodnými sloučeninami. Mohou probíhat i bez katalyzátoru, ale podstatně pomaleji. Růst makromolekuly je pomalý přes stabilní izolované meziproducty. Dlouhé doby polyreakce jsou vyžadovány pro vysoký průměrný polymerační stupeň. Na velikosti molekul není závislá reaktivita funkčních skupin [35, 36].

Běžně dostupný PVB je „směsí“ monomerních jednotek vinylbutyralu, vinylalkoholu a vinylacetátu. Relativní množství těchto segmentů je kontrolováno, ale obecně jsou náhodně distribuovány v řetězci polymeru. Vlastnosti polymerů mohou být optimalizovány kontrolou poměrů těchto tří segmentů [41].



Obrázek 17: "Směsí" monomerních jednotek vinylbutyralu, vinylalkoholu a vinylacetátu [40]

Běžně používaný polyvinylbutyral funguje jako porézní šablona (mesopore template). Použití PVB k přípravě porézních šablon má za následek variabilitu vlastností, jako například vytvoření požadované porézní struktury, vysokého měrného povrchu [43]. Polyvinylbutyral je netoxický polymer bez zápachu, šetrný k životnímu prostředí a je široce používán jako funkční materiál v různých oborech. Díky své dobré kompatibilitě s anorganickými materiály je PVB vynikající organickou složkou pro výrobu organických nebo anorganických hybridních kompozitů [44]. Polyvinylbutyral má unikátní optický a adhezivní vlastnosti, také vykazuje odolnost vůči vodě, teplu a oxidaci. Z toho důvodu PVB se používá jako plnivo mezi polymerem a matricí. V posledních letech byly hybridní kompozity na bázi polyvinylbutyralu široce používány při výrobě tenkých fólií pro obalové aplikace v automobilovém, elektronickém a leteckém průmyslu [45]. PVB se používá jako mezivrstva v sestavách vícevrstvého skla kvůli jeho dobré viskoelastické, adhezivní a optické povaze [46].



## II Experimentální část

V experimentální části byly testovány roztoky polyvinylbutyralu o různých molekulových hmotnostech a koncentracích. Pro experimentální část byly zvoleny tři rozdílné molekulové hmotnosti PVB:

1. PVB (Mowital B 45 H,  $M_w = 45\,000$  g/mol),
2. PVB (Mowital B 60 H,  $M_w = 60\,000$  g/mol),
3. PVB (Mowital B 75 H,  $M_w = 75\,000$  g/mol).

Nadále se také budou používat zkrácené názvy pro použité Mowitaly B:

- A. Mowital B 45 H = PVB<sub>45</sub>,
- B. Mowital B 60 H = PVB<sub>60</sub>,
- C. Mowital B 75 H = PVB<sub>75</sub>.

Koncentrace PVB byly zvoleny podle kalibračního experimentu. V souladu s řešební částí malá molekulová hmotnost potřebuje větší koncentraci a naopak. Kvůli nedostupnosti rozpouštědla bylo využito technického etanolu od společnosti Severochema. Zejména nanovláknenná vrstva vzniklá z PVB<sub>60</sub> která nebyla dostatečně kvalitní, a proto byly vyzkoušeny různé nejběžnější technické etanoly. Prakticky jediný vyhovující byl od firmy TechniSolvu. S technickým etanolem od TechniSolvu byly opět zvlákněny všechny PVB o rozdílných molekulových hmotnostech a koncentracích. Zlepšení bylo patrné u PVB<sub>60</sub> 10% a 12%. U ostatních molekulových hmotností nebylo pozorováno zlepšení. Zvláknění směsí proběhlo s technickým etanolem od TechniSolvu.

Zjišťovalo se, zda PVB o dané molekulové hmotnosti a koncentraci zvlákněje, pokud došlo ke zvláknění, následně byly měřeny výtěžnosti, průměry vláken a také byl pozorován makroskopický a mikroskopický vzhled produkovaných vláknenných vrstev. Podle experimentálně zjištěných vlastností PVB o různých molekulových hmotnostech a koncentracích byly připraveny a následně zvlákněny směsi PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub>, PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> a PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>75</sub>. Testováním směsí bylo zvýšeno portfolio zvlákněvaných materiálů a byla snaha ovlivnit výslednou vrstvu jednoduchou modifikací roztoku (nebyl změněn rozpouštědlový systém).

U vrstev produkovaných ze směsí různých molekulových hmotností byly zjišťovány stejné vlastnosti jako v případě produktů zvlákněvaných z PVB<sub>60</sub>. Hlavní částí práce bylo stanovení závislosti kvality zvlákněvacího procesu na molekulové hmotnosti či koncentraci roztoku.

## 5. Popis použitého PVB

Následující tabulka 1 znázorňuje přehled vlastností polyvinylbutyralu s rozdílnou molekulovou hmotností, který byl použit při experimentech. Pro elektrické zvlákňování střídavým proudem byly připravené roztoky z PVB s molekulovou hmotností: 45 000 g/mol, 60 000 g/mol a 75 000 g/mol

Tabulka 1: Přehled použitých typů PVB [47]

	<b>Netěkavý obsah</b>	<b>Obsah polyvinyl alkoholu</b>	<b>Obsah polyvinyl acetátu</b>	<b>Dynamická viskozita 10% roztoku v ethanolu</b>
	w [%]	w [%]	w [%]	mPa·s
<b>Mowital B 45 H</b>	97,5	18-21	1-4	60-90
<b>Mowital B 60 H</b>	97,5	18-21	1-4	160-260
<b>Mowital B 75 H</b>	97,5	18-21	0-4	60-100

Za názvem Mowital následuje velké písmeno, které značí použitý aldehyd. V tomto případě B značí výrobek na bázi butyraldehydu. Přípona H uvádí stupeň acetalizace [47].

## 6. Příprava roztoků PVB

Pro každou molekulovou hmotnost byly připravené tři různé koncentrace roztoku, které byly zvoleny podle kalibračního experimentu (viz tabulka 2).

Tabulka 2: Připravené roztoky PVB

<b>PVB<sub>45</sub></b>	<b>PVB<sub>60</sub></b>	<b>PVB<sub>75</sub></b>
13%	8%	3%
15%	10%	5%
17%	12%	7%

Bylo vypočítáno množství PVB v etanolu pro každý roztok (viz tabulka 3). Hmotnost roztoku byla 120g.

Výpočet množství 13% PVB v etanolu:

$$\text{poměrné zastoupení složky} = \frac{\text{množství složky (rozp. látky)}}{\text{množství soustavy (roztoku)}}$$

$$0,13 = \frac{m_{\text{PVB}}}{120 \text{ g}}$$

$$m_{\text{PVB}} = 15,6 \text{ g}$$

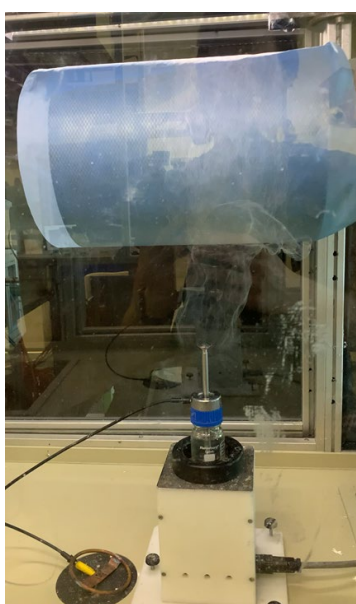
$$m_{\text{ethanol}} = 120 \text{ g} - 15,6 \text{ g} = 104,4 \text{ g}$$

Tabulka 3: Množství PVB<sub>45</sub>, PVB<sub>60</sub> a PVB<sub>75</sub> v etanolu

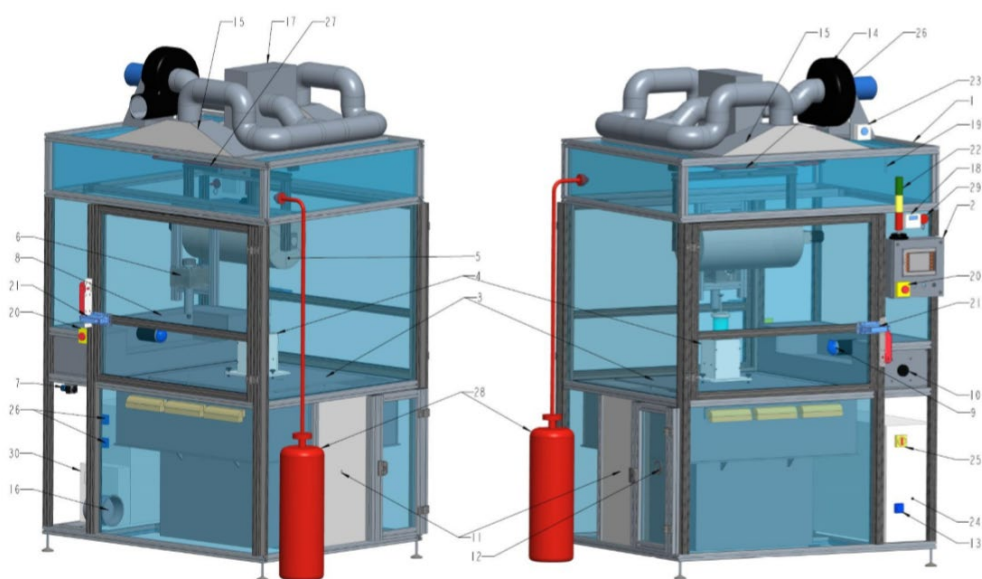
<b>PVB<sub>45</sub></b>	<b>13%</b>	<b>15%</b>	<b>17%</b>
<b>m<sub>PVB</sub></b>	15,6 g	18 g	20,4
<b>m<sub>ethanolu</sub></b>	104,4 g	102 g	99,6
<b>PVB<sub>60</sub></b>	<b>8%</b>	<b>10%</b>	<b>12%</b>
<b>m<sub>PVB</sub></b>	9,6 g	12 g	14,4 g
<b>m<sub>ethanolu</sub></b>	110,4 g	108 g	105,6 g
<b>PVB<sub>75</sub></b>	<b>3%</b>	<b>5%</b>	<b>7%</b>
<b>m<sub>PVB</sub></b>	3,6 g	6 g	8,4 g
<b>m<sub>ethanolu</sub></b>	116,4 g	114 g	111,6 g

## 7. AC zvlákňování na zařízení KOMES

Před zahájením každého experimentu byl stroj zkontrolován, aby neobsahoval nečistoty snižující elektroizolační vlastnosti a zároveň došlo ke kontrole odsávací techniky. Příslušná podkladová textilie byla připevněná na rotující buben. Kádinka s polymerním roztokem byla vložena na předepsané místo pohonné jednotky zvlákňovací elektrody. Tato kádinka obsahovala rotační šnekovou pumpu. První důležitou částí pumpy je věž obsahující rotující magnet (pohon systému) a druhou je polymerní zásobník s poháněným magnetem, který svou rotací čerpá polymer na vrchní část elektrody, ze které probíhá zvlákňování. Po zahájení chodu pumpy bylo pomocí nevodivé tyče zajištěno překrytí vnějšího povrchu zvlákňovací elektrody polymerním roztokem. Poté co byl připraven roztok polymeru na zvlákňování, byl zapnut chod bubnu (rotace a rozvádění) a v dalším kroku byl zapnut přívod vysokého napětí [31].



Obrázek 18: Nanovláknenná vlečka vytvořená na řízení KOMES



Obrázek 19: Zařízení KOMES [31]

## 8. Testování vlivu molekulové hmotnosti a koncentrace PVB na zvláknitelnost AC

U každého roztoku byla testována jeho zvláknitelnost. Každý roztok schopný tvořit nanovláknennou vlečku byl zvlákněn po dobu 5 minut. Teplota vzduchu v komoře byla 18 °C a relativní vzdušná vlhkost 36 %. U prvních pokusů s PVB<sub>60</sub> 8% a 10% bylo nastaveno napětí na 37 kV. Kvůli rychlému pohybu nanovláknenné vlečky se nedostatečně odpařovalo rozpouštědlo a velmi vysoké napětí zřejmě tvořilo větší Taylorovy kužely. Následné polymerní trysky obsahovaly mnoho rozpouštědla, vznikla tak vlhká vlákna. Tím pádem bylo napětí přenastaveno na 28 kV pro další pokusy.

### 8.1. PVB<sub>60</sub> 8% (37 kV)

Při zvláknování PVB<sub>60</sub> 8% vznikla celistvá nanovláknenná vlečka. Nanovláknenná vrstva vznikající na rotačně posuvném válci byla homogenní a široká 14 cm. Vysoké napětí způsobovalo rychlý transport vlečky od elektrody na kolektor (vyšší rychlost elektrického větru) a ukládání vlhkých vláken. V nanovláknenné vrstvě vznikla vlhká místa, která vedla k defektům (viz obrázek 20).



Obrázek 20: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva

## 8.2. PVB<sub>60</sub> 8% (28 kV)

Byl zopakován pokus s PVB<sub>60</sub> 8%. Elektrické napětí bylo přenastaveno na 28 kV. Nanovláknenná vlečka byla tvořena jemnějšími vlákny než v případě PVB<sub>60</sub> 10% a měla tendenci se trhat. Nevláknenná vrstva byla značně lepší než při prvním pokusu s 8% PVB a bez větších defektů (viz obrázek 21). Homogenní vrstva byla 15 cm široká.



Obrázek 21: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva

## 8.3. PVB<sub>60</sub> 10% (37 kV)

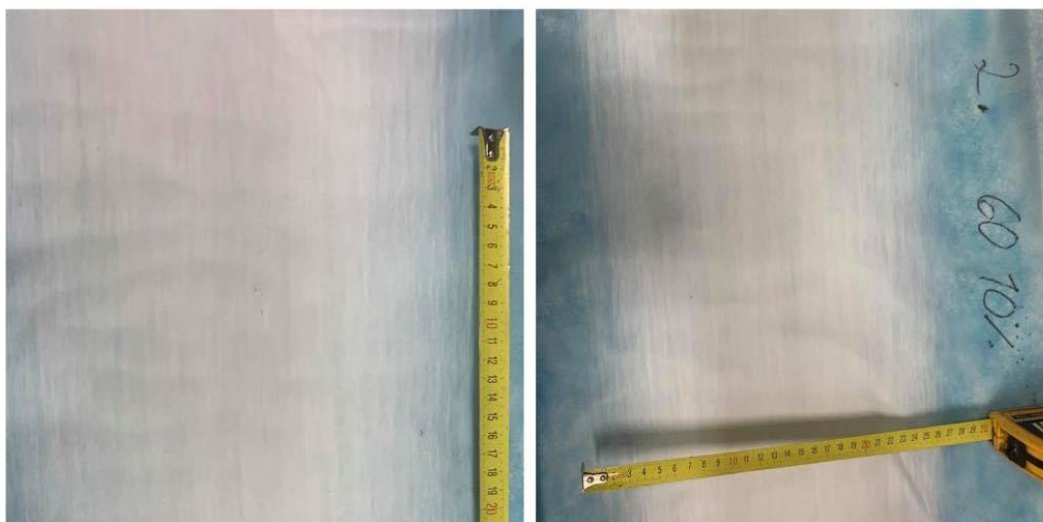
Během zvláknování PVB<sub>60</sub> 10% vznikala pravidelná nanovláknenná vlečka. Z předchozích zkušeností bylo předpokládáno, že by mělo dojít k vytvoření velmi dobré homogenní vrstvy. Výsledkem experimentu vznikly vláknenné vrstvy celistvé o šířce 17 cm. Značné množství defektů (viz obrázek 22) bylo způsobeno nastavením příliš vysokého napětí 37 kV. Kvůli většímu napětí byla nanovláknenná vlečka unášena rychleji skrz zvláknovací prostor, a proto se rozpouštědlo nestihlo dostatečně odpařit. Z toho důvodu byl pokus s 10% a 8% PVB<sub>60</sub> znovu zopakován s napětím 28 kV.



Obrázek 22: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva

#### 8.4. PVB<sub>60</sub> 10% (28 kV)

Při zopakování pokusu s PVB<sub>60</sub> 10% bylo přenastaveno napětí na 28 kV. Pomalejší odtaž nanovlákněné vlečky korounovými větry měl za následek dostatečné odpaření rozpouštědla. Vzniklá nanovlákněná vrstva byla s minimálními defekty a šířka homogenní vrstvy činila 13 cm.



Obrázek 23: Nanovlákněná vrstva

#### 8.4. PVB<sub>60</sub> 12% (28 kV)

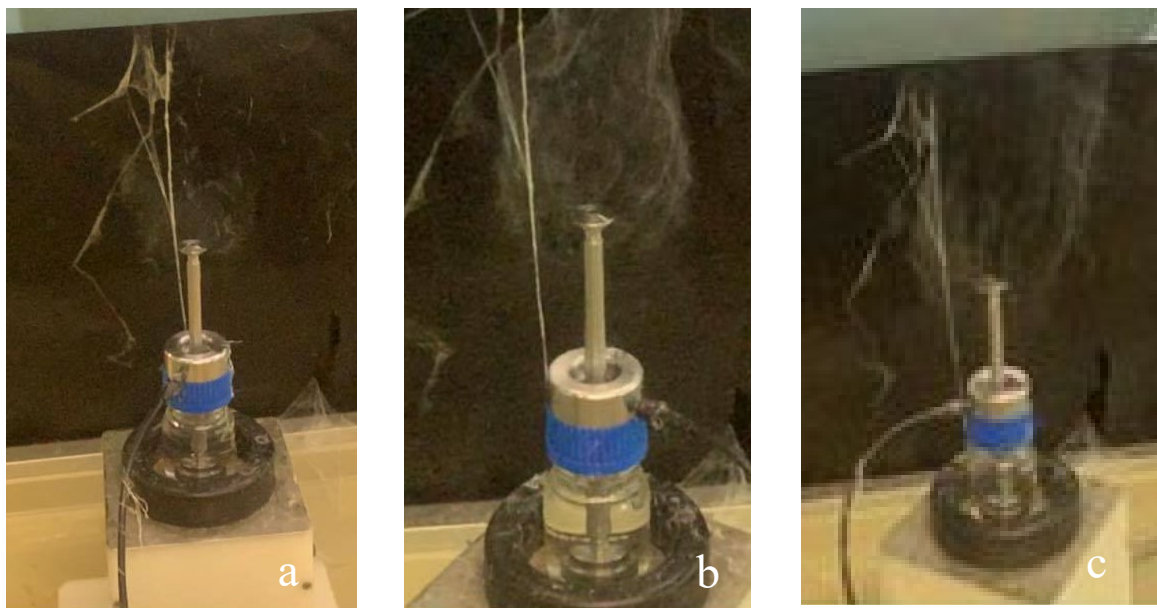
Zvlákňováním PVB<sub>60</sub> 12% nevznikala ideální nanovlákněná vlečka, ale byla tendence utváření individuálních šlahounů. Technologicky bylo těžko docílit pravidelného zvlákňování. Nanovlákněná vrstva obsahovala mnoho defektů. Nedobré výsledky lze vidět v příloze.

#### 8.6. PVB<sub>75</sub> 3%, 5% a 7% (28 kV)

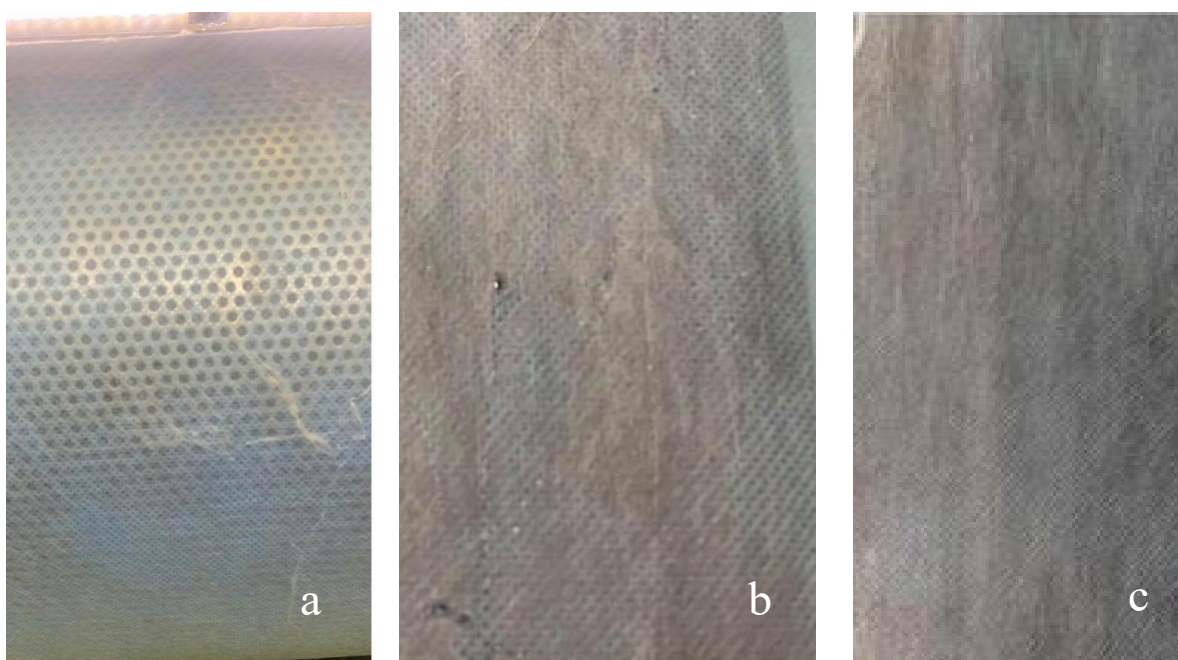
Pokus o zvlákňování PVB<sub>75</sub> 3% nedocílil vzniku nanovlákněné vlečky, ale spíše vznikala jenom individuální suchá krátká vlákna. Nedošlo ke vzniku celistvé vlákněné vrstvy (viz obrázek 24a, 25a).

Během zvlákňování PVB<sub>75</sub> 5% byla nanovlákněná vlečka značně vlhká. Docházelo spíše k výrobě folie než nanovlákněné vrstvy (viz obrázek 24b, 25b).

Zpočátku zvlákňování PVB<sub>75</sub> 7% se zdálo, že to bude ideální proces zvlákňování, ale pochvilu bylo patrné, že nanovlákněná vrstva je příliš vlhká. Bylo otestováno více hodnot elektrického napětí, ale nebylo pozorováno žádné zlepšení na konečnou vlákněnou strukturu (viz obrázek 24c, 25c).



Obrázek 24: Snímky nanovláknenné vlečky, **a** – PVB<sub>75</sub> 3%; **b** – PVB<sub>75</sub> 5%; **c** – PVB<sub>75</sub> 7%



Obrázek 25: Snímky nanovláknenné vrstvy, **a** – PVB<sub>75</sub> 3%; **b** – PVB<sub>75</sub> 5%; **c** – PVB<sub>75</sub> 7%

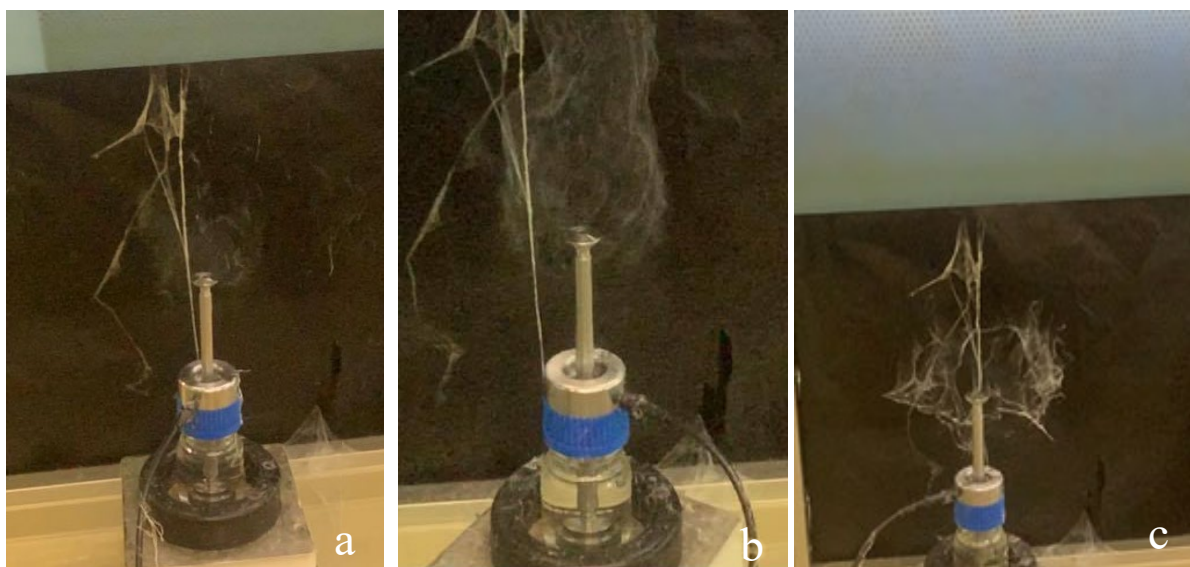


## 8.9. PVB<sub>45</sub> 13%, 15% a 17% (28 kV)

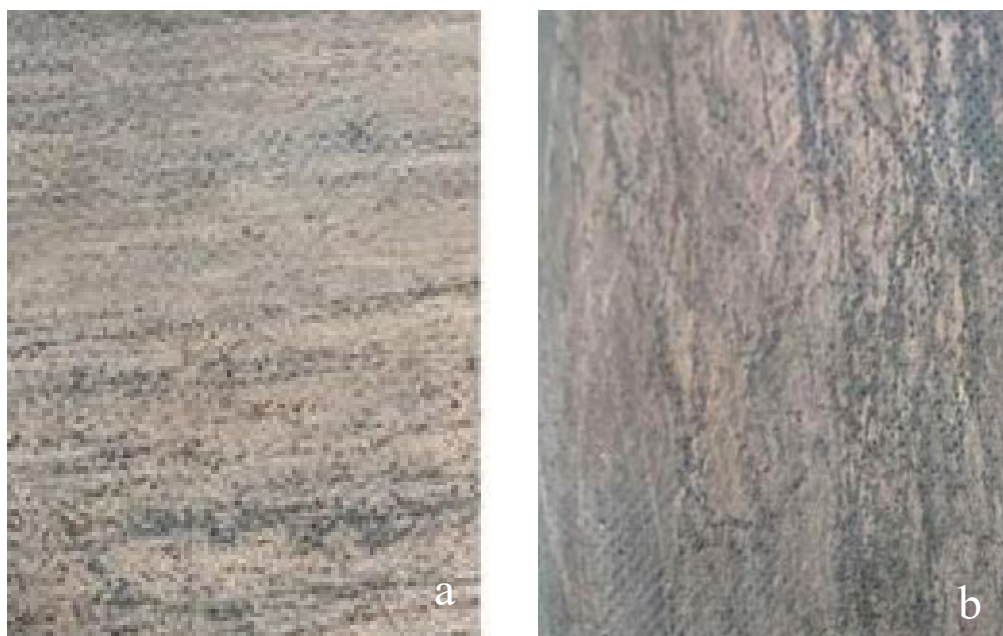
Nejdříve se zvlákňování PVB<sub>45</sub> 13% podobalo procesu zvlákňování PVB<sub>60</sub> 10%, ale finální vlákněná vrstva byla příliš vlhká (viz obrázek 26a, 27a).

Bylo očekáváno zlepšení procesu zvlákňování navýšením koncentrace na 15% PVB<sub>45</sub>, avšak vlákněná vrstva byla horší než v případě 13% PVB<sub>45</sub> (viz obrázek 26b, 27b).

Při zvlákňování PVB<sub>45</sub> vlákna nebyla dopravena na kolektor, ale klesala do prostoru pod elektrodou z důvodu vysoké vlhkosti (viz obrázek 26c).



Obrázek 26: Snímky nanovlákněné vlečky, **a** – PVB<sub>45</sub> 13%; **b** – PVB<sub>45</sub> 15%; **c** – PVB<sub>45</sub> 17%



Obrázek 27: Snímky nanovlákněné vrstvy, **a** – PVB<sub>45</sub> 13%; **b** – PVB<sub>45</sub> 15%

## 9. Plošné hmotnosti nanovláknenných vrstev

Výtěžnost zvláknování jednotlivých roztoků o rozdílné hmotnostní koncentraci a molekulové hmotnosti byla stanovená z plošné hmotnosti (viz tabulka 6, 7). Jednotlivé molekulové hmotnosti PVB jsou v tabulkách barevně oddělené.

Vždy bylo vykrojeno pět vzorků o 100 cm<sup>2</sup> z jedné nanovláknenné vrstvy nanesené na nosiči Spun-Bond a posléze zváženo. Hmotnost nanovláknenné vrstvy byla získaná odečtením průměrné hmotnosti nosiče od průměrné hmotnosti nanovláknenné vrstvy na substrátu. Plošná hmotnost byla převedena z g/cm<sup>2</sup> na g/m<sup>2</sup>.

Tabulka 6: Plošné hmotnosti Spun-Bondu a nanovláknenných vrstev nanesených na nosiči

Nosič a roztoky PVB [g/100cm <sup>2</sup> ]	1.	2.	3.	4.	5.	$\bar{x}$
Spunbond	0,2929	0,2702	0,2784	0,2843	0,2961	<b>0,2844</b>
PVB <sub>45</sub> 13% (28 kV)	0,4343	0,4356	0,4327	0,4292	0,4196	<b>0,4303</b>
PVB <sub>45</sub> 15% (28 kV)	0,3661	0,3800	0,3600	0,3539	0,3795	<b>0,3679</b>
PVB <sub>60</sub> 8% (37 kV)	0,3874	0,4040	0,3963	0,4109	0,4022	<b>0,4002</b>
PVB <sub>60</sub> 8% (28 kV)	0,3575	0,3610	0,3760	0,3694	0,3773	<b>0,3660</b>
PVB <sub>60</sub> 10% (37 kV)	0,4714	0,4639	0,4846	0,4993	0,4863	<b>0,4798</b>
PVB <sub>60</sub> 10% (28 kV)	0,4075	0,4060	0,3584	0,3958	0,4042	<b>0,3920</b>
PVB <sub>60</sub> 12% (28 kV)	0,4060	0,4123	0,4201	0,4096	0,4375	<b>0,4123</b>
PVB <sub>75</sub> 5% (28 kV)	0,2939	0,3103	0,2981	0,2890	0,2951	<b>0,2973</b>
PVB <sub>75</sub> 7% (28 kV)	0,3405	0,3436	0,3322	0,3192	0,3183	<b>0,3308</b>

Plošné hmotnosti nanovláknenných vrstev po odečtení hmotnosti nosiče a převedené na metr čtvereční.

Tabulka 7: Hmotnosti nanovláknenné vrstvy

Roztoky PVB	Plošné hmotnosti [g/m <sup>2</sup> ]
PVB <sub>45</sub> 13% (28 kV)	<b>1,459</b>
PVB <sub>45</sub> 15% (28 kV)	<b>0,835</b>
PVB <sub>60</sub> 8% (37 kV)	<b>1,158</b>
PVB <sub>60</sub> 8% (28 kV)	<b>0,816</b>
PVB <sub>60</sub> 10% (37 kV)	<b>1,954</b>
PVB <sub>60</sub> 10% (28 kV)	<b>1,076</b>
PVB <sub>60</sub> 12% (28 kV)	<b>1,279</b>
PVB <sub>75</sub> 5% (28 kV)	<b>0,129</b>
PVB <sub>75</sub> 7% (28 kV)	<b>0,464</b>

## 9.1. Výrobnost

Výrobnost byla stanovena z plošné hmotnosti za hodinu zvlákňování. V jednotlivých tabulkách jsou uvedené plošné hmotnosti nanovlákněných vrstev po hodině zvlákňování.

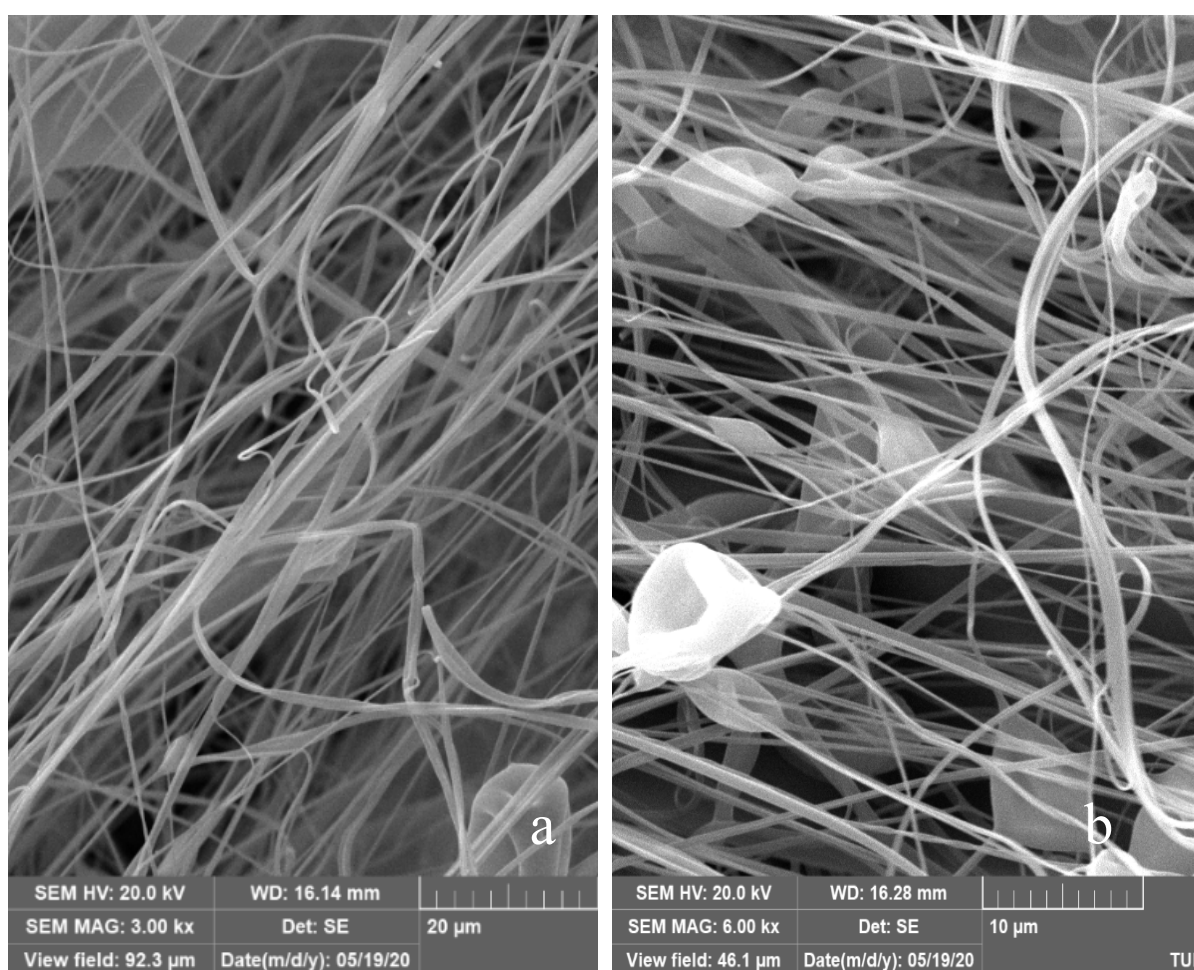
Tabulka 8: Výrobnost stroje

<b>Roztoky PVB</b>	<b>Výrobnost [g/h]</b>
PVB <sub>45</sub> 13% (28 kV)	<b>17,508</b>
PVB <sub>45</sub> 15% (28 kV)	<b>10,020</b>
PVB <sub>60</sub> 8% (37 kV)	<b>13,896</b>
PVB <sub>60</sub> 8% (28 kV)	<b>9,792</b>
PVB <sub>60</sub> 10% (37 kV)	<b>23,448</b>
PVB <sub>60</sub> 10% (28 kV)	<b>12,910</b>
PVB <sub>60</sub> 12% (28 kV)	<b>15,348</b>
PVB <sub>75</sub> 5% (28 kV)	<b>1,548</b>
PVB <sub>75</sub> 7% (28 kV)	<b>5,568</b>

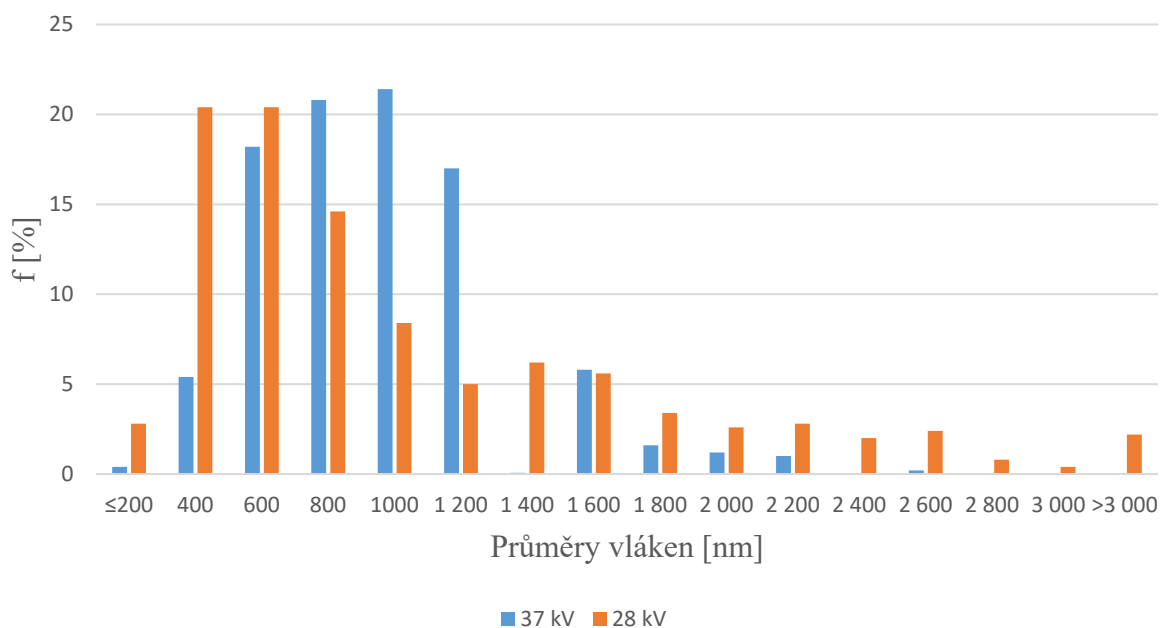
## 10. Vyhodnocení snímků pořízené na skenovacím elektronovém mikroskopu (SEM)

Deset snímků pro každou nanovláknennou vrstvu, pořízených na SEM, bylo proměřeno pomocí softwaru ImageJ. Z každého snímku bylo naměřeno padesát průměrů vláken. Z toho vyplývá, že celkem bylo naměřeno 500 průměrů pro každou nanovláknennou vrstvu. Interval měřených velikostí průměrů začínal od menších nebo rovných průměrů 200 nm a končil intervalem velikostí průměrů větších jak 3 000 nm. Pro tento interval bylo zvoleno 16 tříd. Velikost jedné třídy byla 200 nm. Tabulku hodnot pro jednotlivé histogramy jsou uvedeny v příloze.

### 10.1. PVB<sub>60</sub> 8% (37 kV, 28 kV)



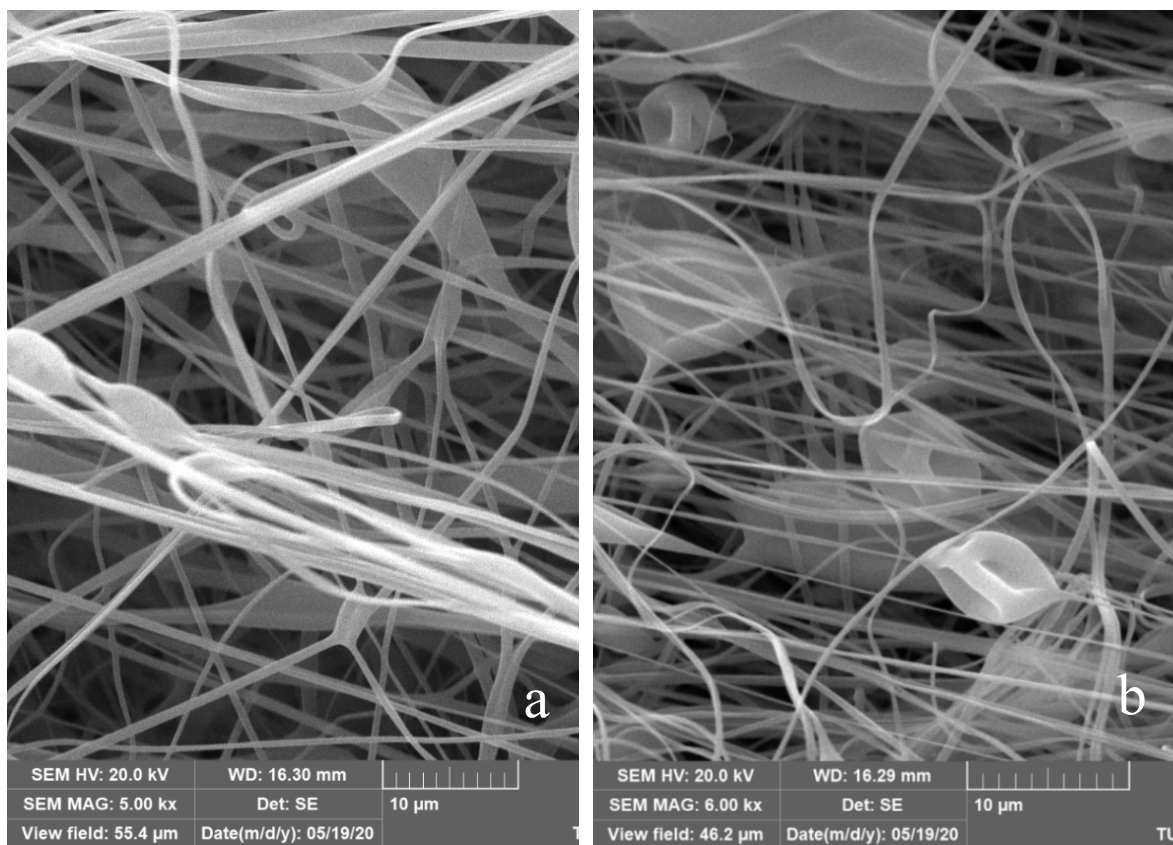
Obrázek 28: Snímky ze SEM, a – PVB<sub>60</sub> 8% (37 kV); b – PVB<sub>60</sub> 8% (28 kV)



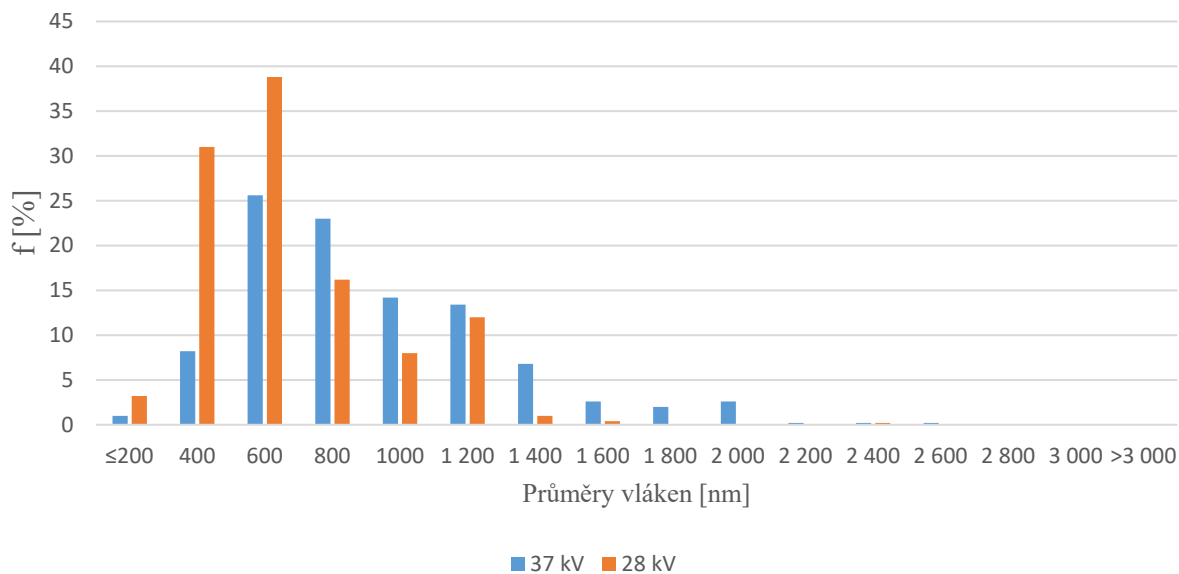
Obrázek 29: Histogram četností velikostí průměrů vláken PVB<sub>60</sub> 8% (37 kV, 28 kV)

Na snímku ze SEM je patrné, že obě nanovláčkové vrstvy jsou dostatečně kvalitní. Snížení elektrického napětí vedlo ke vzniku tlustších vláken. A proto na obrázku 29 lze vidět u PVB<sub>60</sub> 8% (28 kV) větší průměry vláken a také průměry vláken byly naměřeny skrz celý interval. U nevláčkové vrstvy PVB<sub>60</sub> 8% (37 kV) je hustší vláčková struktura.

## 10.2. PVB<sub>60</sub> 10% (37 kV, 28 kV)



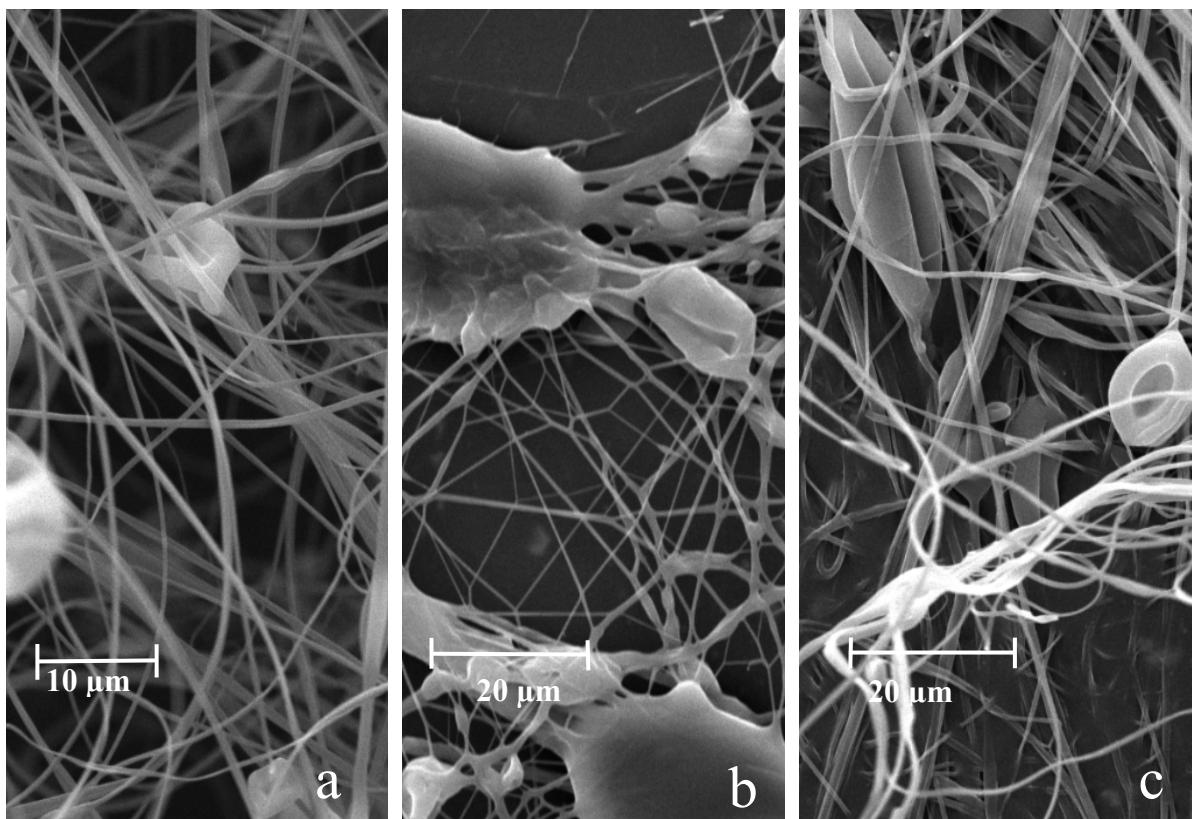
Obrázek 30: Snímky ze SEM, **a** – PVB<sub>60</sub> 10% (37 kV); **b** – PVB<sub>60</sub> 10% (28 kV)



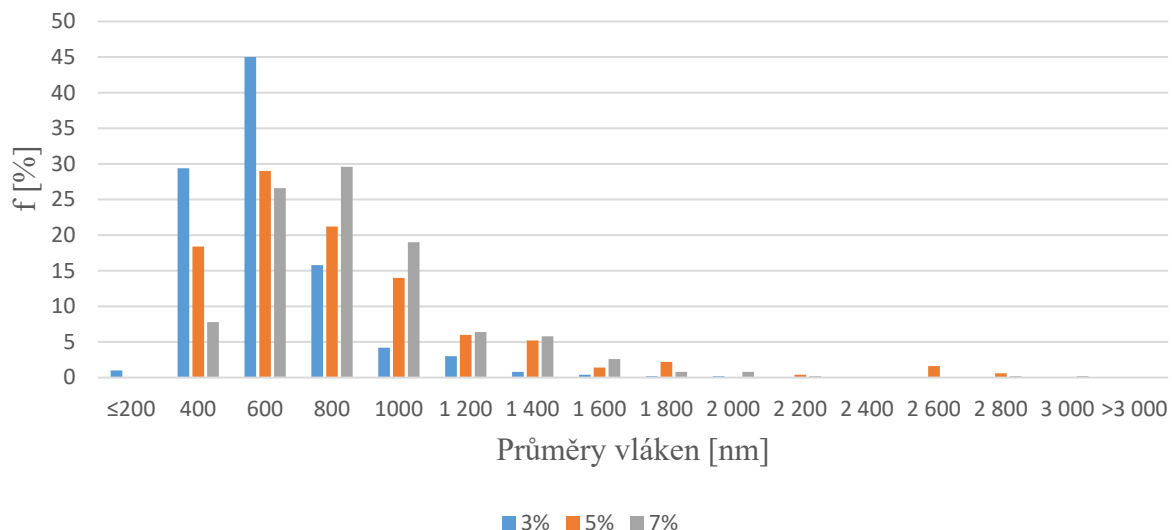
Obrázek 31: Histogram četností velikostí průměrů vláken PVB<sub>60</sub> 10% (37 kV, 28 kV)

Snížení napětí u PVB<sub>65</sub> 10% opět vedlo ke vzniku několika špatně vydloužených vláken, ale celkově vlákna měla menší průměr než v případě PVB<sub>60</sub> 10% (37 kV). Obě nanovláknenné vrstvy z mikroskopické hlediska se jevíly dostatečně kvalitní.

### 10.3. PVB<sub>75</sub> 3%, 5% a 7%, (28 kV)



Obrázek 32: Snímky ze SEM, a – PVB<sub>75</sub> 3%; b – PVB<sub>75</sub> 5%; c – PVB<sub>75</sub> 7%

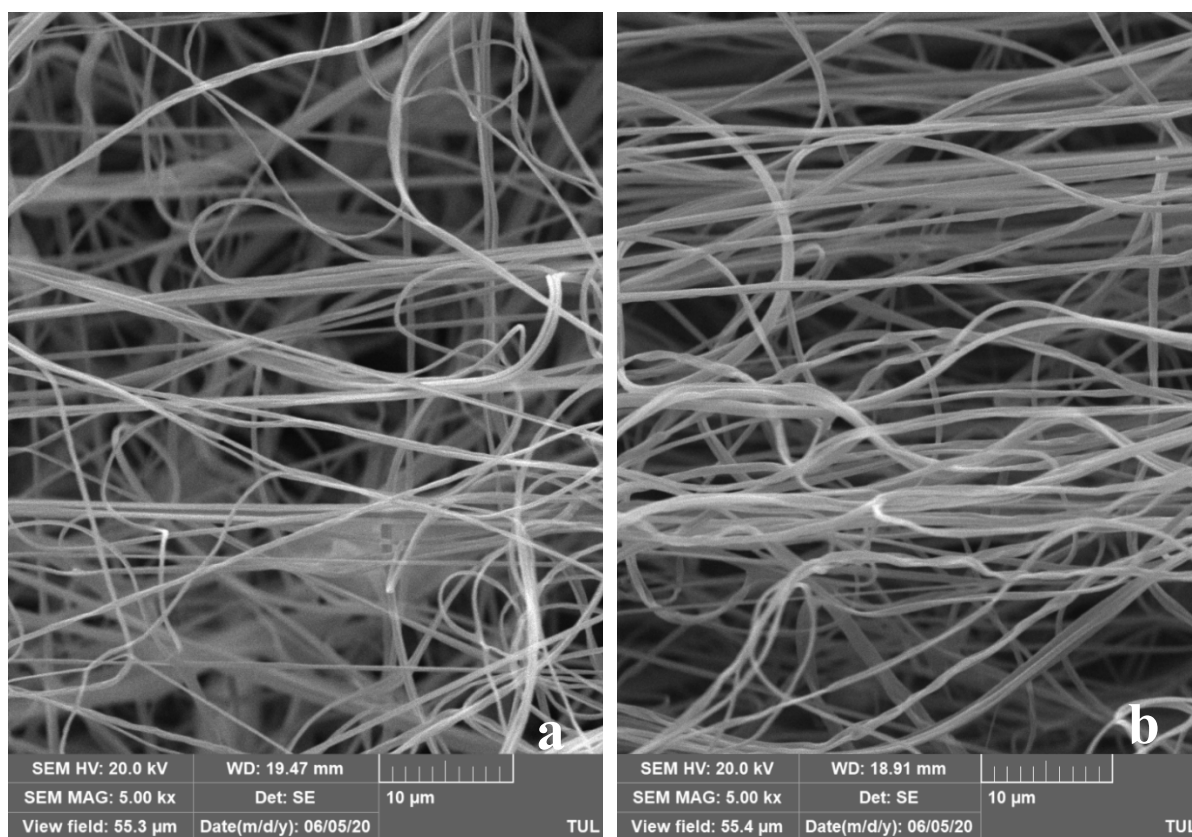


Obrázek 33: Histogram četností velikostí průměrů vláken PVB<sub>75</sub> 3%, 5% a 7%

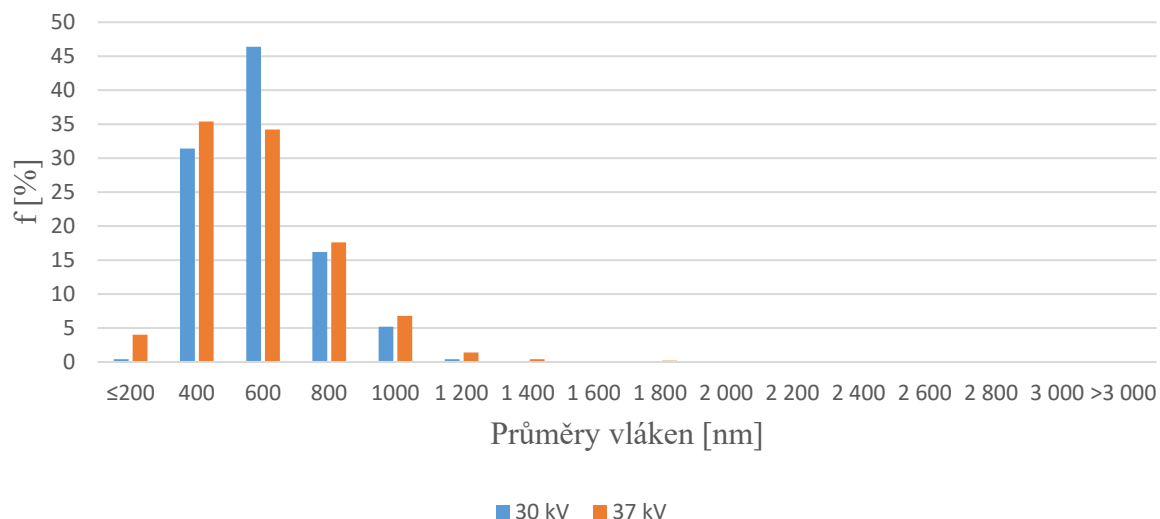
Ze SEM snímku bylo patrné, že dobrá vlákenná struktura vznikla pouze u PVB<sub>75</sub> 3%. Ostatní vlákenné struktury z PVB<sub>75</sub> jsou velmi nekvalitní. U vlákenné struktury vzniklé z roztoku PVB<sub>75</sub> 3% byla největší četnost malých průměrů vláken v porovnání s ostatními vlákennými vrstvami z PVB<sub>75</sub>.

#### 10.4. PVB<sub>60</sub> 10% (30 kV, 37 kV)

Zopakované zvlákňování PVB<sub>60</sub> 10% v etanolu od společnosti TechniSolv. Bylo prozkoušeno jiné elektrické napětí než v případě prvního zvlákňování.



Obrázek 34: Snímky ze SEM, **a** – PVB<sub>60</sub> 10% (30 kV); **b** – PVB<sub>60</sub> 10% (37 kV)

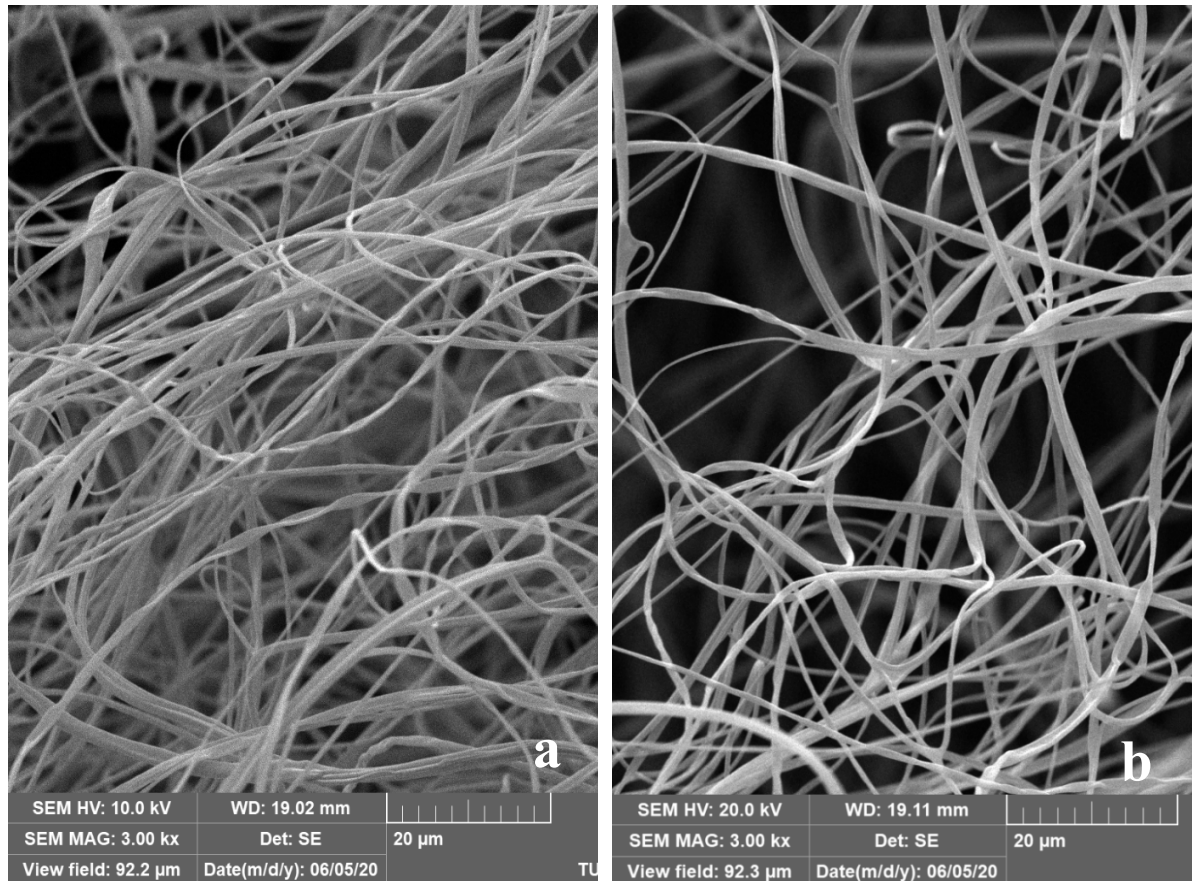


Obrázek 35: Histogram četností velikostí průměrů vláken PVB<sub>60</sub> 10% (30 kV, 37 kV)

Z mikroskopické pozorování se obě nanovláčkové vrstvy jeví velmi kvalitně. Přestože bylo testováno elektrické napětí 30 kV a 37 kV, tak četnosti velikostí průměrů vláken jsou podobny pro obě nanovláčkové vrstvy.

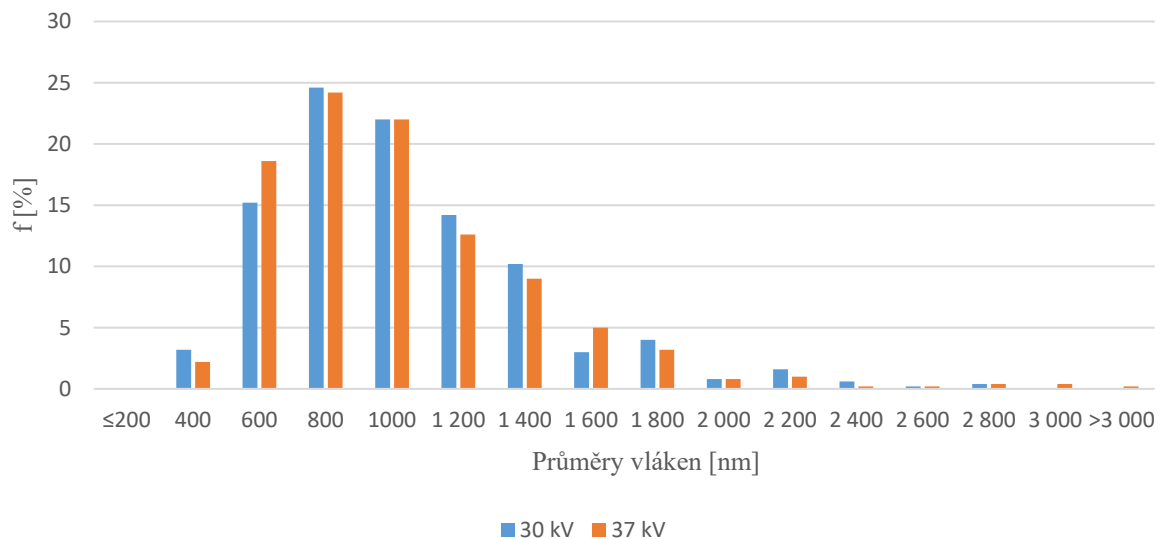
### 10.5. PVB<sub>60</sub> 12% (30 kV, 37 kV)

Zopakované zvlákňování PVB<sub>60</sub> 12% v etanolu od společnosti TechniSolv. A taktéž bylo prozkoušeno jiné elektrické napětí.



Obrázek 36: Snímky ze SEM, **a** – PVB<sub>60</sub> 12% (30 kV); **b** – PVB<sub>60</sub> 12% (37 kV)





Obrázek 37: Histogram četností velikostí průměrů vláken PVB<sub>60</sub> 12% (30 kV, 37 kV)

Nanovláknenné vrstvy jsou kvalitní. Četnosti průměrů vláken jsou pro obě elektrická napětí velmi podobná.

## 11. Směsi PVB<sub>45</sub> , PVB<sub>60</sub> , PVB<sub>75</sub>

Testované roztoky PVB<sub>45</sub> a PVB<sub>75</sub> netvořili homogenní suchou vlečku a neprodukovaly kvalitní nanovláknenný materiál.

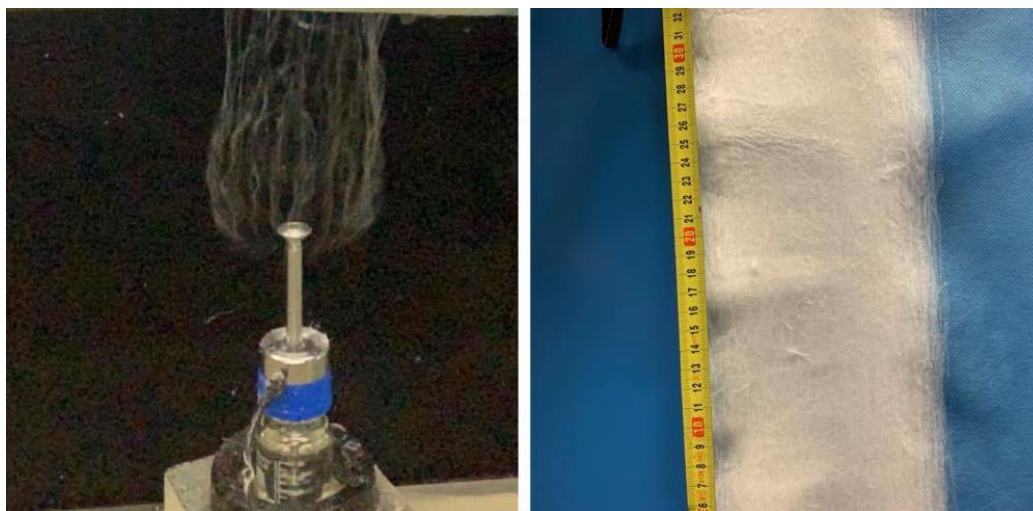
Směsi byly zvolené tak, aby jedna složka byla dobře zvláknitelná PVB<sub>60</sub> a druhá složka PVB<sub>45</sub> nebo PVB<sub>75</sub> v poměru 1:1. Když směs zvlákněovala, snížil se poměr PVB<sub>60</sub> na 1:2.

Zároveň byla navržena směs 10% PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>75</sub> poměru 1:1. Při absenci PVB<sub>60</sub> tato směs měla největší potencionální úspěch na zvláknění. Z důvodu podobnosti dobře zvláknitelnému PVB<sub>60</sub> 10%. Dobrá zvláknitelnost dané směsi byla předpokládána kvůli vhodné viskozitě roztoku pro zvláknování a průměrné molekulové hmotnosti, která by mohla být podobná vhodnému PVB<sub>60</sub>.

Zvláknování probíhalo při 21 °C a relativní vzdušná vlhkost byla 53 %. Pokud došlo ke vhodnému zvláknování, následně bylo otestováno více napětí pro jeden roztok. Doba zvláknování byla 5 min.

### 11.1. PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 12% (1:1, 30 kV)

Při zvláknování směsi PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 12% (1:1, 30 kV) vznikala těžší nanovláknenná vlečka. Nebyly pozorovány žádné problémy během zvláknování. Nanovláknenná vrstva byla celistvá bez mokřích míst. Šíře nánosu nanovláken byla 14 cm.



Obrázek 38: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 12% (1:1, 30 kV)

## 11.2. PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 12% (1:1, 37 kV)

Navýšení napětí z 30 kV na 37 kV mělo za následek větší produkční rychlost, ale kvůli navýšení elektrického napětí byl předpokládán nárůst počtu defektů s větším elektrickým napětím. Nanovláknenná vrstva byla suchá v celé šíři. Šíře nánosu nanovláken byla 14,5 cm.



Obrázek 39: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 12% (1:1, 37 kV)

## 11.3. PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 14% (2:1, 30 kV)

Při zvlákňování PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 14% (2:1, 30 kV) byl větší předpoklad pro zhoršené zvlákňování kvůli většímu obsahu PVB<sub>45</sub>. Nastal problém s nastavením optimálního napětí, při nastavení malého napětí se netvořily se žádná vlákna, při nastavení velkého napětí vznikala naopak folie. Nanovláknenná vlečka byla těžká. Nanesená vrstva vláken obsahovala defekty a její šíře byla 18 cm.



Obrázek 40: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 14% (2:1, 30 kV)

#### 11.4. PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 8% (1:1, 30 kV)

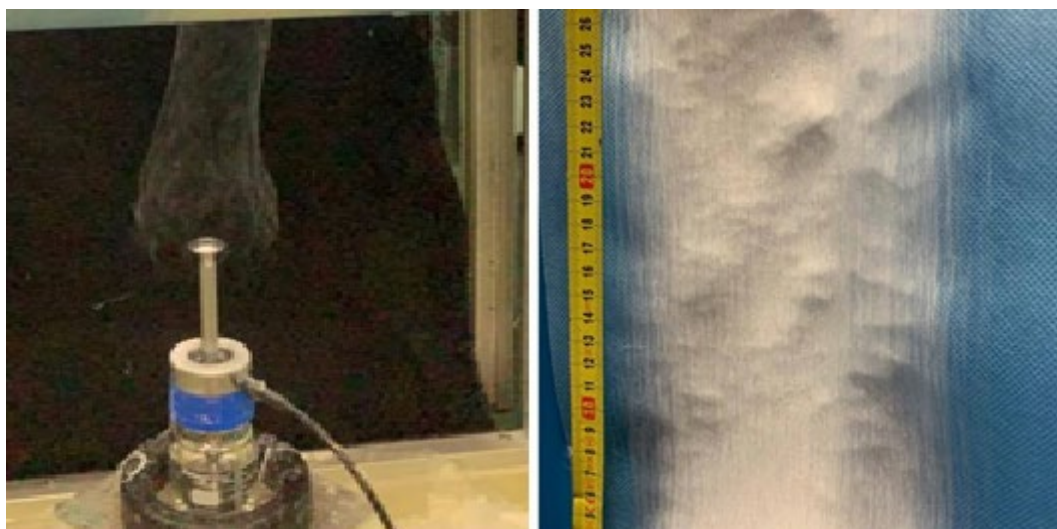
Zvlákňování při hodnotě napětí 30 kV, bylo maximální možné napětí, aby vznikla dostatečně kvalitní nanovlákněná vlečka. Při 37 kV nevznikla celistvá nanovlákněná vlečka. Nanovlákněná vrstva byla bez defektů a její šíře byla 14 cm.



Obrázek 41: Nanovlákněná vlečka a nanovlákněná vrstva PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 8% (1:1, 30 kV)

#### 11.5. PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 8% (1:1, 25 kV)

Napětí 25 kV bylo nejnižší možné pro zvlákňování PVB<sub>60</sub> : PVB<sub>75</sub> 8% (1:1). Nanovlákněná vlečka byla jemnější než v případě zvlákňování PVB<sub>60</sub> : PVB<sub>75</sub> 8% (1:1, 30 kV 1:1). Šíře nanovlákněné vrstvy byla 14 cm.



Obrázek 42: Nanovlákněná vlečka a nanovlákněná vrstva PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 8% (1:1, 25 kV)

## 11.6. PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 6% (1:2, 30 kV)

Zvlákňováním PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 6% (1:2, 30 kV) překvapivě vznikla velmi jemná vlečka. Nanovláknenná vrstva byla bez defektů. Šíře nanovláknenné vrstvy činila 16 cm.



Obrázek 43: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 6% (1:2, 30 kV)

## 11.7. PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 6% (1:2, 37 kV)

Výsledkem zvlákňování byla mokrá nanovláknenná vrstva. Kvůli navýšení elektrického napětí se kusy vláken odtrhávaly od stvolu trysky. Po 30 vteřinách byl experiment přerušen.

## 11.8. PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 6% (1:2, 25 kV)

Po neúspěšném zvlákňování při hodnotě napětí 37 kV bylo nastaveno napětí na 25 kV. Zvlákňovací proces byl dostatečně dobrý pro vznik kvalitní suché nanovláknenné vrstvy. Během zvlákňování vznikala velmi úzká nanovláknenná vlečka. Nános vláken na substrát byl 13 cm.



Obrázek 44: Nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 6% (1:2, 25 kV)

## 11.9. PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>75</sub> 10% (1:1, 25 kV)

Bylo předpokládáno, že tato směs by mohla mít šanci na úspěch kvůli podobnosti k PVB<sub>60</sub> 10%, avšak vůbec nedošlo ke vzniku nanovláknenné vlečky. Jen neřízeně odletovaly kusy vláken od trysky.



*Obrázek 45: Neřízené odletování vláken od trysky*

## 12. Plošné hmotnosti směsí

Z každé nanovlákněné vrstvy bylo vykrojeno pět vzorků o 100 cm<sup>2</sup>, tím byla zjištěna plošná hmotnost v g/100 cm<sup>2</sup>. Poté byl vypočítán aritmetický průměr hmotností nanovlákněných vrstev.

Tabulka 9: Plošné hmotnosti směsí [g/100 cm<sup>2</sup>]

Směsi	Označení směsí [g/100 cm <sup>2</sup> ]	1.	2.	3.	4.	5.	$\bar{x}$
PVB <sub>45</sub> : PVB <sub>60</sub>	1:1, 12%, 30 kV	0,1356	0,1365	0,1507	0,1342	0,1250	<b>0,1364</b>
	1:1, 12%, 37 kV	0,2284	0,2222	0,2297	0,2270	0,2253	<b>0,2265</b>
	2:1, 14%, 30 kV	0,2520	0,2421	0,2466	0,2512	0,2531	<b>0,2490</b>
PVB <sub>60</sub> : PVB <sub>75</sub>	1:1, 8%, 25 kV	0,1137	0,1169	0,1171	0,1165	0,1186	<b>0,1166</b>
	1:1, 8%, 30 kV	0,1505	0,1452	0,1529	0,1512	0,1528	<b>0,1505</b>
	1:2, 6%, 25 kV	0,0834	0,0845	0,0833	0,0841	0,0841	<b>0,0839</b>
	1:2, 6%, 30 kV	0,0907	0,0890	0,0909	0,0904	0,0893	<b>0,0901</b>

Průměrná hodnota plošné hmotnosti nanovlákněné vrstvy byla převedená na plošnou hmotnost v g/m<sup>2</sup>.

Tabulka 10: Plošné hmotnosti směsí [g/m<sup>2</sup>]

Směsi	Označení směsí	Plošné hmotnosti [g/m <sup>2</sup> ]
PVB <sub>45</sub> : PVB <sub>60</sub>	1:1, 12%, 30 kV	<b>1,364</b>
	1:1, 12%, 37 kV	<b>2,265</b>
	2:1, 14%, 30 kV	<b>2,490</b>
PVB <sub>60</sub> : PVB <sub>75</sub>	1:1, 8%, 25 kV	<b>1,166</b>
	1:1, 8%, 30 kV	<b>1,505</b>
	1:2, 6%, 25 kV	<b>0,839</b>
	1:2, 6%, 30 kV	<b>0,901</b>

### 12.1. Výrobnost

Výrobnost stroje KOMES byla stanovena z plošné hmotnosti nanovlákněné vrstvy po hodině zvlákňování.

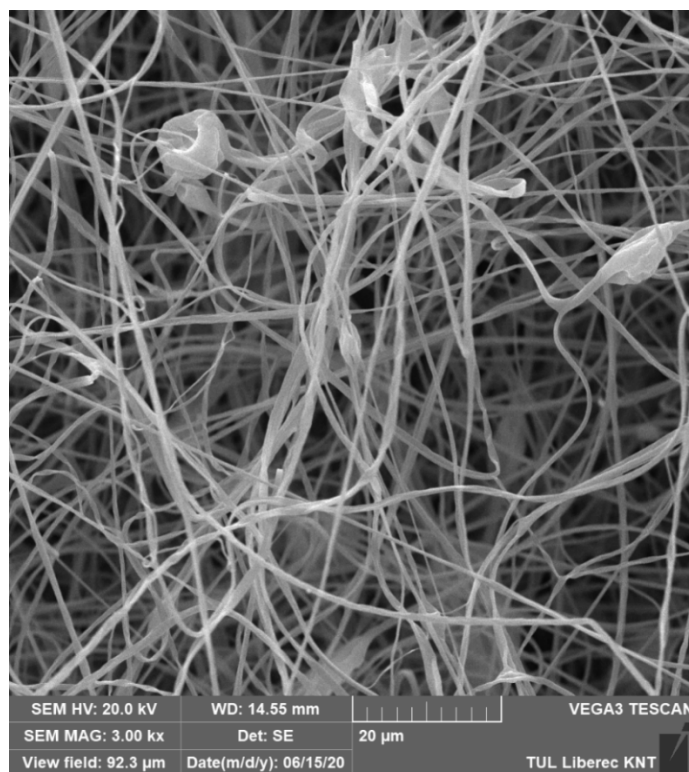
Tabulka 11: Výrobnosti směsí [g/h]

Směsi	Označení směsí	Výrobnost [g/h]
PVB <sub>45</sub> : PVB <sub>60</sub>	1:1, 12%, 30 kV	<b>16,368</b>
	1:1, 12%, 37 kV	<b>27,180</b>
	2:1, 14%, 30 kV	<b>29,880</b>
PVB <sub>60</sub> : PVB <sub>75</sub>	1:1, 8%, 25 kV	<b>13,987</b>
	1:1, 8%, 30 kV	<b>18,062</b>
	1:2, 6%, 25 kV	<b>10,066</b>
	1:2, 6%, 30 kV	<b>10,807</b>

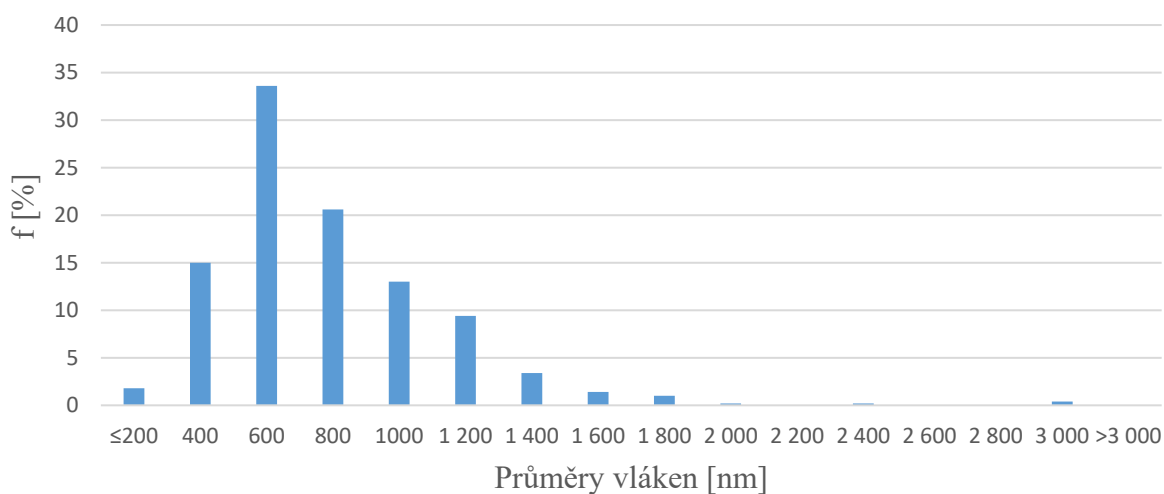
## 13. Vyhodnocení snímků nanovláknenných vrstev směsí pořízených na SEM

Snímky nanovláknenných vrstev vyrobené zvlákňováním směsí byly pořízené na SEM. Vyhodnocení těchto snímků poskytlo informace o makroskopické struktuře nanovláknenné vrstvy.

### 13.1. PVB<sub>45</sub>:PVB<sub>60</sub> 12% (1:1, 30 kV)



Obrázek 46: Nanovláknenná vrstva PVB<sub>45</sub>:PVB<sub>60</sub> 12% (1:1, 30 kV)

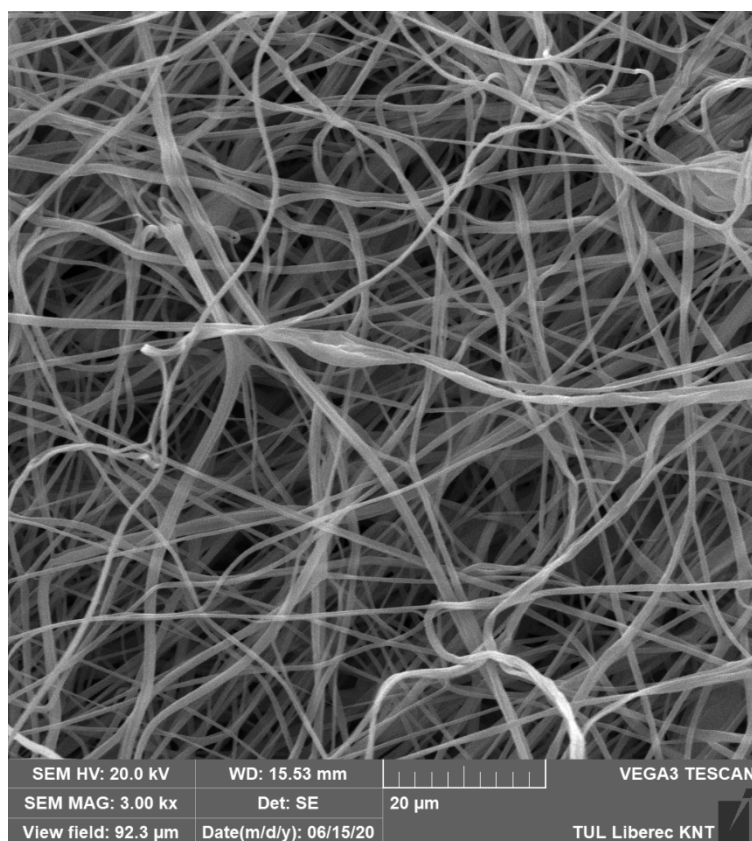


Obrázek 47: Histogram četností průměrů vláken PVB<sub>45</sub>:PVB<sub>60</sub> 12% (1:1, 30 kV)

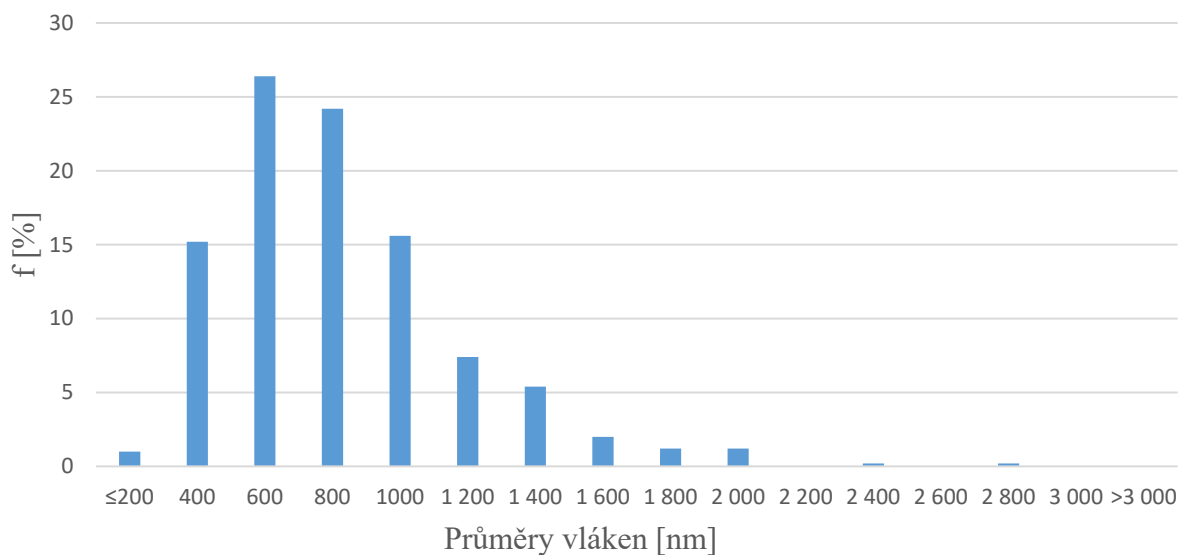
Na snímku ze SEM lze vidět minimální defekty, ostatně se nanovláknenná vrstva zdála kvalitní. Nejvíce naměřených průměrů vláken se nacházelo ve 3. třídě (600 nm).



### 13.2. PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub>12% (1:1, 37 kV)



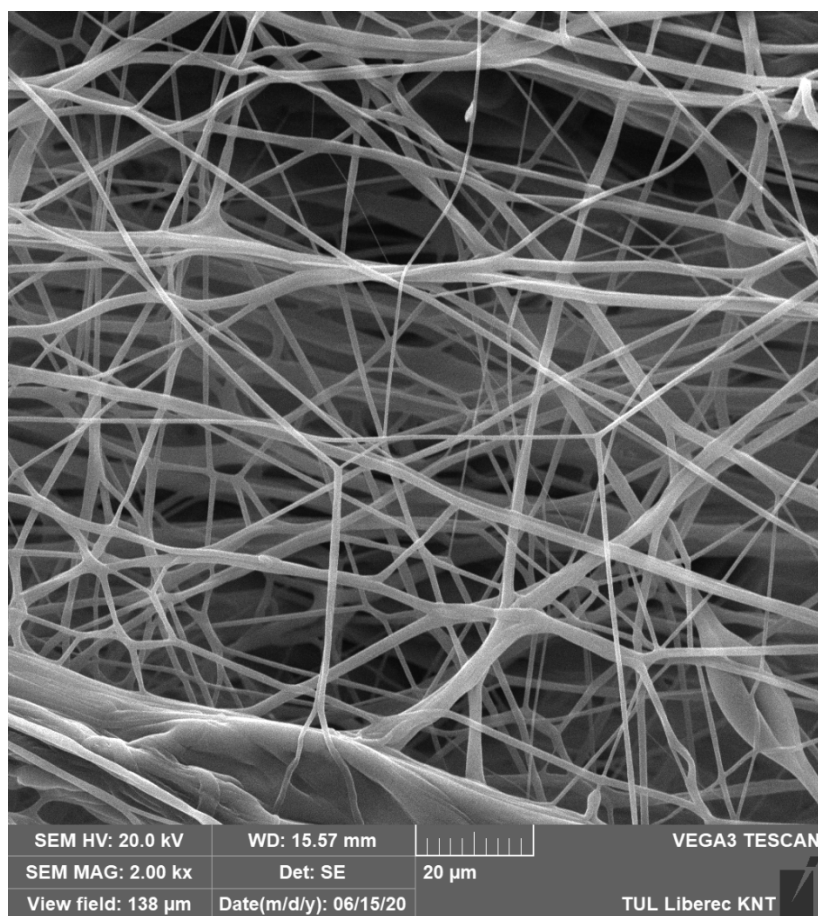
Obrázek 48: Nanovláknenná vrstva PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 12% (1:1, 37 kV)



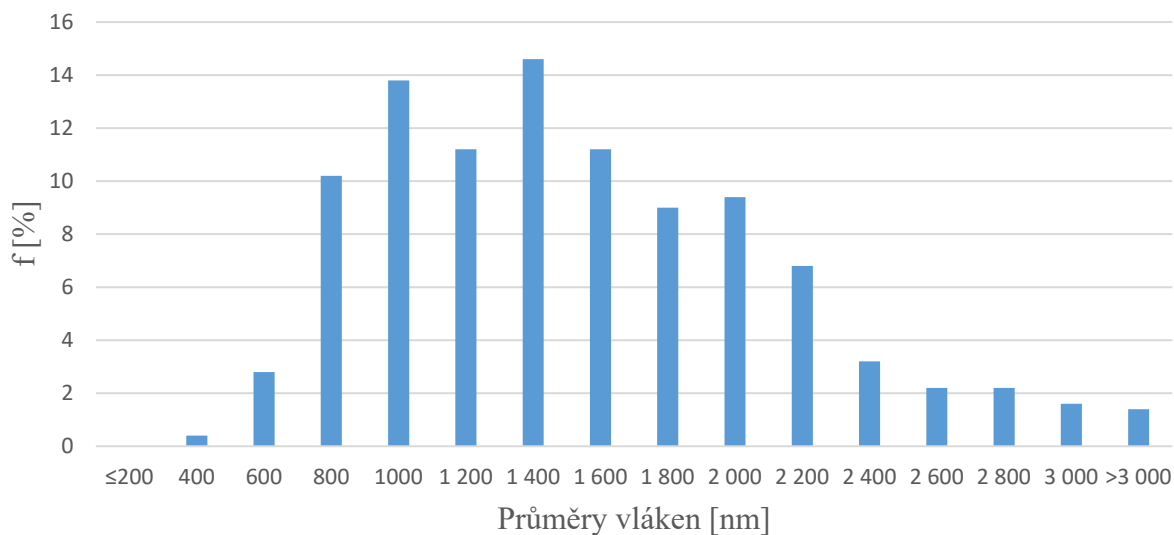
Obrázek 49: Histogram četností průměrů vláken PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 12% (1:1, 37 kV)

Byla pozorována kvalitní nanovláknenná vrstva s minimálními defekty. Nejvíce naměřených průměrů vláken se nacházelo ve 3. třídě (600 nm).

### 13.3. PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 14% (2:1 30 kV)



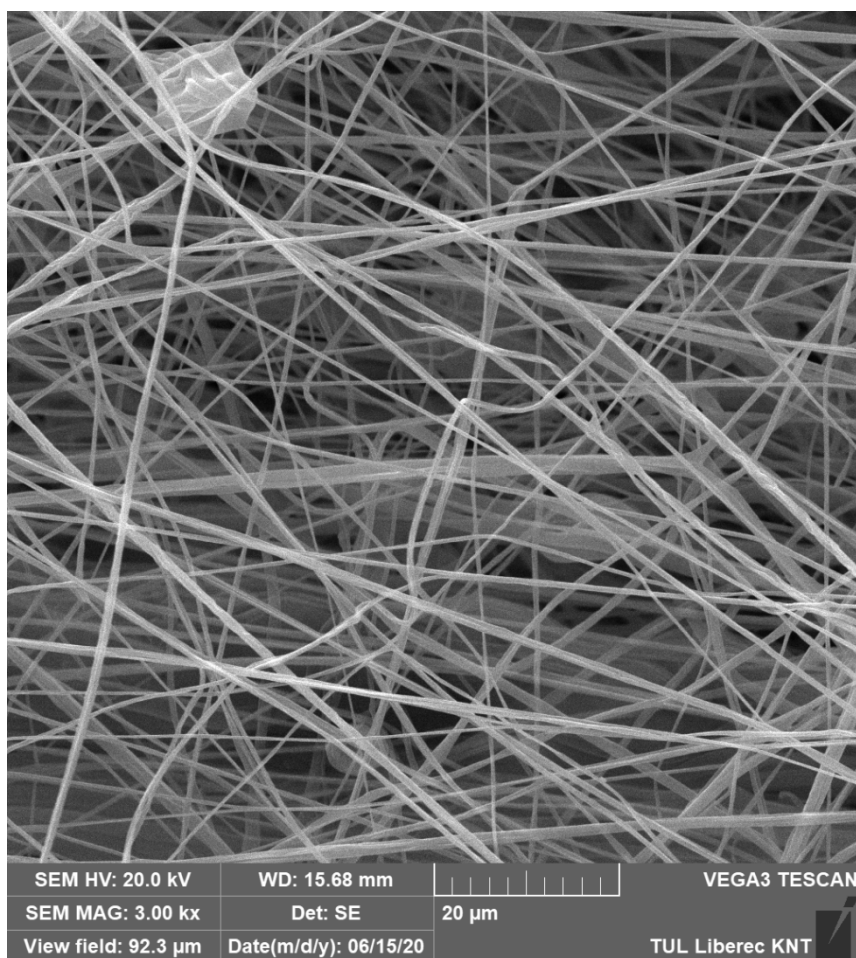
Obrázek 50: Nanovláknenná vrstva PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 14% (2:1 30 kV)



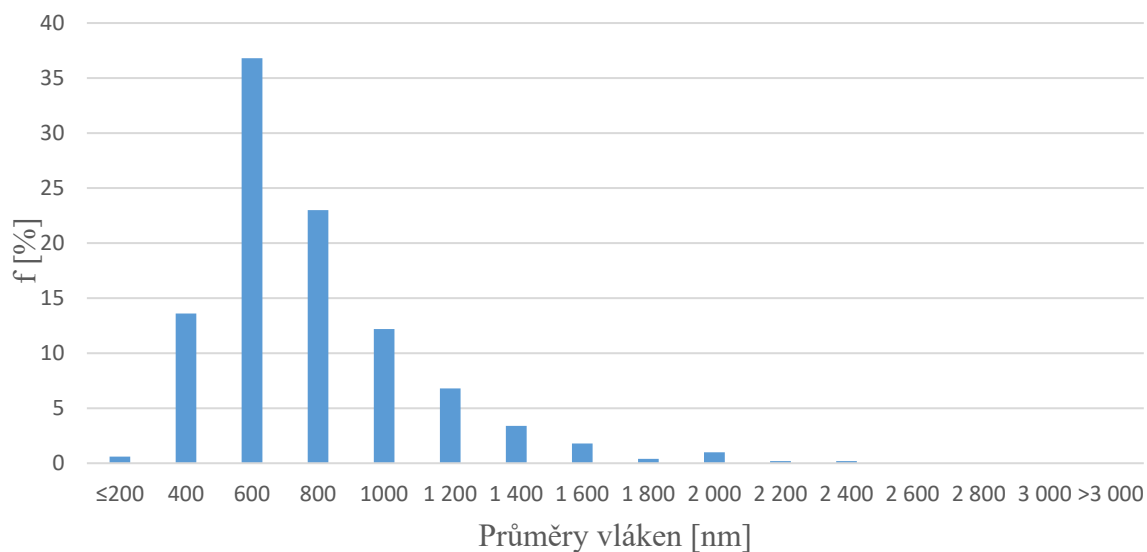
Obrázek 51: Histogram četností průměrů vláken PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 14% (2:1 30 kV)

Z důvodu většího poměru PVB<sub>45</sub> nevznikla kvalitní nanovláknenná vrstva. Nejvíce naměřených průměrů vláken se nacházelo v 7. třídě (1 400 nm).

### 13.4. PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 8% (1:1, 30 kV)



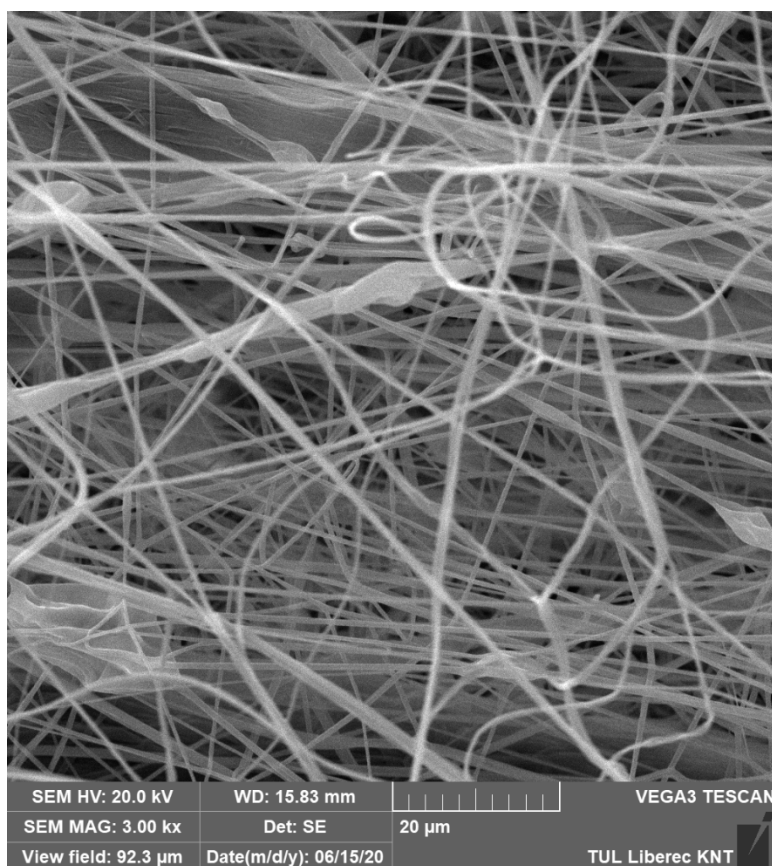
Obrázek 52: Nanovláknenná vrstva PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 8% (1:1, 30 kV)



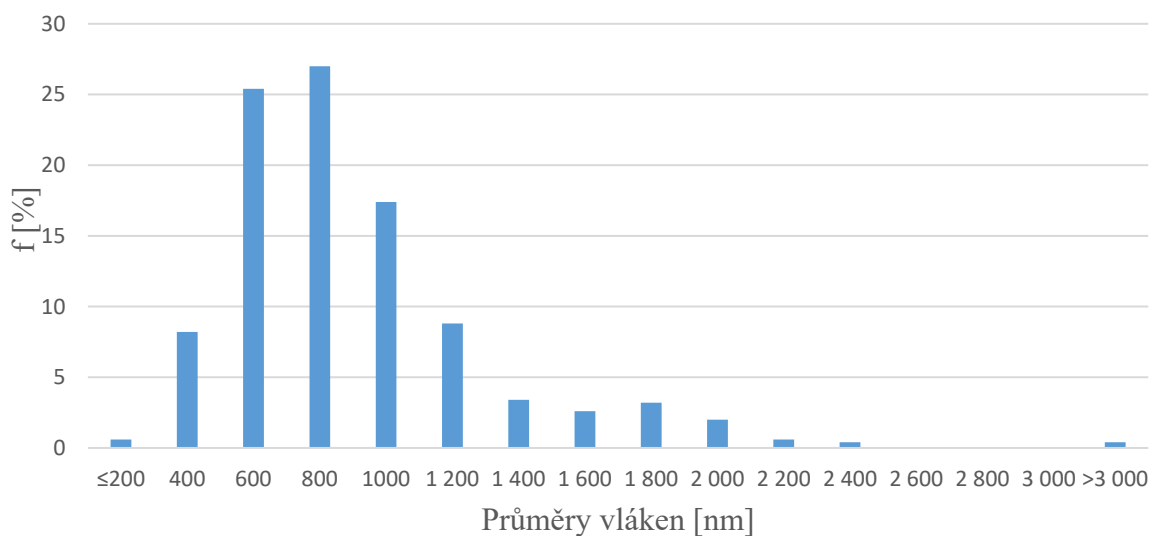
Obrázek 53 Histogram četností průměrů vláken PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 8%

Z pozorování snímku ze SEM byla patrná kvalitní nanovláknenná vrstva. Nejvíce naměřených průměrů vláken se nachází ve 3. třídě (800 nm).

### 13.5. PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 8% (1:1 25 kV)



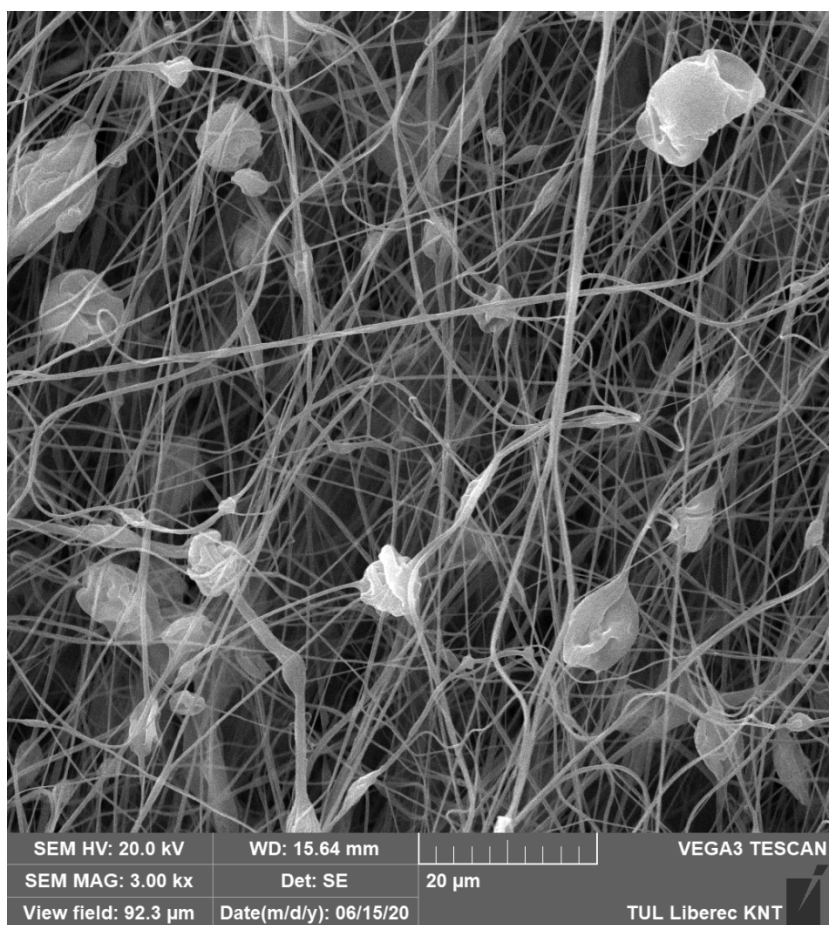
Obrázek 54: Nanovláknenná vrstva PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub>8% (1:1 25 kV)



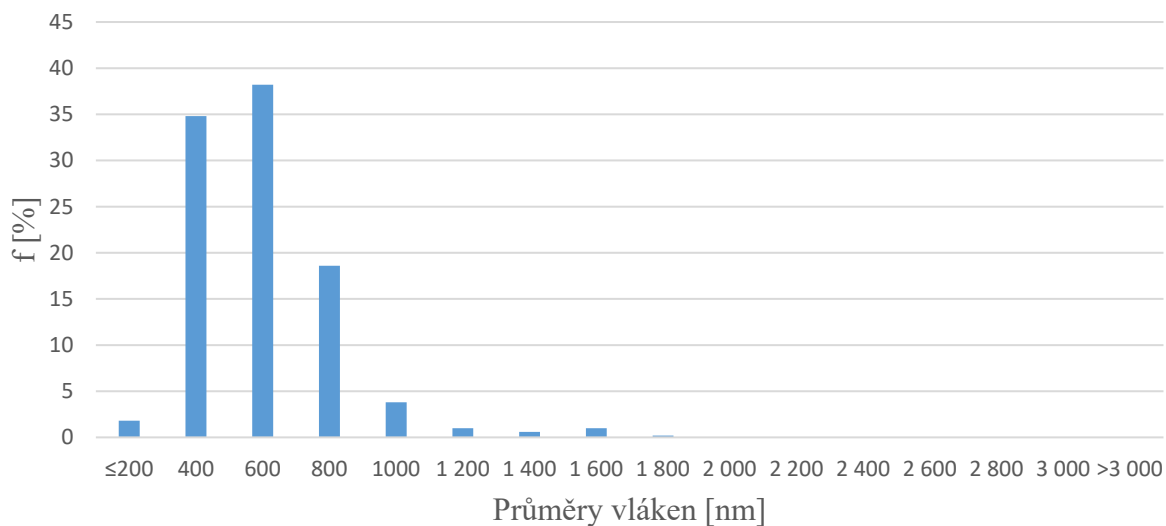
Obrázek 55: Histogram četností průměrů vláken PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub>8%

V nanovláknenné struktuře byly pozorovány defekty. Nejvíce naměřených průměrů vláken se nacházelo ve 4. třídě (800 nm).

### 13.6. PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 6% (1:2, 30 kV)



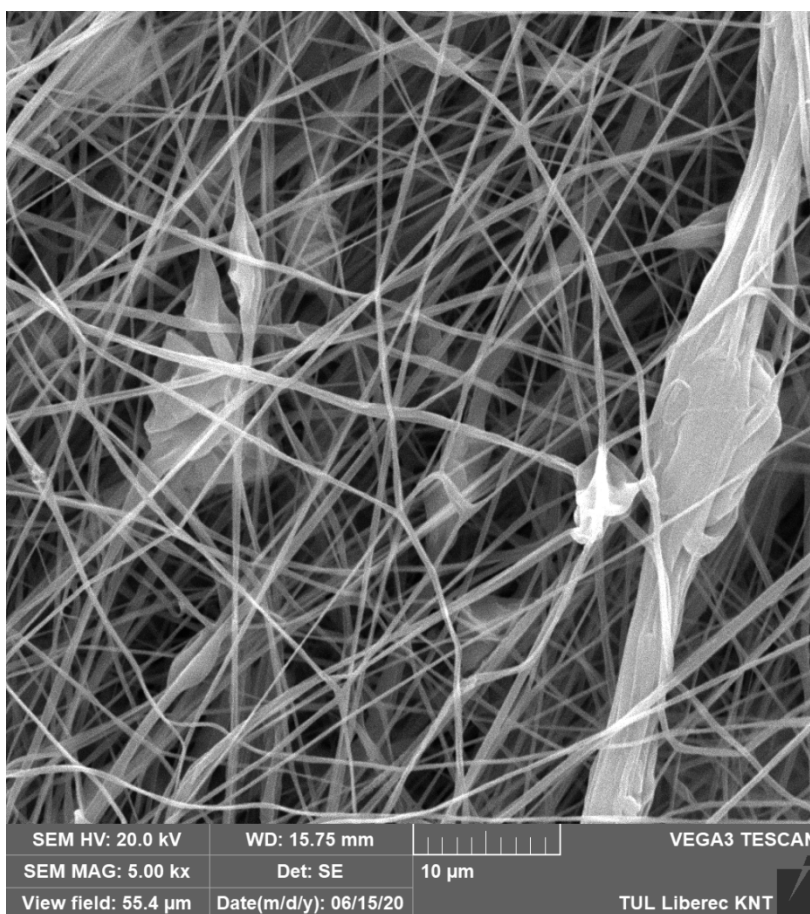
Obrázek 56: Nanovláknenná vrstva PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 6% (1:2, 30 kV)



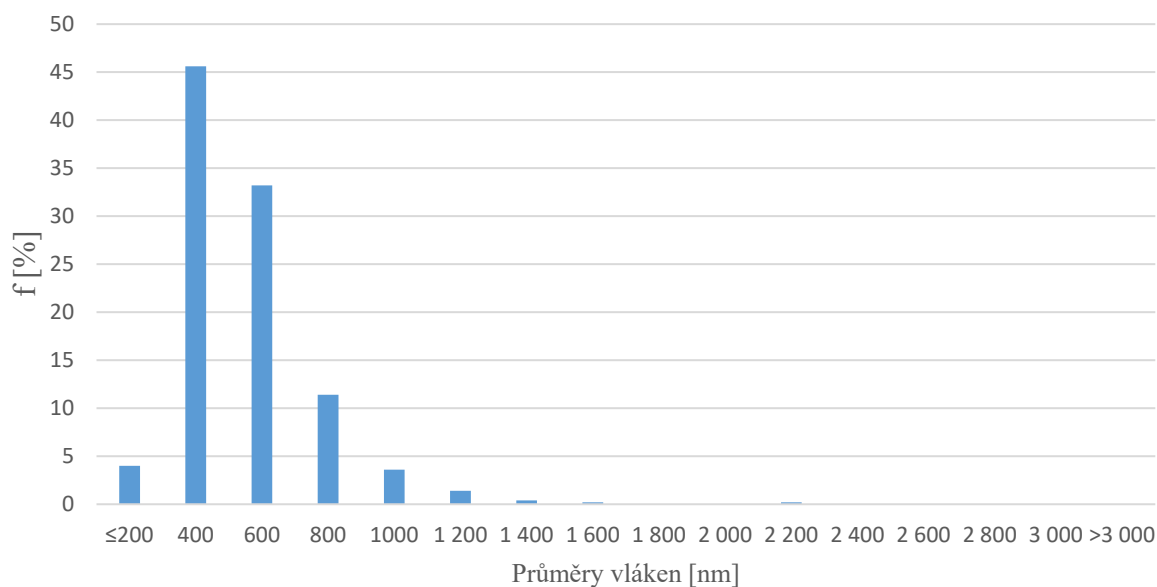
Obrázek 57: Histogram četností průměrů vláken PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 6% (1:2, 30 kV)

V nanovláknenné vrstvě se nacházela jemná vlákna s tlustými místy. Nejvíce naměřených průměrů vláken bylo naměřeno ve 3. třídě (600 nm).

### 13.7. PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 6% (1:2, 25 kV)



Obrázek 58: Nanovláknenná vrstva PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 6% (1:2, 25 kV)



Obrázek 59: Histogram četností průměrů vláken PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 6% (1:2, 25 kV)

Snížení elektrického napětí způsobilo, že v nanovláknenné vrstvě se nacházelo méně tlustých míst. Nejvíce naměřených průměrů vláken bylo v 2. třídě (400 nm).

## 14. Vyhodnocení

Při testování roztoků PVB<sub>45,65,75</sub> bylo zjištěno, že s roztoky PVB<sub>60</sub> je možno dosáhnout nejlepšího zvlákňovacího procesu a dobrých vlastností zhotovené nanovlákněné struktury kvůli nejvhodnější průměrné molekulové hmotnosti 60 000 g/mol.

Nejprve byly testovány roztoky PVB<sub>60</sub> 8%, 10% (37 kV). U obou nanovlákněných vrstev se nacházely defekty (viz obrázek 20, 22). Výrobnost PVB<sub>60</sub> 8% (37 kV) byla 13,896 g/h a PVB<sub>60</sub> 10% (37 kV) 23,448 g/h (viz tabulka 8). Mikroskopický vzhled byl vyhodnocený ze snímku pořízeném na SEM. U PVB<sub>60</sub> 8% (37 kV) nebyl pozorován větší počet defektů ve formě kapkovitých útvarů (viz obrázek 28a). Vlákna měly tendenci se orientovat jedním směrem. Četnost průměrů vláken byla rozprostřená kolem 4. třídy (800 nm) a 5. třídy, kdy nejvíce průměrů bylo naměřeno v 5. třídě (1 000 nm). Z pozorování snímku ze SEM PVB<sub>60</sub> 10% (37 kV) bylo zjištěno, že v nanovlákněné vrstvě se ojediněle objevovaly kapkovité útvary. Vrstva měla izotropní charakter (viz obrázek 30a). Četnost průměrů vláken byla nejvíce rozprostřená od 2. třídy (400 nm) až k 7. třídě (1 400 nm). Třída s nejvíce naměřenými průměry byla 3. (600 nm).

Kvůli značnému množství defektů bylo přenastaveno elektrické napětí u roztoků PVB<sub>60</sub> 8% a 10% na 28 kV. To mělo za následek zlepšení celistvosti nanovlákněné struktury (viz obrázek 21, 23). Výrobnost PVB<sub>60</sub> 8% (28 kV) byla 9,792 g/h a PVB<sub>60</sub> 10% (28 kV) 12,912 g/h (viz tabulka 8). Pokles výrobnosti ve srovnání s elektrickým napětím 37 kV mohl být zkresleným faktorem, protože nanovlákněné vrstvy PVB<sub>60</sub> 8% a 10% (37 kV) byly vlhčí důsledkem špatného odpařování rozpouštědla. Ze snímku pořízeného na SEM u PVB<sub>60</sub> 8% (28 kV) bylo pozorováno větší množství vláken s většími průměry důsledkem špatného dlouhícího procesu (viz obrázek 28b). Četnosti průměrů vláken byly rozprostřeny přes celý měřený interval. Nejvíce naměřených hodnot spadalo do 2. a 3. třídy (400 nm; 600 nm). Ze snímku pořízeného na SEM u PVB<sub>60</sub> 10% (28 kV) bylo pozorováno několik kapkovitých útvarů (viz obrázek 29b). Četnosti průměrů vláken byly nejvíce rozprostřeny od 2. třídy (400 nm) až k 6. třídě (1 200 nm). Nejvíce průměrů bylo naměřeno ve 3. třídě (600 nm).

Nanovlákněná vrstva vzniklá zvlákňováním PVB<sub>60</sub> 12% (28 kV) měla mnoho defektů (viz obrázek 30b). Výrobnost byla 15,1348 g/h (viz tabulka 8). Ze snímku pořízeným na SEM byla pozorována izotropní struktura s několika vlákny s vyššími průměry (viz obrázek 61). Četnost průměrů vláken byla rozprostřena skrze celý interval, ale nejvíce četností průměrů vláken bylo od 2. třídy (400 nm) až k 9. třídě (1 800 nm). Nejvíce naměřených hodnot průměrů spadalo do 3. třídy (600 nm).

Přes zlepšení zvlákňování snížením elektrického napětí na 28 kV stále nebyly finální nanovlákněné struktury dostatečně kvalitní, jak bylo předpokládáno. Z toho důvodu byl zvlákňovací proces PVB<sub>60</sub> se stejnými koncentracemi zopakován s rozdílným rozpouštědlem. Stávající rozpouštědlo, technický etanol od společnosti Severochema, bylo nahrazeno etanolem od firmy TechniSolvu.

Ze snímku pořízených na SEM PVB<sub>60</sub> 10% (30 kV) byla pozorovaná nanovlákněná struktura bez kapkovitých útvarů (viz obrázek 34a). Nejčtenější průměry vláken byly naměřeny od 2. třídy (400 nm) až ke 4. třídě (800 nm). Třída s nejvíce naměřenými průměry vláken byla 3. (600 nm).

SEM snímek poskytl informace, že PVB<sub>60</sub> 10% (37 kV) vlákna měla sklon se uspořádat v jednom směru. Nebyly viděny žádné kapkovité útvary (viz obrázek 34b). Nejvíce četností průměrů vláken bylo naměřeno od 2. třídy (400 nm) až k 4. třídě (800 nm). Třída s nejvíce naměřenými průměry vláken byla 3. (600 nm).

Ze snímků pořízených na SEM PVB<sub>60</sub> 12% (30 kV) bylo pozorováno izotropní uspořádání vláken. Nebyla viděna žádná vlákna s vyššími průměry (viz obrázek 36a). Četnosti vláken se rozprostíraly skrz měřený interval průměrů vláken. Nejvíce četností průměrů vláken bylo naměřeno od 3. třídy (600 nm) až k 7. třídě (1 400 nm). Třída s nejvíce naměřenými průměry vláken byla 4. (800 nm).

Z fotografií pořízených na SEM PVB<sub>60</sub> 12% (37 kV) bylo zjištěno, že v nanovlákně se nenacházely vyšší průměry vláken (viz obrázek 36b). Četnosti průměrů vláken byly, stejně jako v případě PVB<sub>60</sub> 12% (30 kV), rozprostřeny skrz měřený interval. Nejvíce četností průměrů vláken bylo naměřeno od 3. třídy (600 nm) až k 7. třídě (1 400 nm). Třída s největší četností průměru vláken byla 4. (800 nm).

Při pokusu o zvlákňování PVB<sub>75</sub> 3% (28 kV) nevznikla nanovlákněná vlečka a nedošlo ke vzniku celistvé nanovlákněné vrstvy (viz obrázek 24a). Nejvíce průměrů vláken bylo naměřeno ve 3. třídě (600 nm).

Během zvlákňování PVB<sub>75</sub> 5% (28 kV) vznikla dosti vlhká nanovlákněná vrstva (viz obrázek 25b). Výrobnost byla 1,548 g/h (viz tabulka 8). Ze snímků pořízených na SEM bylo pozorováno mnoho defektů ve formě kapkovitých útvarů (viz obrázek 37). Vlákna nebyla pravidelně rozmístěna v struktuře (viz obrázek 32b). Nejvíce četností průměrů vláken bylo naměřeno od 2. třídy (400 nm) k 5. třídě (1000 nm). Třída s nejvíce četností průměrů vláken byla 3. (800 nm).

Zpočátku zvlákňování PVB<sub>75</sub> 7% (28 kV) se zdálo, že by to mohl být ideální proces zvlákňování, ale pochvíli bylo zjištěno, že nanovlákněná vrstva je příliš mokrá (viz obrázek 24 c). Nepomohlo ani otestování více hodnot elektrického napětí. Výrobnost byla 5,568 g/h (viz tabulka 8). Na snímku SEM bylo pozorováno, že vlákna jsou nerovnoměrně distribuována ve struktuře. Bylo upozorováno několik kapkovitých útvarů ve vlákněné struktuře (viz obrázek 32c). Všechny četnosti vláken byly distribuovány od 2. třídy (400 nm) k 10. třídě (2 000 nm). Největší zastoupení průměru vláken bylo ve 2. třídě (400 nm) k 5. třídě (1000 nm). Nejvíce četností průměrů vláken bylo ve 4. třídě (800 nm).

Při zvlákňování PVB<sub>45</sub> 13% (28 kV) byla finální nanovlákněná struktura příliš vlhká (viz obrázek 26a). Výrobnost byla 17,508 g/h (viz tabulka 8). Nevznikla dostatečně kvalitní nanovlákněná struktura tak, aby se daly proměřit průměry vláken.

U roztoku PVB<sub>45</sub> 15% (28 kV) bylo očekáváno zlepšení zvlákňovacího procesu kvůli navýšení koncentrace, ale vlákněná vrstva byla více vlhká než v případě PVB<sub>45</sub> 13% (viz obrázek 27b). Výrobnost činila 10,02 g/h (viz tabulka 8). Stejně jako v případě PVB<sub>45</sub> 13% nevznikla dostatečně kvalitní nanovlákněná vrstva, tak aby se daly proměřit průměry vláken. Během zvlákňování PVB<sub>45</sub> 17% (28 kV) nevznikla nanovlákněná vlečka (viz obrázek 30).

Při zvlákňování směsi PVB<sub>45</sub>:PVB<sub>60</sub> 12% (1:1, 30 kV) vznikla celistvá nanovlákněná vrstva bez mokřích míst (viz obrázek 38). Výrobnost byla 16,368 g/h (viz tabulka 11). Na snímku SEM byla pozorována hustá izotropní struktura vláken. Občasné byly viděny kapkovité útvary (viz obrázek 46). Nejvíce průměrů vláken bylo distribuováno mezi 2. třídou



(400 nm) a 5. třídou (1 200 nm). Nejvíce naměřených průměrů vláken se nachází v 3. třídě (600 nm).

Během zvlákňování PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 12% (1:1, 37 kV) také vznikla celistvá nanovláknenná struktura bez mokřích míst (viz obrázek 39). Výrobnost byla 27,18 g/h (viz tabulka 11). Snímek pořízený pomocí SEM ukázal, že nanovláknenná vrstva je velmi hustá bez defektů (viz obrázek 48). Distribuce průměrů vláken byla od 1. třídy ( $\leq 200$  nm) až k 9. třídě (1 800 nm). Nejvíce průměrů vláken bylo naměřeno ve 3. třídě (600 nm).

Proces zvlákňování PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 14% (2:1, 30 kV) vedl ke vzniku nanovláknenné vrstvy s defekty kvůli většímu podílu PVB<sub>45</sub> (viz obrázek 40). Výrobnost byla 29,88 g/h (viz tabulka 11). Na snímku pořízený pomocí SEM bylo patrné, že nanovláknenná struktura není tak kvalitní jako v případě dvou předešlých směsí PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 1:1 (viz obrázek 50). Četnost průměrů vláken byla takřka naměřena skrz celý interval. Nejvíce naměřených průměrů vláken se nacházelo v 7. třídě (1 400 nm).

Při snaze o zvlákňování směsi PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 8% (1:1) bylo elektrické napětí 30 kV maximálně možné pro vznik kvalitní nanovláknenné vrstvy. Nanovláknenná vrstva byla bez defektů (viz obrázek 41). Výrobnost byla 18,062 g/h (viz tabulka 11). Na snímku ze SEM byla viděna hustá izotropní vláknenná struktura s několika defekty (viz obrázek 52). Četnosti průměrů vláken byly naměřené od 1. třídy ( $\leq 200$  nm) až k 10. třídě (2 000 nm). Nejvíce naměřených průměrů vláken se nachází v 3. třídě (600 nm).

Zvlákňováním PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 8% (1:1, 25 kV) vznikla jemná nanovláknenná vlečka. V nanovláknenné struktuře nebyly viděny defekty (viz obrázek 42). Výrobnost byla 13,987 g/h (viz tabulka 11). Na snímku pořízeném na přístroji SEM byla pozorována vláknenná struktura podobná struktuře předchozí směsi PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 8% (viz obrázek 54). Největší četnosti průměrů vláken byly naměřené od 2. třídy (400 nm) až k 5. třídě (1 000 nm). Třída s nejvíce naměřenými průměry byla 4. (800 nm).

Během zvlákňování PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 6% (1:2, 30 kV) vznikla velmi jemná vlečka. Nanovláknenná vrstva byla celistvá bez defektů (viz obrázek 43). Výrobnost činila 10,807 g/h (viz tabulka 11). Na snímku pořízeném na SEM bylo pozorováno, že nanovláknenná vrstva obsahuje mnoho defektů (viz obrázek 56). Největší četnosti průměrů vláken byly naměřené od 2. třídy (400 nm) až k 4. třídě (800 nm). Třída s nejvíce naměřenými průměry byla 3. (600 nm).

Při snaze o zvlákňování směsi PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> (1:2, 6%, 37 kV) vznikla mokrá nanovláknenná vrstva. Z tohoto důvodu byl experiment po 30 vteřinách přerušen.

Proces zvlákňování PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 6% (1:2, 25 kV) dosáhl vzniku dostatečně celistvé a suché nanovláknenné vrstvy (viz obrázek 44). Výrobnost byla 10,066 g/h (viz tabulka 11). Vláknenná vrstva byla složená hustou sítí jemných vláken a občasně silnými špatně vydlouženými vlákny. Největší distribuce průměrů vláken byla od 2. třídy (400 nm) až k 4. třídě (800 nm). Třída s nejvíce naměřenými průměry byla 2. (400 nm).

U směsi PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>75</sub> nedošlo ke vzniku nanovláknenné vlečky, jen kusy vláken odletovaly od trysky (viz obrázek 45).

Tabulka 12: Vyhodnocení experimentů

	<b>Roztoky/směsi</b>	<b>Zvlákňování</b>	<b>Makroskopický vzhled</b>	<b>Mikroskopický vzhled</b>	<b>Výrobnost [g/h]</b>
PVB <sub>45</sub>	13% (28 kV)	ANO	ŠPATNÝ		17,508
	15% (28 kV)	ANO	ŠPATNÝ		10,020
	17% (28 kV)	NE			
PVB <sub>60</sub>	8% (37 kV)	ANO	DOBRÝ	DOBRÝ	13,896
	8% (28 kV)	ANO	VÝBORNÝ	DOBRÝ	9,792
	10% (37 kV)	ANO	DOBRÝ	DOBRÝ	23,448
	10% (28 kV)	ANO	VÝBORNÝ	DOBRÝ	12,910
	10% (30 kV) TechniSolv	ANO	VÝBORNÝ	VÝBORNÝ	
	10% (37 kV) TechniSolv	ANO	VÝBORNÝ	VÝBORNÝ	
	12% (28 kV)	ANO	ŠPATNÝ	ŠPATNÝ	15,348
	12% (30 kV) TechniSolv	ANO	VÝBORNÝ	VÝBORNÝ	
	12% (37 kV) TechniSolv	ANO	VÝBORNÝ	VÝBORNÝ	
PVB <sub>75</sub>	3% (28 kV)	ANO	ŠPATNÝ	DOBRÝ	
	5% (28 kV)	ANO	ŠPATNÝ	ŠPATNÝ	1,548
	7% (28 kV)	ANO	ŠPATNÝ	ŠPATNÝ	5,568
PVB <sub>45</sub> : PVB <sub>60</sub>	1:1, 12%, 30 kV	ANO	VÝBORNÝ	DOBRÝ	16,368
	1:1, 12%, 37 kV	ANO	VÝBORNÝ	VÝBORNÝ	27,180
	2:1, 14%, 30 kV	ANO	DOBRÝ	ŠPATNÝ	29,880
PVB <sub>60</sub> : PVB <sub>75</sub>	1:1, 8%, 25 kV	ANO	VÝBORNÝ	VÝBORNÝ	13,987
	1:1, 8%, 30 kV	ANO	VÝBORNÝ	VÝBORNÝ	18,062
	1:2, 6%, 25 kV	ANO	VÝBORNÝ	DOBRÝ	10,066
	1:2, 6%, 30 kV	ANO	VÝBORNÝ	DOBRÝ	10,807
	1:2, 6%, 37 kV	NE			
PVB <sub>45</sub> : PVB <sub>75</sub>	1:1, 10%, 25 kV	NE			

## 15. Závěr a doporučení

V této bakalářské práci bylo zjištěno, že dobře zvlákňovalo PVB s molekulovou hmotností 60 000 g/mol, a to v koncentracích 8%, 10% a 12%. Všechny testované koncentrace PVB<sub>60</sub> dobře zvlákňovaly. Koncentrace 10% se zdála jako ideální mezi ostatními testovanými koncentracemi PVB<sub>60</sub>. Při zvyšování koncentrace PVB<sub>60</sub> na 12% se nanovlákněné vrstvy začaly zhoršovat. Z mikroskopického hlediska u PVB<sub>60</sub> 8% byla tendence průměrů vláken se rozptýlit v celém měřeném intervalu od 200 nm do 3 000 nm. U 10% PVB<sub>60</sub> ať už s technickým etanolem od společnosti Severochema anebo etanolem od TechniSolvu se četnosti průměrů vláken nacházely těsně rozptýleny okolo 3. třídy. Také po použití obou rozpouštědel u PVB<sub>60</sub> 12% byly četnosti velikostí průměrů vláken rozptýleny skrz celý měřený interval, ale nejvíce průměru bylo naměřeno kolem 4. měřené třídy.

Molekulová hmotnost 70 000 g/mol nebyla vhodná pro zvlákňování PVB s AC. Pokus začal na koncentraci 3%. Tato koncentrace nedocílila vzniku nanovlákněné vlečky. Zvyšováním koncentrace PVB<sub>75</sub> na 5% a 7% se proces zvlákňování zlepšil, ale i přesto nanovlákněná vrstva byla příliš vlhká. S rostoucí koncentrací PVB<sub>75</sub> se průměr vláken nepatrně zvyšoval. U PVB<sub>75</sub> 3% převládala průměr vláken ve 3. třídě (600 nm) a u PVB<sub>75</sub> 7% nejvíce průměrů bylo naměřeno v 4. třídě (800 nm).

Testovaná molekulová hmotnost 45 000 g/mol taktéž nevedla ke vzniku ideální nanovlákněné struktury. Kvůli nízké molekulové hmotnosti byla navýšena koncentrace oproti PVB<sub>75</sub>. Testované koncentrace PVB<sub>45</sub> 13%, 15% a 17% vedly ke vzniku vlhké nanovlákněné vrstvy. U PVB<sub>45</sub> nevznikla tak dostatečně kvalitní nanovlákněná vrstva, aby se daly proměřit průměry vláken.

Testování molekulových hmotností 45 000 g/mol a 70 000 g/mol nevedly ke vzniku vhodné nanovlákněné struktury. Proto byly připravené směsi PVB<sub>45</sub>:PVB<sub>60</sub>, PVB<sub>60</sub>:PVB<sub>75</sub>, PVB<sub>45</sub>:PVB<sub>75</sub>.

Všechny směsi PVB<sub>45</sub>:PVB<sub>60</sub> (1:1) z makroskopického hlediska vypadaly velmi podobně, bez defektů. Tato směs by mohla mít potenciál pro další využití. Směs PVB<sub>45</sub>:PVB<sub>60</sub> 14% (2:1, 30 kV) byla s nejnižším zastoupením PVB<sub>60</sub>. U této směsi už byly patrné defekty v nanovlákněné vrstvě, též byl problém s nastavením napětí. Velikosti průměrů vláken směsi PVB<sub>45</sub>:PVB<sub>60</sub> (1:1) byly podobně zastoupeny v měřeném intervalu okolo 3. třídy (600 nm) a 4. třídy (800 nm). Nejvíce průměrů bylo naměřeno u všech těchto směsí v 3. třídě (600 nm). Směs PVB<sub>45</sub>:PVB<sub>60</sub> 14% (2:1 30 kV) oproti směsi PVB<sub>45</sub>:PVB<sub>60</sub> (1:1) měla naměřené velikosti průměrů vláken skoro skrz celý interval.

Při zvlákňování směsi PVB<sub>60</sub>:PVB<sub>75</sub> 8% (1:1) mohlo být nastaveno elektrické napětí pouze od 25 kV do 30 kV, aby vznikla kvalitní nanovlákněná vrstva. Po makroskopickém pozorování bylo usouzeno, že směsi PVB<sub>60</sub>:PVB<sub>75</sub> 8% (1:1, 25 kV nebo 30 kV) jsou dostatečně kvalitní pro další testování. U této směsi neměla nastavení elektrického napětí zásadní vliv na velikosti průměrů vláken. U testovaných elektrických napětí 25 kV a 30 kV se průměry vláken nacházely okolo 3. třídy (600 nm) a 4. třídy (800 nm).

Snížením koncentrace PVB<sub>60</sub> v poměru 1:2 k PVB<sub>75</sub> mělo za následek vzniku velmi jemné vlečky při nastavení elektrického napětí na 30 kV. Nanovlákněná vrstva byla suchá a bez defektů. Takřka veškeré průměry vláken byly naměřeny okolo 2. (400 nm) a 3. třídy (600 nm). Nastavení elektrického napětí na 25 kV mělo vliv na vznik jemnější nanovlákněné vlečky než

v případě nastavení elektrického napětí na 30 kV. Nejvíce naměřených průměrů bylo ve 2. třídě (400 nm). Skutečnost, že u této směsi byly naměřeny nejmenší průměry vláken a ještě se podařilo v této směsi docílit nejnižšího zastoupení PVB<sub>60</sub> v poměru k PVB<sub>75</sub>, byla tato směs shledána jako nejzajímavější pro případné další testování.

Byla snaha připravit roztok neobsahující PVB<sub>60</sub>. Jako pravděpodobný kandidát na náhradu byla zvolena směs PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>75</sub> v poměru 1:1. Tato směs byla připravená tak, aby se podobala PVB<sub>60</sub> 10%. Při zvlákňování této směsi vůbec nedošlo ke vzniku nanovlákněné vlečky.

## Použitá literatura

- [1] **A. G. Mamalis, L. O. G. Vogtländer, A. Markopoulos.** *Nanotechnology and nanostructured materials: trends in carbon nanotubes.* Precision Engineering, 2004. 28, 16-36. <https://doi.org/10.1016/j.precisioneng.2002.11.002>.
- [2] **M. C. Rocco.** *National Science Foundation, Official who oversees the nanotechnology initiative.* 3. Science American, 2001. 285.
- [3] **G. Bhat.** *Polymeric Nanofibers: Recent Technology Advancements Stimulating their Growth.* Textile Science & Engineerin, 2015. 5. DOI: [10.4172/2165-8064.1000186](https://doi.org/10.4172/2165-8064.1000186).
- [4] **E. D. Boland, J. A. Matthews, et al.** *Electrospinning collagen and elastin: Preliminary vascular tissue engineering.* Frontiers in Bioscience, 2004. 9, 1422-1432. DOI: [10.2741/1313](https://doi.org/10.2741/1313).
- [5] **P. Pokorný, E. Kostakova, F. Sanetrnik, P. Mikes, J. Chvojka, T. Kalous, et al.** *Effective AC needleless and collectorless electrospinning for yarn production.* Chem. Phys., 2014. 16, 26816-26822. DOI: [10.1039/C4CP04346D](https://doi.org/10.1039/C4CP04346D)
- [6] **S. L. Shenoy, W. D. Bates, H. L. Frisch, G. E. Wnek.** *Role of chain entanglements on fiber formation during electrospinning of polymer solutions: good solvent, non-specific polymer-polymer interaction limit.* 6. Polymer, 2005. 25, 3372-3384. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2005.03.011>.
- [7] **X. Zhang, Y. Lu.** *Centrifugal Spinning: An Alternative Approach to Fabricate Nanofibers at High Speed and Low Cost.* 4. Polymer Reviews, 2014. 54, 677-701. DOI: [10.1080/15583724.2014.935858](https://doi.org/10.1080/15583724.2014.935858).
- [8] **S. N. Amrinder, C. J. Wong, C. Amon, M. Sitti.** *Drawing suspended polymer micro-/nanofibers using glass micropipettes.* Appl. Phys. Lett, 2006. <https://doi.org/10.1063/1.2372694>.
- [9] **B. Ding, X. Wang, J. Yu.** *Electrospinning: Nanofabrication and Applications.* Elsevier, 2018. ISBN: [978-0-323-51270-1](https://doi.org/10.1016/j.precisioneng.2018.05.001).
- [10] **M. Ikegame, K. Tajima, T. Aida.** *Template Synthesis of Polypyrrole Nanofibers insulated within One-Dimensional Silicate Channels: Hexagonal versus Lamellar for Recombination of Polarons into Bipolarons.* Angew. Chem. Int, 2003. 42, 2154-2157. <https://doi.org/10.1002/anie.200250800>
- [11] **P. X. Ma, R. Y. Zhang, et al.** *Synthetic nano-scale fibrous extracellular matrix.* Mater. Resear, 1999. 46, 60-72. Doi: [10.1002/\(sici\)1097-4636\(199907\)46:1<60::aid-jbm7>3.0.co;2-h](https://doi.org/10.1002/(sici)1097-4636(199907)46:1<60::aid-jbm7>3.0.co;2-h)
- [12] **M. A. Ghalia, Y. Dahman.** *Nanobiomaterials in Soft Tissue Engineering: Advanced nanobiomaterials in tissue engineering: Synthesis, properties, and applications.*

Nanobiomaterials in Soft Tissue Engineering, 2016. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-42865-1.00006-4>

[13] **Oldřich Jirsák, Klára Kalinová.** Netkané textilie. Liberec: Technická universita 2003.

[14] **Y. M. Shin, M. M. Hohman, M. P. Brenner, G. C. Rutledge.** *Electrospinning: A whipping fluid jet generates submicron polymer fibers.* Applied Physics Letters, 2001. 78. ISSN: 00036951.

[15] **X. Zhang.** *Fundamentals of Fiber Science.* Lancaster: Lancaster, 2014, p. 426.

[16] **M. Dasdemir, B. Maze, N. Anantharamaiah, et al.** *Influence of polymer type, composition, and interface on the structural and mechanical properties of core/sheath type bicomponent nonwoven fibers.* J. Mater. Sc., 2012. 47, 5955–5969. <https://doi.org/10.1007/s10853-012-6499-7>

[17] *Splitting Bicomponent Fibers in Spunbond Fabrics* [online] hillsinc.net [cit. 08-05-2020] [Dostupné: http://hillsinc.net/documents/](http://hillsinc.net/documents/)

[18] **J. Hlavata, E. Kuzelova Kostakova.** *Fibers made by centrifugal spinning technology.* Res. Rev. J Mat. Sci., 2017. DOI: [10.4172/2321-6212-C1-006](https://doi.org/10.4172/2321-6212-C1-006).

[19] **H. Xu, H. Chen, X. Li, Ch. Liu, B. Yang.** *A comparative study of jet formation in nozzle- and nozzle-less centrifugal spinning systems.* 23. Journal of Polymer Science, 2014. 52, 1547-1559. <https://doi.org/10.1002/polb.23596>

[20] **M. Wasim, A. Sabir, M. Shafiq, Tahir Jamil.** *Electrospinning: A Fiber Fabrication Technique for Water Purification.* Nanoscale Materials in Water Purification, 2018. 289-308. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813926-4.00016-1>

[21] **H. D. Reneker, I. Chun.** *Nanometre diameter fibres of polymer, produced by electrospinning.* Nanotechnology, 1996.7. DOI: [10.1088/0957-4484/7/3/009](https://doi.org/10.1088/0957-4484/7/3/009).

[22] **G. I. Taylor.** *Disintegration of Water Drops in an Electric Field.* 1382 Proc. R. Soc., 1964. 280. <https://doi.org/10.1098/rspa.1964.0151>.

[23] **J. Feng.** *Preparation and properties of poly (lactic acid) fiber melt blown non-woven disordered mats.* Materials Letters, 2017. 189, 180-183. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2016.12.013>.

[24] **O. Jirsak, F. Sanetnik, D. Lukas, V. Kotek, L. Martinova, J. Chaloupek.** (2006) A Method of Nanofibres Production from a Polymer Solution Using Electrostatic Spinning and A Device for Carrying out the Method, EP 1673493.

[25] **O. Jirsak , P. Stanislav.** *Recent advances in nanofibre technology: needleless electrospinning.* J. Nanomater, 2012. 9, 836-845. DOI: [10.1504/IJNT.2012.046756](https://doi.org/10.1504/IJNT.2012.046756).

- [26] **L. Martinová, D. Lubasová.** *Electrospun Chitosan Based Nanofibers*. Research Journal of Textile and Apparel, 2008. 12. 72-79. <https://doi.org/10.1108/RJTA-12-02-2008-B009>.
- [27] **X. Wang, H. Niu, T. Lin.** *Needleless electrospinning of nanofibers with a conical wire coil*. Polym Eng Sci, 2009. 49: 1582-1586. [doi:10.1002/pen.21377](https://doi.org/10.1002/pen.21377)
- [28] **A. M. Drews, L. Cademartiri, G. M. Whitesides, K. J. M. Bishop.** *Electric winds driven by time oscillating corona discharges*. 14. Journal of Applied Physics, 2014. 114. DOI: [10.1063/1.4824748](https://doi.org/10.1063/1.4824748)
- [29] **B. A. Kozlov, V. I. Solovyov.** *Electric wind in electrode systems with corona points*. Technical Physics, 2007. 52. 892-897, DOI:[10.1134/S1063784207070109](https://doi.org/10.1134/S1063784207070109).
- [30] **D. H. Reneker, A. L. Yarin, H. Fong, S. Koombhongse.** *Bending instability of electrically charged liquid jets of polymer solutions in electrospinning*. Journal of Applied Physics, 2000. 9. ISSN: 00218979. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2005.03.011>
- [31] KOMES. TU v Liberci, 2018. Technická dokumentace AC zvláknovacího zařízení pro výrobu membrán.
- [32] **KOVAČIČIN, Jan.** Kombinace výroby vláknenných vrstev Technologií Melt Blown a střídavého elektrického zvláknování. Liberec, 2015. Diplomová práce. Technická univerzita v Liberci. Fakulta textilní. Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů. Vedoucí práce Ondřej Novák.
- [33] **B. Rohde, D. McGowan.** Close Encounters of the Polymer Kind. [Online] [www.teachengineering.org](http://www.teachengineering.org). [cit. 08-05-2020]. <http://www.teachengineering.org>
- [34] **A. Rudin, P. Choi.** *The Elements of Polymer Science and Engineering*. 3. Academic Press, 2012. ISBN: 9780123821799
- [35] **A. D. Jenkins, P. Kratochvíl, R. F. T. Stepto, U. W. Suter.** *Glossary of basic terms in polymer science (IUPAC Recommendations 1996)*. 12. Pure and Applied Chemistry, 1996. 68, 2287-2311. DOI:<https://doi.org/10.1351/pac199668122287>.
- [36] **I. Prokopová.** *Makromolekulární chemie*. VŠCHT, 2007. 2. ISBN 978-80-7080-662-3.
- [37] **A. Koski, K. Yim, S. Shivkumar.** *Effect of molecular weight on fibrous PVA produced by electrospinning*. 3-4. Materials Letters, 2004. 58, 493-497. [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(03\)00532-9](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(03)00532-9).
- [38] **C. J. Buchko, L. C. Chen, Y. Shen, D. C. Martin.** *Processing and microstructural characterization of porous biocompatible protein polymer thin films*. 26. Michigan: Polymer, 1999. 40, 7397-7407. [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(98\)00866-0](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(98)00866-0)
- [39] Introduction to Polymer Science [online]. SlideServe.com [cit. 09-05-2020]. Dostupné z: <https://www.slideserve.com/dillan/part-1-introduction-to-polymer-science>

- [40] **Z. Wei, et al.** *Highly toughened PA6 using residue of plasticized PVB film via two-step reactive melt blending*. Natural Research, 2019. 186.  
<https://doi.org/10.1016/j.polymer.2019.122052>
- [41] **L. McKeen.** *Permeability Properties of Plastics and Elastomers*. 4. Elsevier, 2016.  
ISBN: 9780323508599
- [42] Nanopharma - Technologie. [online]. Nanopharma.cz [cit. 20-05-2020].  
Dostupné z: <http://www.nanopharma.cz/cs/produkty-a-technologie/technologie>
- [43] **X. Song, Y. Song, et al.** *Insights into the pore-forming effect of polyvinyl butyral (PVB) as the polymer template to synthesize mesoporous alumina nanofibers via electrospinning*. 7. Ceramics International. 2020. 46, 9952-9956. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.12.107>
- [44] **L. J. Chen, et al.** *Synthesis and characterization of PVB/silica nanofibers by electrospinning proces*. 15. Polymer, 2009. 50, 3516 – 3521.  
<https://doi.org/10.1016/j.polymer.2009.05.063>
- [45] **A.S. Roy, S. Gupta, et al.** *Impedance spectroscopy of novel hybrid composite films of polyvinylbutyral (PVB)/functionalized mesoporous silica*. Composites, 2014. 58, 134-139.  
<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2013.10.050>
- [46] **G. Castori, E. Speranzini.** *Structural analysis of failure behavior of laminated glass*. Composites, 2017. 125, 89-99. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.05.062>
- [47] PVB: Technical datasheet. Kuraray EU [online]. [cit. 10-03-2019].  
Dostupné z:  
[https://www.kuraray.eu/fileadmin/Downloads/pvb/160812\\_TDS\\_Mowital\\_B\\_EN.pdf](https://www.kuraray.eu/fileadmin/Downloads/pvb/160812_TDS_Mowital_B_EN.pdf)

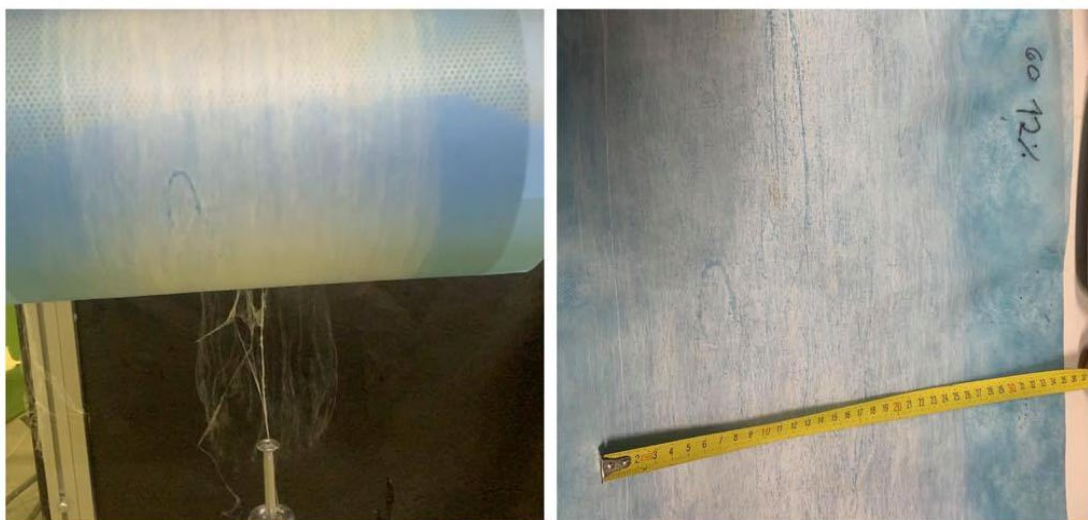


## Přílohy

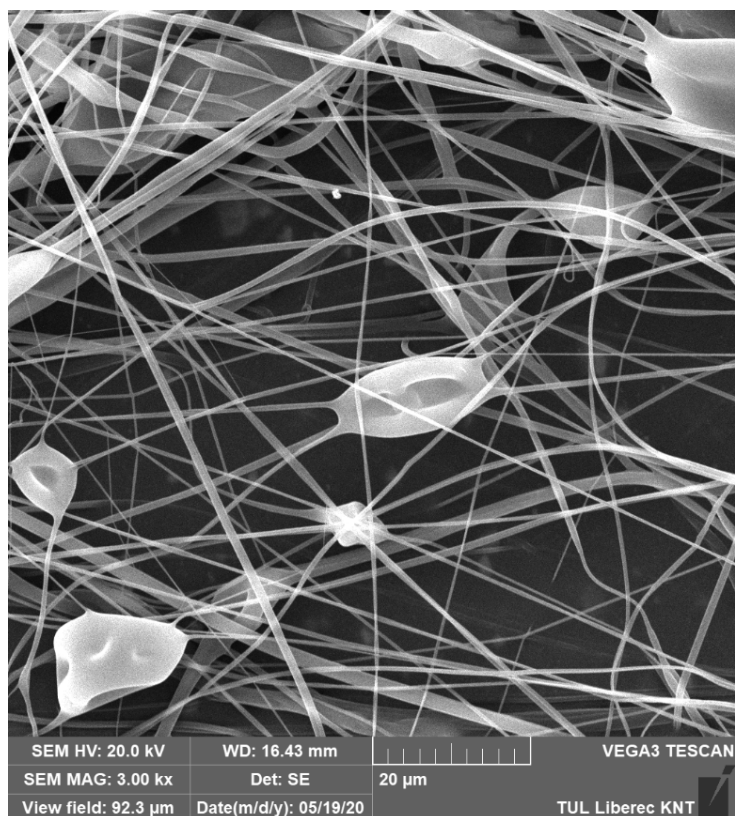
V příloze je uveden  $\text{PVB}_{60}$  12% (28 kV), jakožto nejhorší zvláknovaný roztok s molekulovou hmotností 60 000 g/mol. Dále jsou v příloze uvedeny tabulky četností průměrů vláken, z kterých byly připraveny histogramy.

### $\text{PVB}_{60}$ 12% (28 kV)

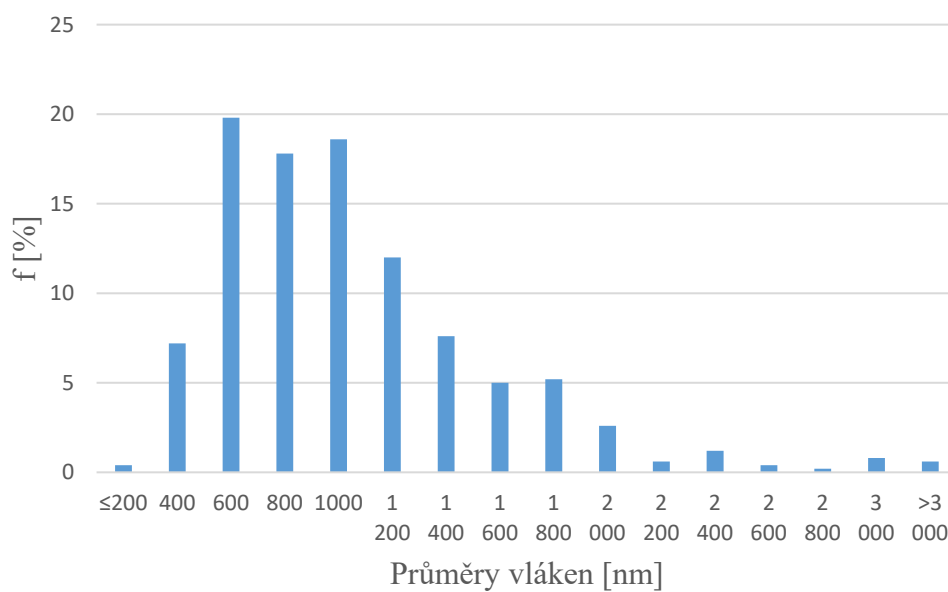
Zvláknováním  $\text{PVB}_{60}$  12% nevznikala ideální nanovláknenná vlečka, ale byla tendence utváření individuálních šlahounů. Technologicky bylo těžko docílit pravidelného zvláknování. Nanovláknenná vrstva obsahovala mnoho defektů (viz obrázek 24).



Obrázek 60: nanovláknenná vlečka a nanovláknenná vrstva



Obrázek 61: PVB<sub>60</sub> 12% (25 kV)



Obrázek 62: Histogram četností průměrů vláken PVB<sub>60</sub> 12% (28 kV)

Tabulka 13: PVB<sub>60</sub> 8% (37 kV)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	2	0,4
400	400	27	5,4
600	600	91	18,2
800	800	104	20,8
1000	1000	107	21,4
1 200	1 200	85	17
1 400	1 400	35	0,07
1 600	1 600	29	5,8
1 800	1 800	8	1,6
2 000	2 000	6	1,2
2 200	2 200	5	1
2 400	2 400	0	0
2 600	2 600	1	0,2
2 800	2 800	0	0
3 000	3 000	0	0
>3 000		0	0

Tabulka 13: PVB<sub>60</sub> 8% (28 kV)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	14	2,8
400	400	102	20,4
600	600	102	20,4
800	800	73	14,6
1000	1000	42	8,4
1 200	1 200	25	5
1 400	1 400	31	6,2
1 600	1 600	28	5,6
1 800	1 800	17	3,4
2 000	2 000	13	2,6
2 200	2 200	14	2,8
2 400	2 400	10	2
2 600	2 600	12	2,4
2 800	2 800	4	0,8
3 000	3 000	2	0,4
>3 000		11	2,2

Tabulka 14: PVB<sub>60</sub>10% (37 kV)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	5	1
400	400	41	8,2
600	600	128	25,6
800	800	115	23
1000	1000	71	14,2
1 200	1 200	67	13,4
1 400	1 400	34	6,8
1 600	1 600	13	2,6
1 800	1 800	10	2
2 000	2 000	13	2,6
2 200	2 200	1	0,2
2 400	2 400	1	0,2
2 600	2 600	1	0,2
2 800	2 800	0	0
3 000	3 000	0	0
>3 000		0	0

Tabulka 15: PVB<sub>60</sub> 10% (28 kV.)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	16	3,2
400	400	155	31
600	600	194	38,8
800	800	81	16,2
1000	1000	40	8
1 200	1 200	6	12
1 400	1 400	5	1
1 600	1 600	2	0,4
1 800	1 800	0	0
2 000	2 000	0	0
2 200	2 200	0	0
2 400	2 400	1	0,2
2 600	2 600	0	0
2 800	2 800	0	0
3 000	3 000	0	0
>3 000		0	0

Tabulka 16: PVB<sub>60</sub> 12% (28 kV)

<b>Rozpětí [nm]</b>	<b>Hranice [nm]</b>	<b>Četnost</b>	<b>Relativní četnost [%]</b>
≤200	200	2	0,4
400	400	36	7,2
600	600	99	19,8
800	800	89	17,8
1000	1000	93	18,6
1 200	1 200	60	12
1 400	1 400	38	7,6
1 600	1 600	25	5
1 800	1 800	26	5,2
2 000	2 000	13	2,6
2 200	2 200	3	0,6
2 400	2 400	6	1,2
2 600	2 600	2	0,4
2 800	2 800	1	0,2
3 000	3 000	4	0,8
>3 000		3	0,6

Tabulka 17: PVB<sub>75</sub> 3% (28 kV)

<b>Rozpětí [nm]</b>	<b>Hranice [nm]</b>	<b>Četnost</b>	<b>Relativní četnost [%]</b>
≤200	200	5	1
400	400	147	29,4
600	600	225	45
800	800	79	15,8
1000	1000	21	4,2
1 200	1 200	15	3
1 400	1 400	4	0,8
1 600	1 600	2	0,4
1 800	1 800	1	0,2
2 000	2 000	1	0,2
2 200	2 200	0	0
2 400	2 400	0	0
2 600	2 600	0	0
2 800	2 800	0	0
3 000	3 000	0	0
>3 000		0	0

Tabulka 18: PVB<sub>75</sub> 5% (28 kV)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	0	0
400	400	92	18,4
600	600	145	29
800	800	106	21,2
1000	1000	70	14
1 200	1 200	30	6
1 400	1 400	26	5,2
1 600	1 600	7	1,4
1 800	1 800	11	2,2
2 000	2 000	0	0
2 200	2 200	2	0,4
2 400	2 400	0	0
2 600	2 600	8	1,6
2 800	2 800	3	0,6
3 000	3 000	0	0
>3 000		0	0

Tabulka 19: PVB<sub>75</sub> 7% (28 kV)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	0	0
400	400	39	7,8
600	600	133	26,6
800	800	148	29,6
1000	1000	95	19
1 200	1 200	32	6,4
1 400	1 400	29	5,8
1 600	1 600	13	2,6
1 800	1 800	4	0,8
2 000	2 000	4	0,8
2 200	2 200	1	0,2
2 400	2 400	0	0
2 600	2 600	0	0
2 800	2 800	1	0,2
3 000	3 000	1	0,2
>3 000		0	0

Tabulka 20: PVB<sub>60</sub> 10% (30 kV)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	2	0,4
400	400	157	31,4
600	600	232	46,4
800	800	81	16,2
1000	1000	26	5,2
1 200	1 200	2	0,4
1 400	1 400	0	0
1 600	1 600	0	0
1 800	1 800	0	0
2 000	2 000	0	0
2 200	2 200	0	0
2 400	2 400	0	0
2 600	2 600	0	0
2 800	2 800	0	0
3 000	3 000	0	0
>3 000		0	0

Tabulka 21: PVB<sub>60</sub> 10% (37 kV)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	20	4
400	400	177	35,4
600	600	171	34,2
800	800	88	17,6
1000	1000	34	6,8
1 200	1 200	7	1,4
1 400	1 400	2	0,4
1 600	1 600	0	0
1 800	1 800	1	0,2
2 000	2 000	0	0
2 200	2 200	0	0
2 400	2 400	0	0
2 600	2 600	0	0
2 800	2 800	0	0
3 000	3 000	0	0
>3 000		0	0

Tabulka 22: PVB<sub>60</sub> 12% (30 kV)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	0	0
400	400	16	3,2
600	600	76	15,2
800	800	123	24,6
1000	1000	110	22
1 200	1 200	71	14,2
1 400	1 400	51	10,2
1 600	1 600	15	3
1 800	1 800	20	4
2 000	2 000	4	0,8
2 200	2 200	8	1,6
2 400	2 400	3	0,6
2 600	2 600	1	0,2
2 800	2 800	2	0,4
3 000	3 000	0	0
>3 000		0	0

Tabulka 23: PVB<sub>60</sub> 12% (37 kV)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	0	0
400	400	11	2,2
600	600	93	18,6
800	800	121	24,2
1000	1000	110	22
1 200	1 200	63	12,6
1 400	1 400	45	9
1 600	1 600	25	5
1 800	1 800	16	3,2
2 000	2 000	4	0,8
2 200	2 200	5	1
2 400	2 400	1	0,2
2 600	2 600	1	0,2
2 800	2 800	2	0,4
3 000	3 000	2	0,4
>3 000		1	0,2



Tabulka 24: PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 12% (1:1, 30 kV)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	9	1,8
400	400	75	15
600	600	168	33,6
800	800	103	20,6
1000	1000	65	13
1 200	1 200	47	9,4
1 400	1 400	17	3,4
1 600	1 600	7	1,4
1 800	1 800	5	1
2 000	2 000	1	0,2
2 200	2 200	0	0
2 400	2 400	1	0,2
2 600	2 600	0	0
2 800	2 800	0	0
3 000	3 000	2	0,4
>3 000		0	0

Tabulka 25: PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 12% (1:1, 37 kV)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	5	1
400	400	76	15,2
600	600	132	26,4
800	800	121	24,2
1000	1000	78	15,6
1 200	1 200	37	7,4
1 400	1 400	27	5,4
1 600	1 600	10	2
1 800	1 800	6	1,2
2 000	2 000	6	1,2
2 200	2 200	0	0
2 400	2 400	1	0,2
2 600	2 600	0	0
2 800	2 800	1	0,2
3 000	3 000	0	0
>3 000		0	0

Tabulka 26: PVB<sub>45</sub>: PVB<sub>60</sub> 14% (2:1, 30 kV)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	0	0
400	400	2	0,4
600	600	14	2,8
800	800	51	10,2
1000	1000	69	13,8
1 200	1 200	56	11,2
1 400	1 400	73	14,6
1 600	1 600	56	11,2
1 800	1 800	45	9
2 000	2 000	47	9,4
2 200	2 200	34	6,8
2 400	2 400	16	3,2
2 600	2 600	11	2,2
2 800	2 800	11	2,2
3 000	3 000	8	1,6
>3 000		7	1,4

Tabulka 27: PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 8% (1:1, 30 kV)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	3	0,6
400	400	68	13,6
600	600	184	36,8
800	800	115	23
1000	1000	61	12,2
1 200	1 200	34	6,8
1 400	1 400	17	3,4
1 600	1 600	9	1,8
1 800	1 800	2	0,4
2 000	2 000	5	1
2 200	2 200	1	0,2
2 400	2 400	1	0,2
2 600	2 600	0	0
2 800	2 800	0	0
3 000	3 000	0	0
>3 000		0	0

Tabulka 28: PVB<sub>60</sub>:PVB<sub>75</sub> 8% (1:1, 25 kV)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	3	0,6
400	400	41	8,2
600	600	127	25,4
800	800	135	27
1000	1000	87	17,4
1 200	1 200	44	8,8
1 400	1 400	17	3,4
1 600	1 600	13	2,6
1 800	1 800	16	3,2
2 000	2 000	10	2
2 200	2 200	3	0,6
2 400	2 400	2	0,4
2 600	2 600	0	0
2 800	2 800	0	0
3 000	3 000	0	0
>3 000		2	0,4

Tabulka 29: PVB<sub>60</sub>:PVB<sub>75</sub> 6% (1:2, 30 kV)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	9	1,8
400	400	174	34,8
600	600	191	38,2
800	800	93	18,6
1000	1000	19	3,8
1 200	1 200	5	1
1 400	1 400	3	0,6
1 600	1 600	5	1
1 800	1 800	1	0,2
2 000	2 000	0	0
2 200	2 200	0	0
2 400	2 400	0	0
2 600	2 600	0	0
2 800	2 800	0	0
3 000	3 000	0	0
>3 000		0	0

Tabulka 30: PVB<sub>60</sub>: PVB<sub>75</sub> 6% (1:2, 25 kV)

Rozpětí [nm]	Hranice [nm]	Četnost	Relativní četnost [%]
≤200	200	20	4
400	400	228	45,6
600	600	166	33,2
800	800	57	11,4
1000	1000	18	3,6
1 200	1 200	7	1,4
1 400	1 400	2	0,4
1 600	1 600	1	0,2
1 800	1 800	0	0
2 000	2 000	0	0
2 200	2 200	0	0,2
2 400	2 400	1	0
2 600	2 600	0	0
2 800	2 800	0	0
3 000	3 000	0	0
>3 000		0	0