



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta mechatroniky, informatiky
a mezioborových studií ■

Studium interakce procesu elektrického zvlákňování s elektromagnetickým polem a možnosti jeho využití

Diplomová práce

Studijní program: N3942 – Nanotechnologie
Studijní obor: 3942T002 – Nanomateriály
Autor práce: **Bc. Eva Bernardová**
Vedoucí práce: doc. Ing. Pavel Pokorný, Ph.D.





TECHNICAL UNIVERSITY OF LIBEREC
Faculty of Mechatronics, Informatics
and Interdisciplinary Studies ■

Study of interaction of electrospinning with electromagnetic field and possibilities of its use

Master thesis

Study programme: N3942 – Nanotechnology

Study branch: 3942T002 – Nanomaterials

Author: **Bc. Eva Bernardová**

Supervisor: doc. Ing. Pavel Pokorný, Ph.D.



ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Eva Bernardová**
Osobní číslo: **M14000211**
Studijní program: **N3942 Nanotechnologie**
Studijní obor: **Nanomateriály**
Název tématu: **Studium interakce procesu elektrického zvlákňování s
elektromagnetickým polem a možnosti jeho využití**
Zadávací katedra: **Katedra netkaných textilií a nanovlákných materiálů**

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

1. Seznamte se se způsoby vytváření nanovláken pomocí elektrického zvlákňování a ovlivňování jejich struktury a trajektorie pohybu v prostoru.
2. Seznamte se se způsoby zobrazování rozložení elektromagnetického pole.
3. Seznamte se s funkcí magnetronu jako generátoru mikrovlnného elektromagnetického pole.
4. Navrhněte a proveďte experiment s elektrickým zvlákňováním v mikrovlnném elektromagnetickém poli.
5. Experiment vyhodnoťte, výsledky diskutujte a navrhněte způsoby dalšího řešení problematiky.

Rozsah grafických prací: dle potřeby dokumentace
Rozsah pracovní zprávy: 40-60 dle potřeby
Forma zpracování diplomové práce: tištěná/elektronická
Seznam odborné literatury:

- [1] SIROTINSKY, L.I.: Technika vysokého napětí. 1. vyd. Praha: SNTL, 1956. 449 s.
[2] MUSIL, J., F. ŽÁČEK: Mikrovlnné měření komplexní permitivity ve volném prostoru. 1. vyd. Praha: Academia, 1980. 232 s.
[3] Biolek, Michal: Vývoj a konstrukce modelového zařízení mikrovlnné jednotky: diplomová práce. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Fakulta technologická, 2006. 80. s. Vedoucí diplomové práce Zdeněk Dvořák.
[4] Hyun Ju Oh, Song Hee Han, Seong Su Kim: A Novel Method for a High-Strength Electrospun Meta-Aramid Nanofiber by Microwave Treatment. Journal of Polymer Science, April 2014, vol. 52, no. 12, p. 807-814.
[5] Lukáš, D., A. Sarkar, L. Martinová, K. Vodseďálková, D. Lubasová, J. Chaloupek, P. Pokorný, P. Mikeš, J. Chvojka, M. Komárek: Physical principles of electrospinning, Textile progres, 2009, Vol. 41, No. 2, 59 140, ISBN-13:978-0-415-55823-5.

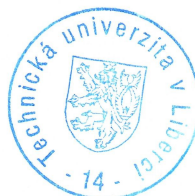
Vedoucí diplomové práce: doc. Ing. Pavel Pokorný, Ph.D.
Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů

Datum zadání diplomové práce: 26. března 2016

Termín odevzdání diplomové práce: 15. května 2017

prof. Ing. Zdeněk Plíva, Ph.D.
děkan

L.S.



prof. RNDr. David Lukáš, CSc.
vedoucí katedry

V Liberci dne 26. března 2016

Prohlášení

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

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

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

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

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

Datum:

Podpis:

Poděkování

Na tomto místě bych ráda poděkovala všem, kteří mi při vytváření diplomové práce pomáhali.

Nejprve a nejvíce chci poděkovat vedoucímu diplomové práce doc Ing. Pavlu Pokornému, Ph.D., za veškerou pomoc, čas a trpělivost.

Děkuji také všem, kteří mi pomohli s analýzami či vytvořením 3D modelů. Panu Ing. Vladimíru Kovačičovi a Ing. Pavlu Kejzlarovi za vytvoření snímků na elektronovém mikroskopu. Panu Ing. Luboši Běhálkovi za krystalografickou analýzu nanovláken. Za 3D modely bych chtěla poděkovat panu Ing. Jiřímu Šafkovi Ph.D. a panu Ing. Michalu Ševčíkovi.

Za konzultaci bych chtěla poděkovat paní RNDr. Janě Horákové, Ph.D. a Ing. Stanislavovi Nevyhoštěnému.

Velké díky patří mé tetě Mgr. Evě Zajíčkové, která mi poskytla mikrovlnnou troubu, bez které by tato práce nemohla vzniknout.

V neposlední řadě děkuji také rodičům a svému příteli, kteří mě po celou dobu psaní diplomové práce velmi podporovali.

Abstrakt

Zatímco proces elektrického zvlákňování (EZ) je všeobecně dobře znám, fyzikální jevy, které tento proces doprovázejí, a další možné postupy nejsou ještě zcela prozkoumány.

Jednou z těchto oblastí je interakce zvlákňování s vnějšími poli (elektrickým, magnetickým, elektromagnetickým). Experimenty s elektrickým a magnetickým polem se již v odborné literatuře objevily. Jediné, co zatím nebylo odzkoušeno, je pokus, při kterém by na elektrické zvlákňování působilo elektromagnetické pole. Něčím podobným se zabývali pouze v jediném článku [1], , avšak v něm autoři používali mikrovlnné pole na již hotová polymerní nanovlákná.

Tato práce se zabývá sestavením jednoduchého experimentálního zařízení, pomocí kterého by se daly vlivy elektromagnetického pole na EZ pozorovat.

Nejjednodušeji získatelným zdrojem mikrovlnného pole byl magnetron, který se používá v mikrovlnných troubách (MT). Proto se do prostoru MT vestavěla aparatura pro EZ a tímto postupem bylo zvlákněno několik druhů polymerů.

Výsledné vzorky byly charakterizovány pomocí skenovací elektronové mikroskopie (SEM), krystalografické analýzy a proces zvlákňování byl natáčen HD kamerou.

Vytvořená vlákna se s měnícím použitým výkonem měnila, avšak velmi málo. Struktura byla vždy podobná, měnila se však jejich tloušťka. Difrakční kompenzační kalorimetrie (DSC) také neukázala rozdíly mezi vlákny vytvořenými bez pole a s polem. Při pozorování procesu kamerou bylo vidět, jak nabitá vlákna směřují k nabíječícímu se kolektoru.

Klíčová slova: elektrospinning, elektrické zvlákňování, elektromagnetické pole, mikrovlny, nanovlákná, polymer

Abstract

Electrospinning is generally well-known, but physical phenomena which can be observed during this process as well as other possible approaches to electrospinning haven't been fully described.

It includes interaction of electrospinning with external fields (electric, magnetic and electromagnetic). Some previous experiments with electric and magnetic field can be found in the literature, but experiment with electromagnetic field hasn't been studied at all. There can be found only one study, which deals with similar topic. The researchers used microwave irradiation on already prepared nanofibers.

For the purpose of this study was built a simple experimental device, which allowed us observation of impact of the electromagnetic field on the electrospinning.

The easiest way to obtain source of microwave irradiation was a magnetron commonly used in the microwave ovens (MO). Hence there was electrospinning device built into the MO and nanofibers of several polymers were produced.

Samples were characterized with scanning electron microscope, crystallinity with differential scanning calorimetry (DSC). The process was also captured by HD camera.

Fibers has slightly changed accordingly to. The structure was always similar, but theirs diameter has changed. DSC also didn't show any difference in the crystallinity of fibers with or without treatment. Observation with HD camera showed that charged fibers were directed to the charging collector.

Key words: electrospinning, electromagnetic field, microwaves, nanofibres, polymer

Obsah

Úvod.....	14
1 Teoretická část.....	15
1.1 Elektrické zvlákňování a fyzikální pole.....	15
1.1.1 Magnetické pole.....	15
1.1.2 Elektrické pole.....	17
1.1.3 Elektromagnetické pole.....	19
1.2 Mikrovlnné pole.....	23
1.2.1 Mikrovlnný ohřev.....	23
2 Experimentální část.....	26
2.1 Úprava MT.....	26
2.2 Mapování elektromagnetického pole uvnitř MT.....	27
2.3 Úprava výkonu magnetronu a jeho měření.....	29
2.4 Vestavba spinneru a kolektoru do ohřívacího prostoru MT.....	32
2.5 Vytvoření polymerních vzorků s a bez mikrovlnného pole.....	35
2.6 Vyhodnocení vzorků.....	37
2.6.1 SEM.....	37
2.6.2 Změna oblasti uložených vláken.....	40
2.6.3 Krystalografická struktura.....	40
2.6.4 Záznam zvlákňování z kamery.....	41
Diskuze výsledků.....	42
Závěr.....	44
Použitá literatura.....	45
Přílohy.....	47
A.Úprava MT.....	47
B.Ukázky mikrovlnného pole na termocitlivém papíru.....	49
C.3D modely pole MT.....	51
D.Tabulka hodnot pro závislost výkonu na počtu kondenzátorů.....	53
E.Ukázka z tabulky vzorků polymerů.....	54
F.Fotografie vláken na kolektoru – rozdíl mezi pokusy bez zakrytých děr od větráku a se zakrytými.....	55
G.Snímky ze SEM.....	56

Seznam ilustrací

Obrázek 1: Uspořádání pokusu s Helmholtzovými cívkami. [2].....	18
Obrázek 2: Snímky ze SEM - A-D bez magnetického pole, E-H s magnetickým polem (0.2 T), při různých koncentracích, vzdálenost magnetů 1 cm [3].....	18
Obrázek 3: Sestavení experimentu pro výrobu vyrovnaných vláken [3].....	19
Obrázek 4: Uspořádání experimentu s externím elektrickým polem [4].....	20
Obrázek 5: Sestavení experimentu se dvěma pomocnými elektrodami [5].....	21
Obrázek 6: Úprava meta-aramidových vláken pomocí mikrovlnného ohřevu, Za a) vlhký způsob, b) mokřý způsob [1].....	23
Obrázek 7: Snímky ze SEM meta-aramidových vláken za vlhkého způsobu. a) neupraveno, b) 6 min., c) 12 min., d) 18 min [1].....	24
Obrázek 8: Pevnost v tahu u napjatých vzorků. UT [1].....	25
Obrázek 9: Zjednodušený princip magnetronu [8].....	27
Obrázek 10: Rozebraná mikrovlnná trouba.....	30
Obrázek 11: Vnitřek MT po úpravě.....	30
Obrázek 12: Zčernání termocitlivého papíru.....	30
Obrázek 13: Kladení polystyrenových desek ve vertikálním směru. Směr papíru je kolmý na průnik vln.....	31
Obrázek 14: Kladení polystyrenových desek v horizontálním směru.....	31
Obrázek 15: Kladení polystyrenových desek ve vertikálním směru. Směr papíru je paralelní s průnikem vln. Pohled shora, M značí polohu magnetronu.....	31
Obrázek 16: 3D model pole uvnitř MT. Kladení polystyrenových desek ve vertikálním směru. Směr papíru je kolmý na průnik vln. Červená šipka značí směr elektromagnetické vlny, resp. polohu magnetronu.....	32
Obrázek 17: 3D model pole uvnitř MT. Kladení polystyrenových desek ve vertikálním směru. Směr papíru je paralelní s průnikem vln. Červená šipka značí směr elektromagnetické vlny, resp. polohu magnetronu.....	32
Obrázek 18: Zjednodušené schéma zapojení magnetronu s více kondenzátory.....	34
Obrázek 19: MT na stojanu s krabíci kondenzátorů.....	34
Obrázek 20: Krabice se sériově zapojenými kondenzátory.....	34
Obrázek 21: Kolektor upevněný ke stropu MT.....	37
Obrázek 22: Ukázka zachytávání vláken na stěny MT:.....	38
Obrázek 23: Ukázka vzorku s vystříknutým polymerem. Vzorek PVB-9c, výkon 59,9 W. 40	

Obrázek 24: Snímek ze SEM, vzorek PVP10-0c, bez pole, měřítko 100 μm . Vrstva je chaoticky uspořádaná.....	41
Obrázek 25: Snímek ze SEM, vzorek PVP10-5b, výkon 123,3 W, měřítko 100 μm . Vlákna jsou zvlněná, ale relativně uspořádaná v jednom směru.....	41
Obrázek 26: Snímek ze SEM, vzorek PVP45-0b, bez pole, měřítko 10 μm	42
Obrázek 27: Snímek ze SEM, vzorek PVP45-17a, 39,8 W, měřítko 10 μm	42
Obrázek 28: Snímek ze SEM, vzorek PVA-0d, bez pole, měřítko 10 μm	43
Obrázek 29: Snímek ze SEM, vzorek PVA-9b, výkon 59,9 W, měřítko 10 μm	43
Obrázek 30: Foto MT s upevněnou kamerou.....	44
Obrázek 31: Vnitřek MT s vyvrtanou dírou pro kameru.....	44
Obrázek 32: Ukázka zvlákňování bez zapnutého mikrovlnného pole. Vlákna směřují přímo.....	45
Obrázek 33: Ukázka zvlákňování se zapnutým mikrovlnným polem. Vlákna směřují nahoru k nabitému kolektoru.....	45
Obrázek 34: Napojení větráku a přívodu proudu na jeden vypínač.....	51
Obrázek 35: Vytažení kondenzátoru pomocí vysokonapěťových kabelů z MT.....	51
Obrázek 36: Ukázka z měření teploty vody v Petriho misce.....	51
Obrázek 37: Upevnění kolektoru ke stropu MT.....	51
Obrázek 38: Rozdíl ve výšce spinneru oproti obr. 39– nízká poloha – zachytávání vláken na stěnách MT.....	52
Obrázek 39: Rozdíl ve výšce spinneru oproti obr. 38– vyšší poloha – vlákna se zachytávají pouze na kolektoru.....	52
Obrázek 40: Zakrytí průduchů k ventilátoru.....	52
Obrázek 41: Jednotlivé vrstvy z mapování pole. Desky byly vzdálené 2 cm. Sled obrázků jde zleva doprava, shora dolů. První obrázek je nejbližší zadní stěně MT. Kladení polystyrenových desek ve vertikálním směru. Směr papíru je paralelní s průnikem vln. Pohled shora, M značí polohu magnetronu. Rozměry jednotlivých papírů byly 28,5 \times 21 cm.....	53
Obrázek 42: Jednotlivé vrstvy z mapování pole. Desky byly vzdálené 2 cm. Sled obrázků jde zleva doprava, shora dolů. První obrázek je nejbližší levé boční stěně MT. Kladení polystyrenových desek ve vertikálním směru. Směr papíru je kolmý na průnik vln. Rozměry jednotlivých papírů byly 28,5 \times 21 cm.....	54
Obrázek 43: 3D modely - kladení polystyrenových desek ve vertikálním směru. Směr papíru je paralelní s průnikem vln. M značí polohu magnetronu. Červená šipka značí směr	

mikrovln, resp. polohu magnetronu. U posledního obrázku je průnik mikrovln směrem do nákresny.....	55
Obrázek 44: 3D modely - kladení polystyrenových desek ve vertikálním směru. Směr papíru je kolmý na průnik vln. Červená šipka značí směr mikrovln, resp. polohu magnetronu.....	56
Obrázek 45: Vzorek PVB-0d – bez pole, střed uložených vláken je, až na drobné odchylky, ve středu černého podkladového papíru.....	59
Obrázek 46: Vzorek PVB-17a – s polem, výkon 39,8 W, bez zakrytých děr, resp. s větrem od ventilátoru. Vláknata jsou po celé ploše podkladového papíru.....	59
Obrázek 47: Vzorek PVP10-0d – bez pole, vlákna jsou uložena na jednom místě.....	59
Obrázek 48: Vzorek PVP10-5b – výkon 123,3 W vzorek s polem, se zakrytými děrami. Vláknata jsou uložena na jednom místě ne po celém papíru.....	59
Obrázek 49: Vzorek PVP10-0c, bez pole, měřítko 1 μ	60
Obrázek 50: Vzorek PVP10-5b, výkon 123,3 W, měřítko 1 μ	60
Obrázek 51: Vzorek PVP10-9b, výkon 59,9 W, měřítko 1 μ	60
Obrázek 52: Vzorek PVP10-17a, výkon 39,8 W, měřítko 1 μ	60
Obrázek 53: Vzorek PVP10-9b, výkon 59,9 W, měřítko 100 μ	60
Obrázek 54: Vzorek PVP10-17a, výkon 39,8 W, měřítko 100 μ	60
Obrázek 55: Vzorek PVA-0d, bez pole, měřítko 1 μ m.....	61
Obrázek 56: Vzorek PVA-9b, výkon 59,9 W, měřítko 1 μ m.....	61
Obrázek 57: Vzorek PVA-17a, výkon 39,8 W, měřítko 1 μ m.....	61
Obrázek 58: Vzorek PVB-0c, bez pole, měřítko 1 μ m.....	62
Obrázek 59: Vzorek PVB-0c, bez pole, měřítko 10 μ m.....	62
Obrázek 60: Vzorek PVB-9f, výkon 59,9 W, měřítko 1 μ m.....	62
Obrázek 61: Vzorek PVB-9f, výkon 59,9 W, měřítko 10 μ m.....	62
Obrázek 62: Vzorek PVB-17c, výkon 39,8 W, měřítko 1 μ m.....	62
Obrázek 63: Vzorek PVB-17c, výkon 39,8 W, měřítko 10 μ m.....	62

Seznam grafů

Graf 1: Závislost výkonu magnetronu na počtu kondenzátorů.....	25
--	----

Seznam tabulek

Tabulka 1: Závislost výkonů na počtu kondenzátorů.....	29
--	----

Tabulka 2: Tloušťka vláken v závislosti na výkonu.....	36
Tabulka 3: Hodnoty měrného skupenského tepla tání (enthalpy of fusion).....	38
Tabulka 4: Tabulka hodnot pro závislost výkonu na počtu kondenzátorů.....	47

Seznam symbolů a zkratek

EZ	Elektrické zvlákňování
SEM	Skenovací elektronový mikroskop
XRD	Rentgenová difrakce
DSC	Diferenční kompenzační kalorimetrie
MT	Mikrovlnná trouba
PVA	Polyvinylalkohol
PVB	Polyvinylbutyral
PVP	Polyvinylpyrrolidon
PA	Polyamid
PS	Polystyren
Obr.	Obrázek

B	[T]	Magnetická indukce
l	[m]	Vzdálenost
U	[V]	Napětí
T	[°C]	Teplota
P	[W]	Výkon
m	[kg]	Hmotnost
f	[Hz], [s ⁻¹]	Frekvence
t	[min],[s]	Čas
λ	[m]	Vlnová délka
c	[m·s ⁻¹]	Rychlost světla
F	[N]	Lorentzova síla
E	[V·m ⁻¹]	Intenzita elektrického pole
v	[m·s ⁻¹]	Rychlost
C	[F]	Elektrická kapacita
Q	[J]	Teplo
c_p	[J·kg ⁻¹ ·K ⁻¹]	Měrná tepelná kapacita
M_w	[g·mol ⁻¹]	Molární hmotnost
H_m	[J·g ⁻¹]	Měrné skupenské teplo tání
d	[m]	Délka vlny
ϵ	[F·m ⁻¹]	Permitivita materiálu
μ	[H·m ⁻¹],	Permeabilita materiálu

ε_r		Relativní permitivita
ε_0	[F·m ⁻¹]	Permitivita vakua
μ_r		Relativní permeabilita
μ_0	[H·m ⁻¹],	Permeabilita vakua

Úvod

Elektrické zvlákňování (EZ) je již v povědomí společnosti poměrně dobře známo. Je to proces, při kterém z polymerního roztoku či taveniny vznikají nanovlákná. Avšak stále se neví, jak některé jeho procesy fungují (např. vznik rentgenového záření při zvlákňování). Možnost ovlivňovat tento postup výroby tenkých vláken je důležitý, neboť každé odvětví, kde se nanovlákná využívají, požaduje po nanovlákných jiné parametry.

Tyto parametry se mohou ovlivňovat několika způsoby. Mohou se měnit materiálové podmínky (typ polymeru, rozpouštědla, aditiva atd.) nebo procesní podmínky (napětí, průtok, vzdálenost kolektoru a spinneru). Další jsou měnitelné vnější podmínky (vlhkost, proudění vzduchu, zapojení vnějšího fyzikálního pole).

Při použití vnějšího pole je prioritou ovlivnit ukládání vláken na kolektor a snahou je získat uniformní vrstvu, kde by vlákna šla jedním směrem. To se však v případě elektrického i magnetického pole (bez použití aditiv ve formě magnetických nanočástic) daří minimálně.

V literatuře nebylo dosud zdokumentováno, jak působí elektromagnetické pole na EZ (přičemž EZ je doprovázeno elektromagnetickými jevy). Jediným zdrojem, ze kterého se dalo vycházet, byl článek [1], ve kterém byly mikrovlny použity na již vytvořená nanovlákná. Po použití vnějšího pole se ve vláknech změnil podíl krystalické struktury, resp. změnil se jejich mechanické vlastnosti. Žádný článek však nepopisuje, co se děje, pokud bude elektromagnetické pole působit zároveň s procesem EZ.

Cílem práce bylo sestavení jednoduchého experimentu, kterým by se daly změny pozorovat a tyto změny následně porovnat s klasickým EZ.

Předpokladem bylo, že by se změny mohly týkat mikroskopické struktury vláken (vznik uniformních vláken, porézních), jejich trajektorie a způsobu ukládání vláken na kolektor či změna krystalinity.

1 Teoretická část

1.1 Elektrické zvlákňování a fyzikální pole

Při elektrickém zvlákňování můžeme pozorovat různé doprovodné jevy, jako jsou korónové výboje nebo rentgenové záření, resp. elektromagnetické záření, či elektrický vítr. Je tudíž možné, že vnější fyzikální pole by mohlo mít vliv na proces zvlákňování.

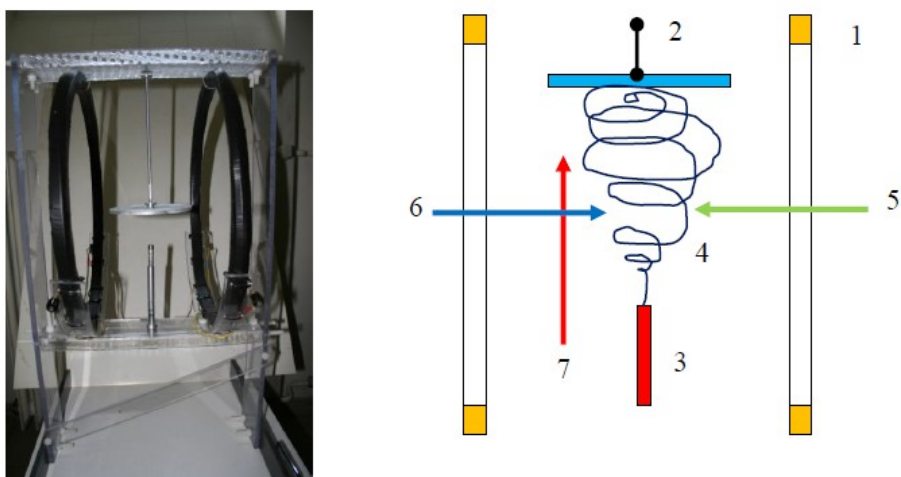
Ovlivněn může být proces zvlákňování, tzn. ukládání vláken na kolektor, napětí při kterém se začne zvlákňovat, množství spotřebovaného roztoku apod. Přímo u vláken by mohla být ovlivněna mikroskopická struktura, průměr vláken, podíl krystalické fáze a jiné vlastnosti.

Výsledky však bývají velmi různé. Nyní budou shrnuty výsledky prací, které se zabývaly vlivem magnetického pole, elektrického pole a elektromagnetického pole na strukturu vláken a elektrické zvlákňování.

1.1.1 Magnetické pole

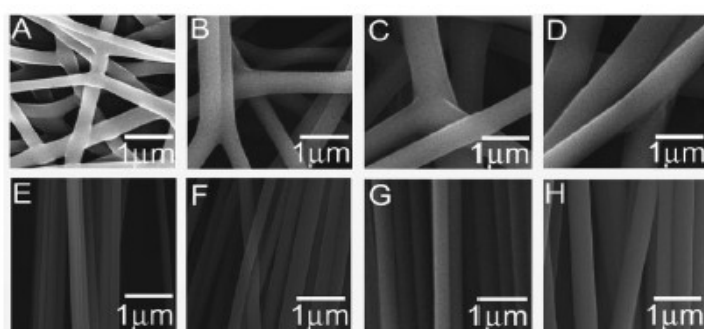
U magnetického pole se výsledky velmi liší, záleží zřejmě na postavení experimentu. Zmíněny budou pouze články, které se zabývaly působením magnetického pole na polymer bez magnetických nanočástic, které by vyvolávaly dostatečnou magnetickou susceptibilitu.

V práci [2], kde byly pro vytvoření vnějšího homogenního magnetického pole využity Helmholtzovy cívky, se uvádí, že magnetické pole nemělo vliv na bičující nestabilitu, na tloušťku vláken či na ukládání vláken na kolektor. U tohoto pokusu byla aparatura pro elektrické zvlákňování vložena mezi Helmholtzovy cívky, viz obr. 1. Tento experiment byl proveden, aby se zjistilo, zda vodorovná složka magnetického pole Země, která bývá kolmá k ose zvlákňování (za předpokladu, že osa spinneru je kolmá k zemi), má vliv na elektrické náboje na vláknech. Hodnota horizontální složky magnetického pole Země v našich zeměpisných šířkách je $\sim 19 \mu\text{T}$ (podle National Centers for Environmental Information). Magnetická indukce Helmholtzových cívek byla okolo $560 \mu\text{T}$.

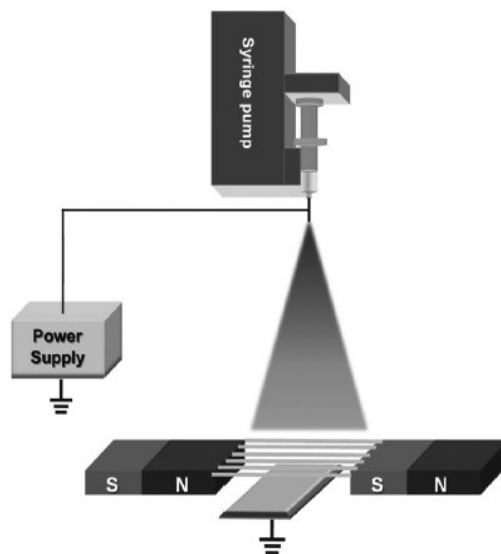


Obrázek 1: Uspořádání pokusu s Helmholtzovými cívkami. 1-Helmholtzovy cívky, 2-kolektor, 3-zvláknovací elektroda, 4-kapalinová tryska, 5-směr vektoru magnetické indukce Helmholtzových cívek, 6-směr vektoru magnetické indukce zemského magnetického pole, 7-směr vektoru elektrické intenzity [2].

V práci [3] využívali magnetické pole k větší rovnoměrnosti a zarovnanosti vláken, bez křížení jednotlivých vláken, viz obr. 2. U vláken záleželo na koncentraci polymeru v roztoku. Při větší koncentraci docházelo ke zvětšení průměru vláken. Postavení experimentu však bylo úplně jiné než v případě práce [2]. Magnetické pole působilo jen v oblasti kolektoru, viz obr. 3.



Obrázek 2: Snímky ze SEM - A-D bez magnetického pole, E-H s magnetickým polem (0.2 T), při různých koncentracích, vzdálenost magnetů 1 cm [3].



Obrázek 3: Sestavení experimentu pro výrobu vyrovnaných vláken [3].

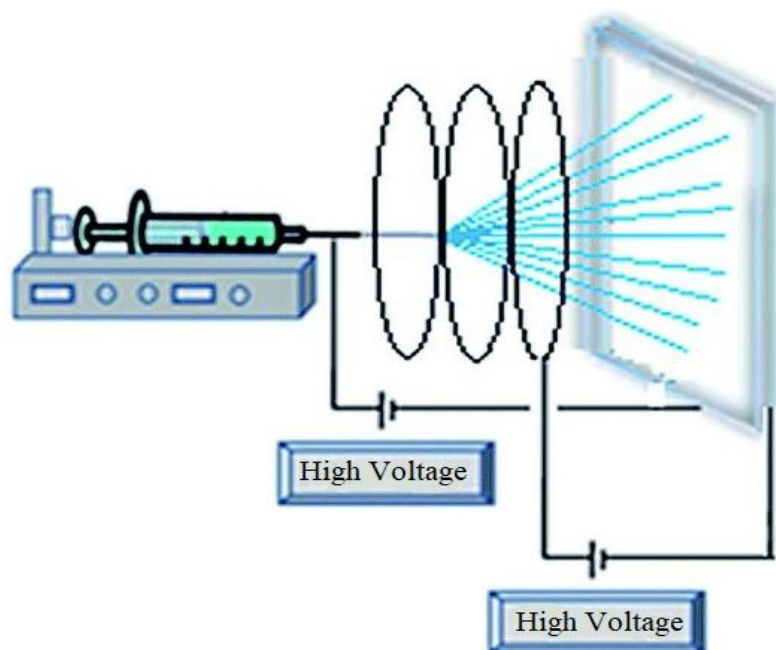
Nanovláknna byla nanášena na izolovaný kolektor. Vzdálenost magnetů byla 0,5 – 4 cm a magnetické pole bylo 0,2 T. Tryska se mezi magnety pohybovala a nanášela mezi ně polymerní vlákna.

Na tomto příkladě je tedy vidět, že magnetické pole může mít na strukturu vláken vliv, který v tomto případě měnil morfologii a následně ovlivňoval směr růstu mezenchymálních buněk.

1.1.2 Elektrické pole

V článku [4] pomocí externího elektrického pole zvlákňovali 18% polyamid rozpuštěný v kyselině mravenčí, který poté chtěli použít jako nosič pro extrakci tuhou fází („solid phase extraction“). Tento nosič měl být dále využit pro detekci pesticidů v pitné vodě.

Experiment byl sestaven dle obr. 4. Měděná trubka ve svinutém tvaru byla použita pro indukci elektrického pole. Průměr byl cca 20 cm. Vzdálenost mezi jehlou a hliníkovým kolektorem byla 15 cm. Na pomocné elektrody bylo připojeno záporné napětí okolo 5 kV.

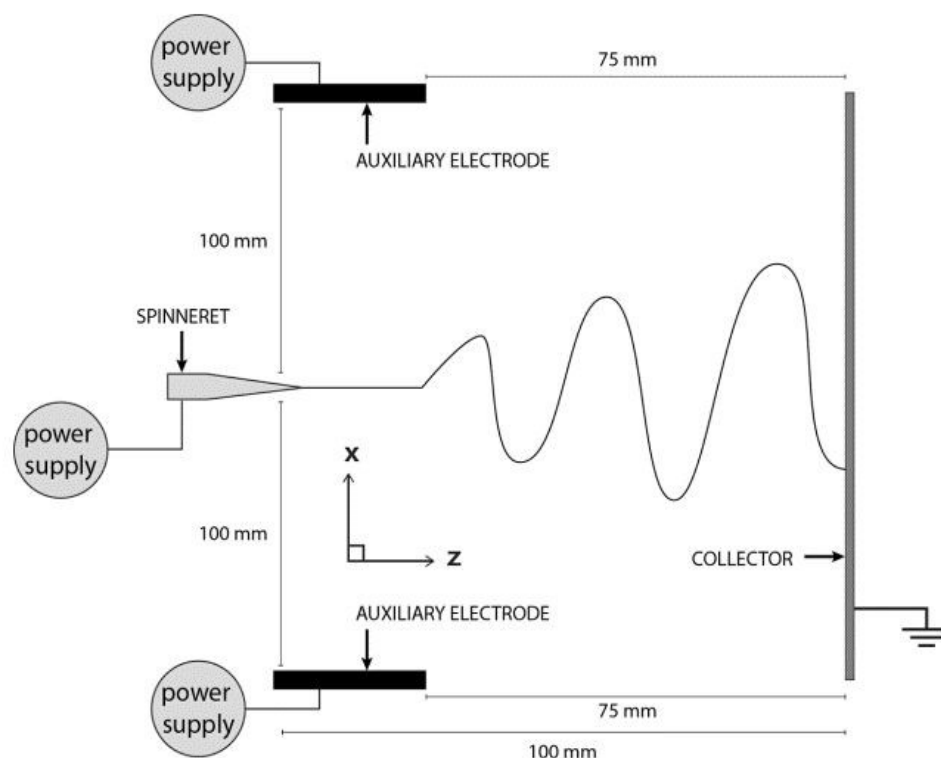


Obrázek 4: Uspořádání experimentu s externím elektrickým polem [4].

Výsledkem byla vlákna, která byla více narovnaná a měla menší průměr oproti konvenčnímu zvlákňování bez úpravy. Jelikož měl být tento materiál použit jako sorbent, byly dělány testy na účinnost extrakce. V tomto případě byl upravený vzorek také lepší.

Bohužel se však v této práci vzorkem modifikovaným elektrickým polem dále nezabývali, z důvodu použití dalšího vzorku upraveného magnetickou iontovou tekutinou („magnetic ionic liquid“) a vnějším magnetickým polem. Tato nanovlákna měla ještě lepší parametry než vlákna upravena elektrickým polem, a proto byla použita pro další optimalizaci.

Dalším experiment je popsán v práci [5], kde dvě pomocné elektrody byly umístěny vedle zvlákňovací jehly, obr. 5. V této práci se zabývali směrem a velikostí plochy uložených vláken.



Obrázek 5: Sestavení experimentu se dvěma pomocnými elektrodami [5].

Napětí mezi jehlou a kolektorem bylo 10 kV, vzdálenost 10 cm. Každá z podpůrných elektrod měla svůj zdroj napětí, aby se napětí mohlo nezávisle měnit.

Byly proměřeny dva případy zapojení. V prvním případě byla vždy jedna elektroda s nulovým napětím. V druhém případě byly nabitě obě a napětí se měnilo v rozsahu 2 – 10 kV.

Výsledkem byl např. posuv oblasti ukládaných vláken, a to směrem od kladněji nabitě elektrody. Zároveň s rostoucím napětím lineárně klesala velikost plochy na kolektoru. Zavedení pomocných elektrod však nemá vliv na výskyt nestability kapalinové trysky, která ovlivňuje tloušťku vzniklých vláken. Vzniklá vlákna měla v průměru ~ 340 nm, což, jak v této práci uvádí podle předchozích výsledků, je obvyklý průměr PVA nanovláken.

1.1.3 Elektromagnetické pole

Nevyskytuje se žádná literatura, která by popisovala vliv elektromagnetického pole na elektrické zvlákňování. Tedy, že by bylo sestrojeno experimentální zařízení, ve kterém by se tato interakce dala sledovat. Po vyhledání klíčových slov týkajících se zvlákňování a elektromagnetického pole může člověk nejčastěji najít práce o pohlcování

elektromagnetických vln nanovlákn [6], působení elektromagnetického pole na např. uhlíkatá vlákna a jejich výrobu pomocí mikrovln („microwave-assisted synthesis“) [7] či práce týkající se velmi vzdálených témat, která se zabývají CVD (chemical vapour deposition) a buzením tohoto procesu elektromagnetickým polem.

V článku [1] používají elektromagnetické pole ke změně mechanických vlastností nanovláken – snažili se měnit krystalinitu již hotových vláken.

Jelikož při zvláknování kvůli rychlému tuhnutí polymerních řetězců je potlačen proces krystalizace, výsledkem je formování amorfni fáze ve vláknech.

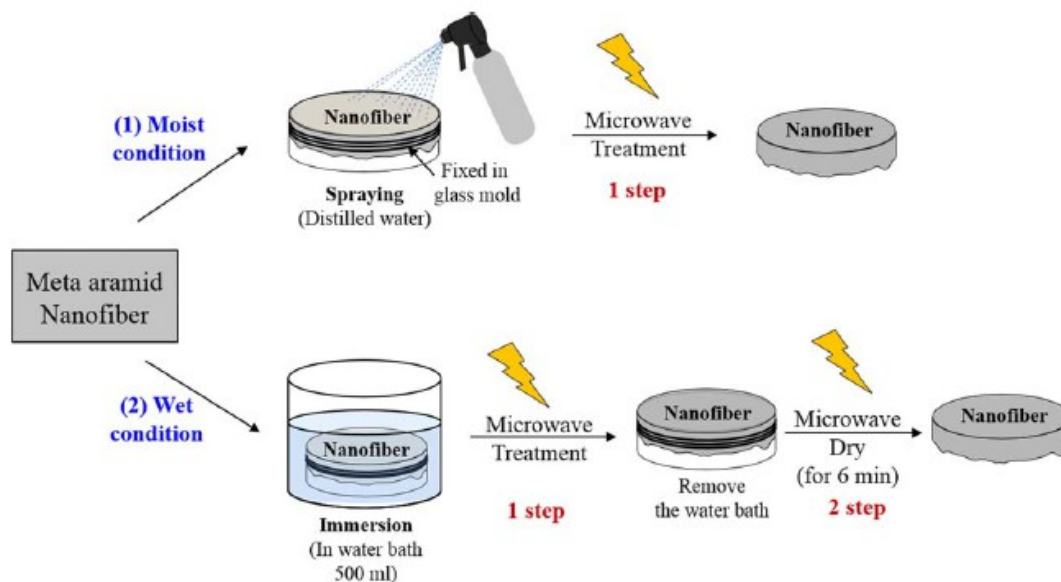
V článku jsou zmiňovány různé způsoby, jak měnit krystalinitu resp. mechanické vlastnosti vláken. Může se použít např. tepelná úprava, která se však provádí za vysokých teplot pomocí žhání, nebo přidavek uhlíkových nanotubic a polyimidu ve formě kompozitu. Obě tyto metody zvyšují mechanickou pevnost, bohužel jsou to metody, které jsou buď špatně kontrolovatelné, drahé nebo nepraktické kvůli použití vysokých teplot (~ 400 °C). Další možností může být odstranění nečistot, jako jsou soli nebo zbytky rozpouštědla, které fungují jako plastifikátory (příkladem může být odstranění halogenidů kovů z nylonu 6).

Hyun et al. ve své práci jako první využili mikrovlny k změně vlastností již hotových meta-aramidových nanovláken. Díky této úpravě, při které se měnila vlhkost a doba působení elektromagnetického pole, vznikla vysokopevnostní zvlákněná vrstva.

Jelikož nanovláknenný materiál není zrovna vhodný pro mikrovlnný ohřev, využívali vodu (polární kapalinu) jako pomocnou látku ke zvýšení pohlcování tepla („to increase the heat generation“). Navíc voda pomáhala odstranit nečistoty, jako jsou soli a reziduální rozpouštědla. Byly zkoušeny dva postupy úpravy nanovláknenné meta-aramidové podložky, obr. 6.

V prvním případě byla vrstva pouze navlhčená a zafixovaná na skleněnou podložku a následně byla voda vysušena mikrovlnným ohřevem (2,4 GHz, intenzita 12 kW/kg).

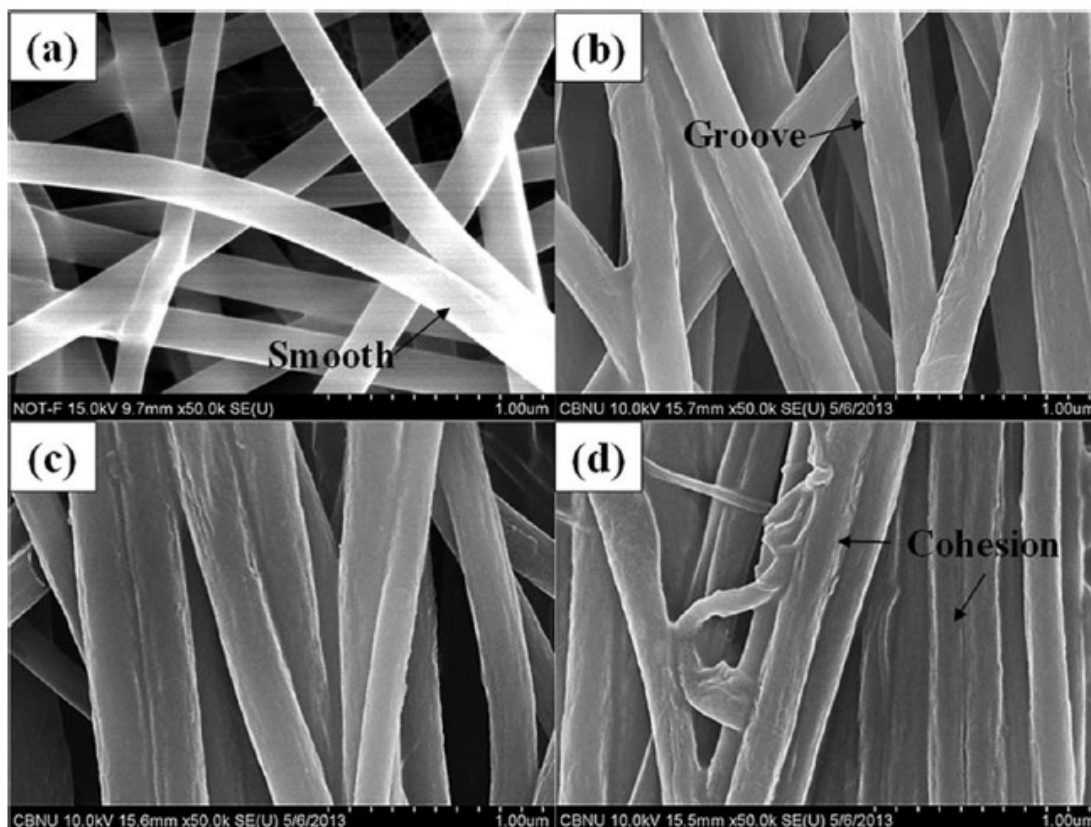
Druhý případ byl postup za mokra, kdy vrstva upevněná na sklíčku, byla ponořena do vody, dále vystavena mikrovlnám. Pak vytažena a znovu pomocí mikrovln vysušena.



Obrázek 6: Úprava meta-aramidových vláken pomocí mikrovlnného ohřevu, Za a) vlhký způsob, b) mokrý způsob [1].

Výsledkem byla vlákna, která obsahovala méně CaCl_2 , který byl použitý při rozpouštění polymeru. Chlorid vápenatý zvyšuje rozpustnost a zvyšuje vodivost roztoku, která zajišťuje větší stabilitu elektrického zvlákňování.

Vlhkým způsobem vznikla vlákna, která měla povrch drsnější než bez mikrovlnné úpravy. Úprava probíhala za teploty okolo 100 °C. Na obr. 7 je dobře vidět, jak při zvyšování času působení elektromagnetického pole vznikají vazby mezi vlákny a tvoří se větší vlákna, resp. zvětšuje se jejich průměr.



Obrázek 7: Snímky ze SEM meta-aramidových vláken za vlhkého způsobu. a) neupraveno, b) 6 min., c) 12 min., d) 18 min [1].

U mokré úpravy vypadala vlákna trochu jinak. Záleželo jak na době, tak na teplotě, které byl vzorek vystaven. Při nižší teplotě (80 °C) a kratším času (5 + 6 min.¹) byla vlákna na povrchu drsnější a měla větší průměr, za vyšší teploty (100 °C) a delšího času (10 + 6 min) vznikla vlákna hladká s menším průměrem. V posledním případě (100 °C, 15 + 6 min.) měla vlákna zase větší průměr a drsnější strukturu. U tohoto způsobu nedocházelo k tak velkému vzniku mezivlákněných struktur.

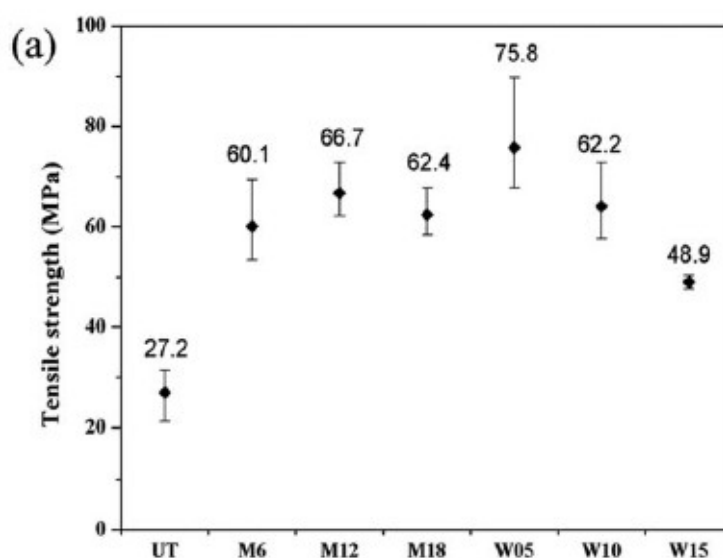
Odstraňování CaCl_2 a reziduálního rozpouštědla probíhalo lépe za mokrého způsobu, a to díky namáčení celého vzorku. V tomto případě kvůli rozdílné koncentraci lépe docházelo k difuzi soli z vláken do vody. To mělo za následek menší mezivlákněnou kohezi. Ve vláknech bylo málo rozpouštědla, které by mělo za následek tavení povrchu vláken. Koncentrace CaCl_2 klesla z 33 % na 0,2 %.

¹ První čas u mokré úpravy značí dobu, kdy vzorek byl vložený vodě a upravován pomocí mikrovlnného záření. Druhý čas odpovídá době, kdy již byl vzorek vyndán z vody a následně znovu upraven pomocí záření.

Krystalinita, která byla měřena pomocí rentgenové difrakce (XRD), se také více měnila v případě mokrého způsobu, zvýšila se až o 35 % – 42 %. Vzorek upravený vlhkým způsobem měl výsledky podobné jako vlákna bez úpravy. Lepší výsledky mohou být způsobeny nižší koncentrací solí a rozpouštědla ve vláknech, které byly vymyty pomocí vody.

Další vliv na krystalinitu mělo napětí vláken, které bylo provedeno pomocí zafixování vzorku na sklíčko. V opačném případě byla vlákna upravována bez napnutí. Bylo zjištěno, že napětí také zvyšuje podíl krystalinity.

Mechanické zkoušky probíhaly na trhačím stroji. Vzorky byly ve tvaru válečku („dog-bone shape“) o délce 3,18 mm a průměru 0,02-0,03 mm. Vzorek vlhkého procesu v napětí (12 min.) měl 2,5-krát větší pevnost v tahu než neošetřený vzorek, viz obr. 8, a to i za podmínky, že struktura vláken byla amorfní, s reziduálními solemi a rozpouštědlem. Větší pevnost může být dána vznikem mezivlákněných struktur. Při mokřím způsobu a času 5 min. byla pevnost dokonce 2,8krát větší než u vzorku bez úpravy. To může být dáno přeskupením a přesměrováním molekul ve vláknech. Avšak při dalším zvyšování teploty (teplota varu vody) a času, při kterém působilo elektromagnetické pole, již docházelo ke snižování pevnosti z důsledku plastifikace meta-aramidové sítě („mats“). Pevnost v tahu také byla menší v případě volných vzorků bez napětí, protože dosáhnout krystalizace a orientace vláken je v takovémto případě těžší. Zlepšena také byla teplotní



Obrázek 8: Pevnost v tahu u napjatých vzorků. UT – neošetřený vzorek („untreated“), M – vlhký způsob („moist“), W – mokřý způsob („wet“), čísla značí dobu ošetření v minutách [1].

stabilita vzorků, která byla měřena pomocí termogravimetrické analýzy, která měří úbytek hmotnosti vzorku při změnách teploty.

Tento článek tedy ukazuje, že elektromagnetické záření ve formě mikrovln má efekt na strukturu a vlastnosti polymerních vláken.

Co se však bude dít, pokud budeme aplikovat mikrovlnné pole přímo na proces elektrického zvláknování. Bude se také měnit krystalinita vláken a jejich pevnost? Budou mít vlákna např. porézní strukturu či budou zploštělá? Bude mít pole vliv na ukládání vláken na kolektoru či na jejich průměr?

Na žádnou z těchto otázek dostupná literatura nezná odpovědi. Proto vznikl návrh na sestavení zařízení, kde by se některé z těchto vlastností daly demonstrovat a následně zanalyzovat.

1.2 Mikrovlnné pole

Mikrovlnné vlnění patří mezi elektromagnetické záření, které se může šířit jak ve volném prostoru, tak v hmotném prostředí. Toto vlnění obsahuje frekvence o intervalu 300 MHz až 300 GHz, což odpovídá délce vlny 1 m až 1 mm. A to podle vztahu

$$f \cdot \lambda = c. \quad (1)$$

Kde

- f je frekvence [s^{-1}],
- λ vlnová délka [m],
- c rychlost světla [$m \cdot s^{-1}$],

Pro účely mikrovlnného ohřevu byla vybrána frekvence 2,45 GHz, resp. vlna o délce 12,2 cm.

Elektromagnetické záření nedokáže z látek vytrhnout elektrony, je to tzv. neionizující záření. Záření pouze elektrony rozkmitá.

Na částice, které se pohybují v elektromagnetickém poli působí Lorentzova síla, která je popsána rovnicí²

$$\vec{F} = q \cdot [\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B}]. \quad (2)$$

Kde

- \vec{F} působící síla [N],
- q je elektrický náboj [C],

2 Zanedbáváme vlastní magnetický moment částice. Budeme předpokládat, že se částice pohybuje ve vakuu a zanedbáváme gravitační sílu.

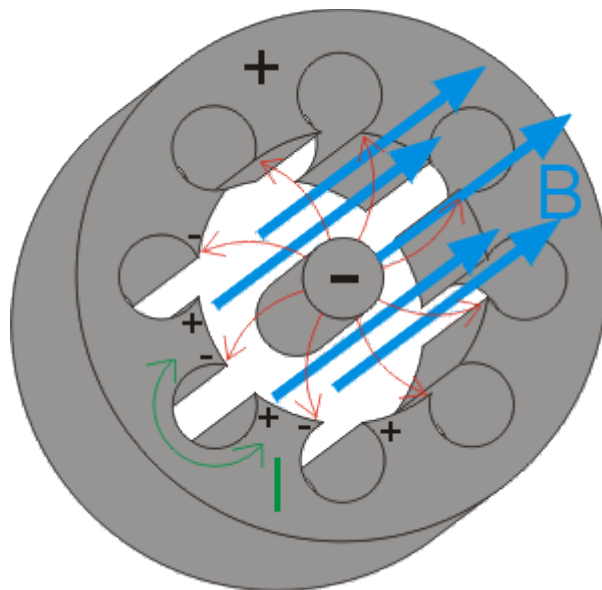
- \vec{E} vektor intenzity elektrického pole [$V \cdot m^{-1}$],
 \vec{v} rychlost pohybující se částice [$m \cdot s^{-1}$],
 \vec{B} vektor magnetické indukce [T].

Při EZ se na povrchu kapaliny indukuje elektrický náboj, který je dále nesen vytvořenými vlákny ke kolektoru. Pokud se tedy tento proces bude ovlivňovat elektromagnetickým polem, náboj na vláknech bude tímto polem ovlivňován a bude na něj působit Lorentzova síla.

1.2.1 Mikrovlnný ohřev

Elektricky nevodivé nebo málo vodivé látky lze ohřívat pomocí elektromagnetického pole, jelikož permanentní dipóly molekul či iontů v látce se snaží vždy při přepólování pole dostat do co energeticky nejvhodnější polohy. Při takovémto pohybu dochází ke vzájemnému tření molekul, a tím ke vzniku tepla. Díky tomuto principu se ohřívá celý objem materiálu a nejenom jeho povrch, jako u infračerveného ohřevu.

Generátorem takového záření je magnetron. U magnetronu je tok elektronů řízen vnějším magnetickým polem. Magnetron se skládá z vakuové trubice, ve které je vložen



Obrázek 9: Zjednodušený princip magnetronu [8]

kovový váleček – katoda. Vakuová trubice s katodou je vložena v ose anodového bloku, který má členitou strukturu v podobě rezonátorů. Tyto rezonátory jsou spojeny štěrbinami s činným prostorem magnetronu. Podél osy magnetronu působí magnetické pole vnějšího silného permanentního magnetu. Z jedné z rezonančních dutin je záření vedeno anténou do

prostoru ohřivací komory. Ohřivací prostor, kam je vlnovodem vedeno záření, je uspořádán tak, aby mohl rezonovat se vstupním zářením. [8–10]

2 Experimentální část

Praktická část této diplomové práce se zabývá sestavením experimentálního zařízení, které by se dalo použít k pozorování interakce elektromagnetického záření s elektrickým zvlákňováním.

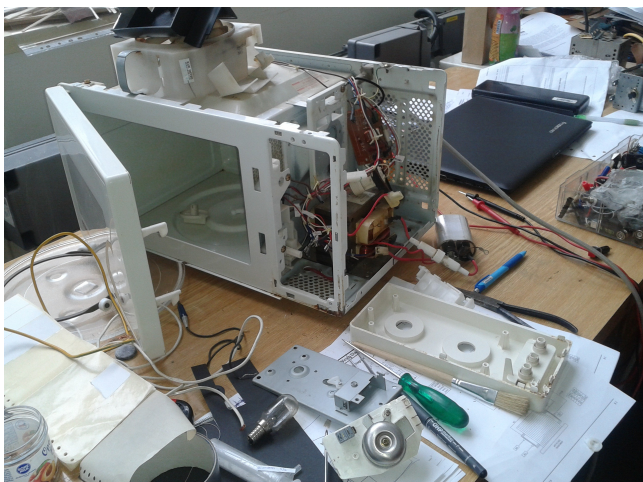
Nejjednodušeji získatelným zdrojem elektromagnetického záření je mikrovlnná trouba (MT) s magnetronem, který generuje vysokofrekvenční elektromagnetické záření o frekvenci 2,45 GHz. Pro diplomovou práci byla získána starší MT značky ETA, typ 0195. Výkon magnetronu je výrobcem udáván 800 W.

Samotná práce byla rozdělena do několika bloků:

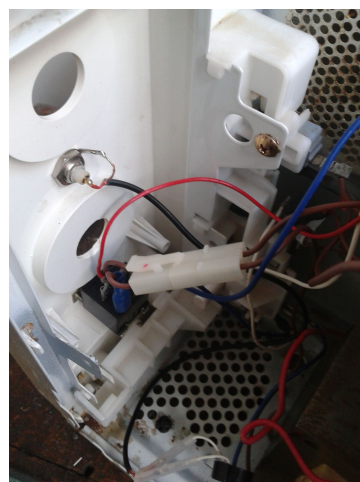
- úprava MT (ta probíhala v několika fázích)
- zjednodušené zmapování pole uvnitř MT
- úprava výkonu magnetronu a jeho měření
- vestavba spinneru a kolektoru do ohřívacího prostoru MT
- vytvoření polymerních vzorků s mikrovlnným a bez mikrovlnného pole
- vyhodnocení vzorků – SEM, krystalografická struktura, změna oblasti uložených vláken

2.1 Úprava MT

Nejprve byla MT rozebrána za účelem seznámení se s konstrukcí MT. Z MT byly odstraněny některé její součásti, které po předchozí diskuzi byly uznány za nepotřebné. Jednalo se o otočný talíř s motorem, žárovka a časovač s ovládací deskou. Následně byl ventilátor, který je potřebný k chlazení magnetronu, a přepínač, který dále přivádí proud transformátoru a do magnetronu, napojen na jeden hlavní vypínač. V MT byl také z bezpečnostních důvodů ponechán spínač, který v případě otevření dveří okamžitě vypne magnetron. Kondenzátor v anodovém obvodu magnetronu, jehož velikost určuje anodový proud a tím i výkon magnetronu, byl pomocí vysokonapěťových kabelů vyveden ven z MT, aby se následně sériovým připojením dalších kondenzátorů mohl výkon snížit. V první fázi byl vyveden ven pouze původní kondenzátor z MT o kapacitě cca 1 μF . Pro kondenzátor byla sestrojena plastová krabička. Do ní byl kondenzátor upevněn a pomocí vysokonapěťových kabelů a zemnicích můstků připojen zpět k MT (další fotografie viz příloha A).



Obrázek 10: Rozebraná mikrovlnná trouba.

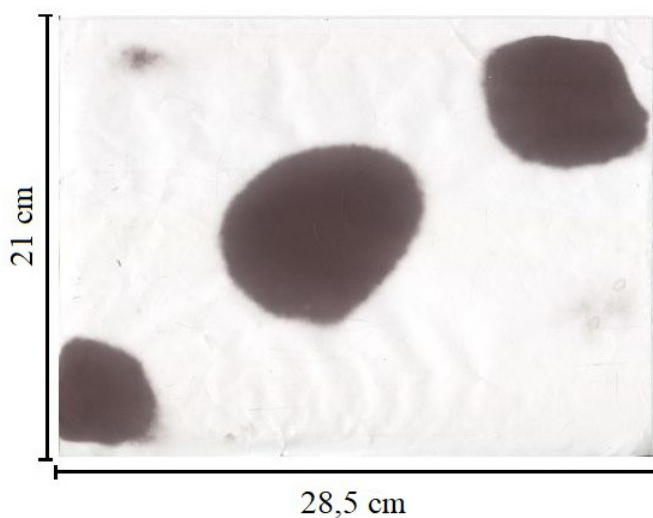


Obrázek 11: Vnitřek MT po úpravě.

2.2 Mapování elektromagnetického pole uvnitř MT

Zobrazení pole uvnitř MT bylo provedeno pomocí jednoduché metody, která byla převzata z diplomové práce Biolek, 2006 [11]. V této práci se zabývali rozložením pole v MT při zapojení dvou magnetronů současně.

Při tomto postupu se prostor MT vyplnil polystyrenovými (PS) deskami o tloušťce 2 cm. Mezi desky se vložil termocitlivý (faxový) papír. Termocitlivý papír sám o sobě na elektromagnetické pole nereaguje, avšak při působení tepla začne papír černat. Proto je vhodné použít materiál, který vlny absorbuje a zahřívá se. Tímto způsobem na papíru vznikne mapa, která ukazuje, v jakém místě materiál vlnění pohlcoval a zahřívával se, obr. 12.



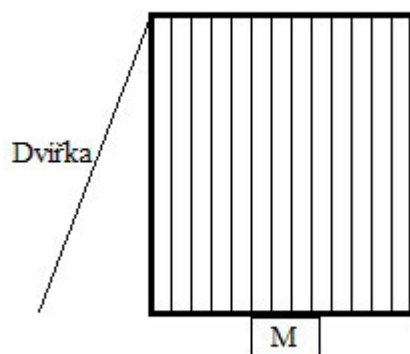
Obrázek 12: Zčernání termocitlivého papíru.

Polystyrenové desky se kladly ve třech různých směrech. Měření probíhalo za plného výkonu magnetronu po dobu pouze několika sekund (při delším času se polystyren začal tavit). Výsledkem byla série papírů, které mapovaly řezy elektromagnetickým pole v dvoucentimetrových intervalech. Všechny lze najít v příloze B.



Obrázek 13: Kladení polystyrenových desek ve vertikálním směru. Směr papíru je kolmý na průnik vln.

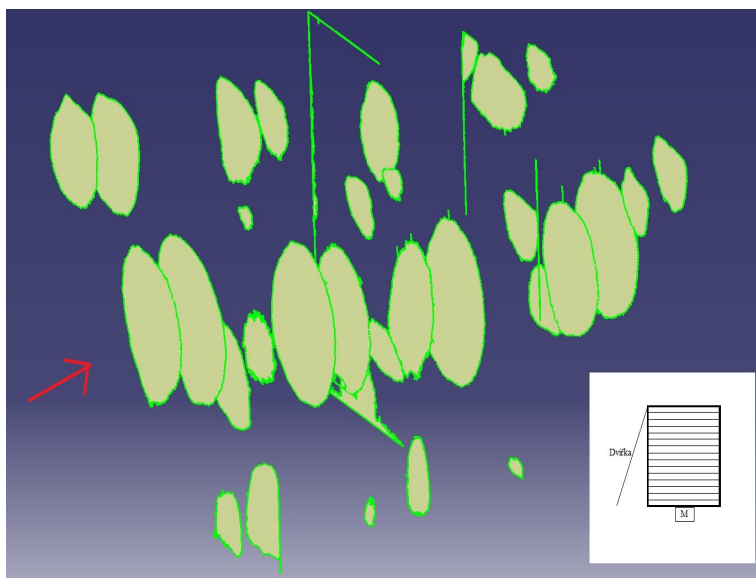
Obrázek 14: Kladení polystyrenových desek v horizontálním směru.



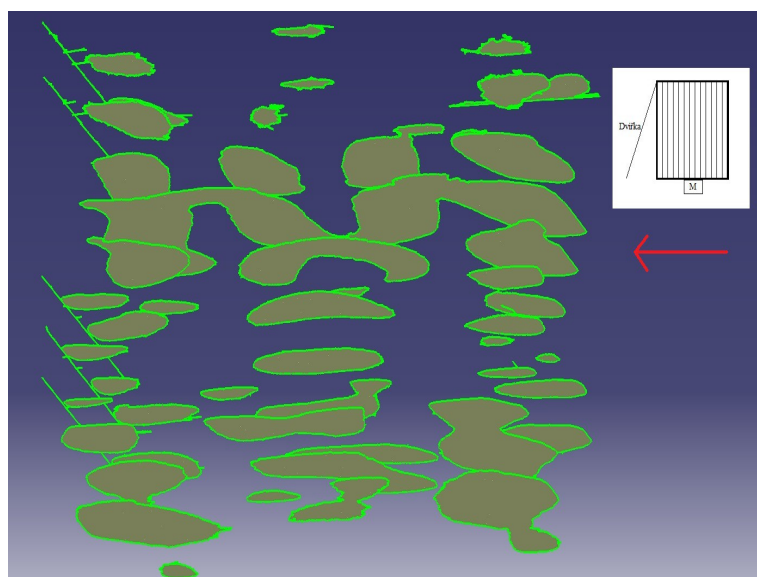
Obrázek 15: Kladení polystyrenových desek ve vertikálním směru. Směr papíru je paralelní s průnikem vln. Pohled shora, M značí polohu magnetronu.

Jednotlivé papíry byly následně naskenovány a převedeny v programu CATIA do 3D modelu.

V horizontálních vrstvách se účinky pole projevovaly minimálně a papír zčernal jen na několika málo místech, proto se z těchto vrstev nedělal 3D model. Z vertikálních směrů jsou modely vidět na obrázcích 16 – 17. Zelené skvrny značí zvýšenou intenzitu elektromagnetického pole, resp. ohřívání polystyrenu, resp. zčernání papíru.



Obrázek 16: 3D model pole uvnitř MT. Kladení polystyrenových desek ve vertikálním směru. Směr papíru je kolmý na průřez vln. Červená šipka značí směr elektromagnetické vlny, resp. polohu magnetronu.



Obrázek 17: 3D model pole uvnitř MT. Kladení polystyrenových desek ve vertikálním směru. Směr papíru je paralelní s průřezem vln. Červená šipka značí směr elektromagnetické vlny, resp. polohu magnetronu.

Otázkou by mohlo být zda se nezmění délka vlny při průchodu PS oproti průchodu vzduchem. Jak již bylo řečeno v kapitole 1.2, délka vlny při frekvenci 2,45 GHz a při průchodu vzduchem, kde je fázová rychlost vlny rovna rychlosti světla ($\sim 3 \cdot 10^8 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$), je 12,2 cm. Délku vlny při průchodu PS můžeme spočítat ze vzorce

$$d = \frac{v}{f} = \frac{1}{\sqrt{\varepsilon \cdot \mu} f} = \frac{1}{\sqrt{\varepsilon_r \varepsilon_0 \mu_r \mu_0} f}. \quad (3)$$

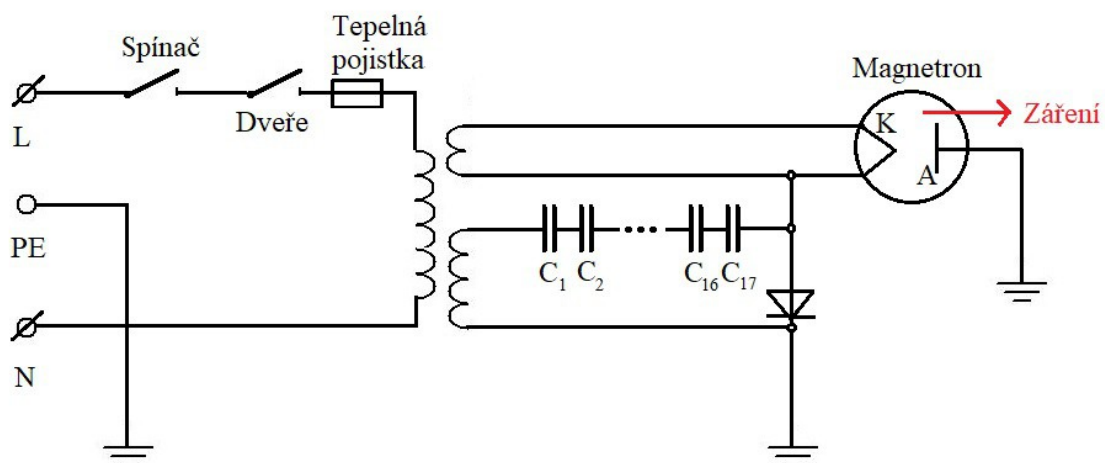
Kde

- d je délka vlny [m],
- v fázová rychlost vlny [$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$],
- f frekvence vlny [s^{-1}],
- ε permitivita materiálu [$\text{F} \cdot \text{m}^{-1}$],
- μ permeabilita materiálu [$\text{H} \cdot \text{m}^{-1}$],
- ε_r relativní permitivita materiálu,
- ε_0 permitivita vakua [$\text{F} \cdot \text{m}^{-1}$],
- μ_r relativní permeabilita materiálu,
- μ_0 permeabilita vakua [$\text{H} \cdot \text{m}^{-1}$].

Jelikož však relativní permitivita ε_r [12] a relativní permeabilita μ_r [13] pěnového PS jsou ~ 1 , odpovídá délka vlny v tomto prostředí přibližně délce vlny ve vakuu, a to 12,2 cm. Posuv vlny lze tedy zanedbat.

2.3 Úprava výkonu magnetronu a jeho měření

Aby bylo možné měnit výkon jdoucí z magnetronu, bylo použito větší množství anodových kondenzátorů. V MT se používá jeden kondenzátor o kapacitě cca 1 μF . Výkon, který pak magnetron vysílá do prostoru MT, je výrobcem udáván 800 W. Sériovým zapojením kondenzátorů je možné zmenšit anodový proud vstupující do magnetronu a tím snížit jeho výkon. Celkem bylo použito 17 kondenzátorů, každý o kapacitě 1 μF .



Obrázek 18: Zjednodušené schéma zapojení magnetronu s více kondenzátory.



Obrázek 19: MT na stojanu s krabicí kondenzátorů.



Obrázek 20: Krabice se sériově zapojenými kondenzátory.

MT byla umístěna na stojan a vedle ní krabice s kondenzátory.

Dále byl proměřen výkon magnetronu. Ten se však měřil velmi špatně, proto jsou výsledky spíš jen hrubý odhad. Byl zvolen jednoduchý experiment, kdy se výkon měřil přes teplo absorbované vodou při ohřevu.

Teplo vzniklé při ohřevu je dáno vztahem:

$$Q = m \cdot c_p \cdot \Delta T \quad (4)$$

Kde

Q je teplo [J],

m je hmotnost ohřívané vody [kg],

c_p měrná tepelná kapacita [$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$],

ΔT rozdíl počáteční teploty T_0 [$^{\circ}\text{C}$] a koncové teploty T [$^{\circ}\text{C}$].

Výsledný výkon je dán vztahem:

$$P = \frac{Q}{t} \quad (5)$$

Kde

P je výkon [W],

Q teplo [J],

t čas [s].

Vypočítané hodnoty jsou v tabulce 1 (naměřené hodnoty viz příloha D)

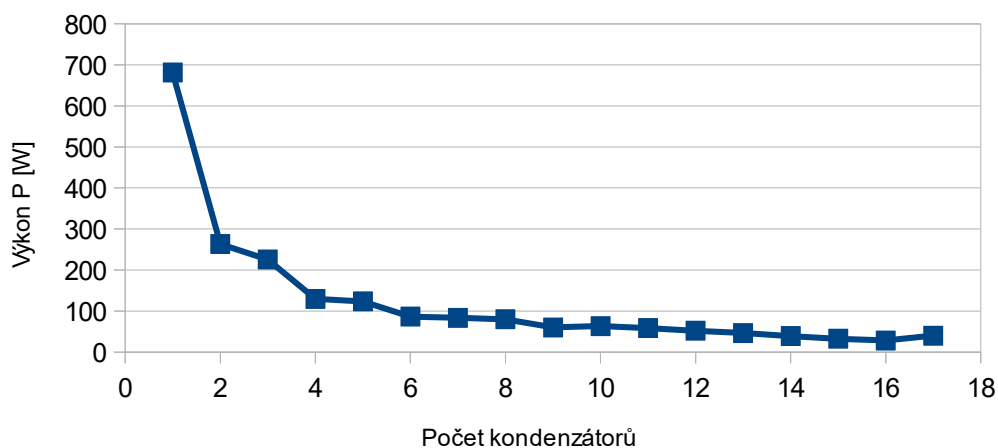
Tabulka 1: Závislost výkonů na počtu kondenzátorů zapojených sériově za sebou

počet kondenzátorů	C [nF]	ΔP [W]
1	1000,00	681,3
2	500,00	263,3
3	333,33	225,7
4	250,00	129,6
5	200,00	123,3
6	166,67	86,4
7	142,86	83,6
8	125,00	79,8
9	111,11	59,9
10	100,00	63,3
11	90,91	58,5
12	83,33	52,0
13	76,92	46,4
14	71,43	39,0
15	66,67	32,5
16	62,50	28,1
17	58,82	39,8

Problém při měření teploty byl kvůli nerovnoměrnému ohřívání vody uvnitř MT. Voda, která byla nalita v kádince, měla při hladině až o 4 °C vyšší teplotu než u dna. Aby se zmenšila chyba měření, byla voda nalita do větší Petriho misky, kde tvořila cca vrstvu 1 cm. Petriho miska byla položena na malou kádinku, aby byla výše, a přiblížila se tak předpokládané výšce konce spinneru (výška kádinky byla 6,1 cm). I tak byl rozdíl teplot mezi i hladinou a dnem cca jeden stupeň Celsia.

Z vypočtených hodnot je vidět, že magnetron nemá již tak vysokou účinnost.

Závislost výkonu magnetronu na počtu kondenzátorů



Graf 1: Závislost výkonu magnetronu na počtu kondenzátorů.

Jak je tedy vidět, zapojováním různého množství kondenzátorů se dá ovlivňovat výstupní výkon magnetronu. Výkon magnetronu bylo nutné snížit z obavy rychlého vypařování rozpouštědla či následného spálení vzniklých vláken.

2.4 Vestavba spinneru a kolektoru do ohřívacího prostoru MT

Při vestavě spinneru se nejprve řešil problém výběru materiálů. Spinery se většinou dělají kovové ve tvaru jehly či tyčinky. Toto provedení bylo nevyhovující z důvodu interakce kovového materiálu s mikrovlnným polem. Proto se vytvořily kapiláry ze skleněné trubičky.

Konečné umístění trubičky vyžadovalo odizolování a pevné upevnění. Proto byla vysoustružena polyamidová izolace, kterou se skleněná kapilára protáhla, a byla tak zajištěna i její stabilita.

Zvlákňovací elektroda byla nejprve pro jednoduchost umístěna do otvoru po otočném talíři. Rozhodnutí o tomto umístění elektrody se v závěru ukázalo jako ideální, protože tím byl omezeno zachytávání vláken na nabitě stěny.

Dále se muselo zajistit, aby roztok který bude proudit kapilárou do MT, byl elektricky nabitý. To bylo zajištěno připojením mosazné trubičky k spinneru pomocí silikonových hadiček. Toto provedení pak bylo ještě upraveno. Měkké silikonové hadičky nebyly vhodné, protože při změně průtoku vždy velmi dlouho trvalo, než se v nich vyrovnal tlak. Proto byly vyměněny za tvrdší hadičky vyrobené z polyurethanu. Byla odstraněna i mosazná trubička a proud byl přiveden přímo na kovovou spojku mezi injekční stříkačkou a hadičkou.

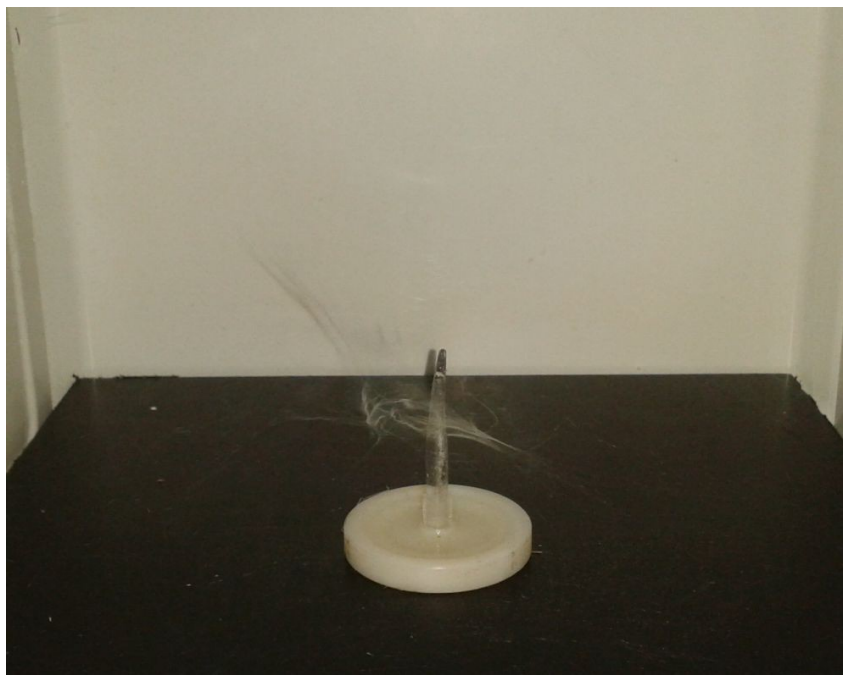
Při prvních pokusech s takto vytvořenou soustavou však docházelo ke zkratům, proto byla polyamidová izolace na povrchu zvlněna, aby došlo k prodloužení dráhy, kterou musí náboj urazit. Dalším opatřením bylo navlečení kousku hadice zespoda MT na izolátor. Avšak toto provedení stálo nevyhovovalo a docházelo ke zkratům, jakmile začal obvodem procházet elektrický proud. Nakonec se na dno MT vložila polyethylenová deska, která již tento problém vyřešila, obr. 21.



*Obrázek 21: Kolektor upevněný ke stropu
MT.*

Kolektorem byla kovová deska, která se umístila na strop pomocí šroubů. Mezi deskou a strop MT byla na šrouby umístěna plastová kolečka kvůli odizolování. Taktéž se obalily konce šroubků silikonovou hadičkou, aby nedocházelo k nabíjení kolektoru, který byl uzemněn, přes konstrukci MT. Deska, která byla od stropu MT vzdálena cca 2 mm, byla při zapnutí mikrovlnného pole nabíjena, což následně bylo vidět při sledování procesu HD kamerou.

Vnitřek MT má stěny sice smaltované a pomocí měření odporu multimetrem bylo odzkoušeno, zda jsou stěny mezi sebou a kostrou MT vodivě spojeny, ale při zvlákňování (vzdálenost spinneru od kolektoru byla větší než cca 10 cm) docházelo k přichytávání vláken spíše na stěny, než na kolektor, obr. 22. Řešením bylo zmenšit vzdálenost mezi kapilárou a kolektorem. Ta se pak při zvlákňování pohybovala mezi 8 – 9,5 cm. Takovéto uspořádání tedy značně omezovalo posun elektrody do nějakého místa maximální intenzity mikrovlnného pole. Lze však vyslovit předpoklad, že při průletu prostorem budou vlákna polem ovlivněna, jelikož se do nějakého maxima dostanou.



Obrázek 22: Ukázka zachytávání vláken na stěny MT:

2.5 Vytvoření polymerních vzorků s a bez mikrovlnného pole

Vybrané polymery pro zvlákňování byly:

- 12% PVA, Sloviol 16%
- 9% PVB, Kuraray Mowital 60 000 H, $M_w = 60\,000\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$, rozpuštěný v ethanolu a isopropylalkoholu v poměru 4:1
- 10% PVP, Sigma Aldrich, $M_w = 1\,300\,000\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$, rozpuštěný v ethanolu

Dále byl odzkoušen i 12% PA 6 (Sigma Aldrich, rozpuštěný v kyselině mravenčí a kresolu v poměru 1:1) a 45% PVP, $M_w = 40\,000\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$, (rozpuštěný ve vodě), tyto dva polymery se však při pokusech nezvlákňovaly (jak s polem, tak bez pole), proto se po několika pokusech upustilo od dalšího zkoušení.

Polymery byly vybrány na základě jejich použití v praxi. PVA se používá v tkáňovém inženýrství a v cílené dopravě léčiv.-Je biokompatibilní, biodegradabilní a má vhodné mechanické vlastnosti. Je dobře rozpustný ve vodě [14]. PVB zvyšuje zvláknitelnost roztoků, s dalšími polymery se používá na výrobu senzorů. Dále se používá v barvách a lacích a jako mezivrstva u bezpečnostních skel. Jeho polarita závisí na stupni acetylace [13, 14]. PVP se používá při výrobě membrán, kde ovlivňuje velikost pórů a zamezuje ucpávání. Využívá se i v medicíně při dialýze, je biokompatibilní s krví. Je dobře rozpustný ve vodě [17].

Jelikož je prakticky nemožné dohledat polaritu či relativní permitivitu u těchto polymerů, která by napověděla, jak moc na ně bude elektromagnetické pole působit, vzala se v potaz pouze znalost toho, že polymery jsou rozpustné vodě (u PVB pouze málo) resp. jsou polární.

Každý jednotlivý polymer byl zvláknován nejprve bez zapnuté MT a následně s různou velikostí výkonu (nejčastější počet zapojených kondenzátorů byl 9 a 17, resp. výkon 59,91 W a 39, 85 W). Vyšší výkony nebyly používány. Důvodem byly problémy, které přinášela vyšší teplota ohřívaného polymeru uvnitř skleněné kapiláry. Častým projevem bylo zaschnutí polymeru v kapiláře, následné natlakování skleněného spinneru a vystříknutí roztoku, které zkratovalo zvláknovací obvod.

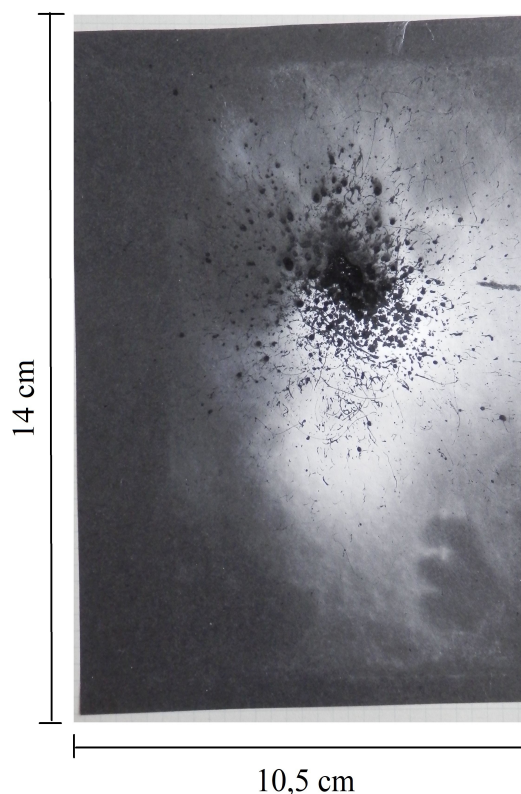
Až na již zmíněný 12% PA a 45% PVP, šly všechny polymery zvláknovat i při zapnutém elektromagnetickém poli. Zvláknovalo se pomocí vysokého stejnosměrného napětí, kdy napětí bylo přivedeno na zvláknovací elektrodu a kolektor byl uzemněn. Pumpa byla použita lineární, průtok se pohyboval v jednotkách ml/hod. Na kolektor byl vždy umístěn pomocí oboustranné lepicí pásky černý papír velikosti A6 (cca 10,5 × 14 cm), na kterém byla vytvořená nanovlákna dobře vidět.

Zaznamenávanými parametry byly doba zvláknování, počet zapojených kondenzátorů, napětí přivedené na spinner, proud (hodnota na displeji napěťového zdroje), vzdálenost spinneru od kolektoru a průtok. Veškeré parametry používané při zvláknování jsou k nalezení na přiloženém CD.

Při zvláknování docházelo k problémům. Např. již zmíněné zaschnutí kapiláry, její následné vystříknutí a zkrat obvodu, viz obr. 23. Tento problém se dal částečně korigovat průtokem. Pokud se průtok zvýšil tak, aby polymer přetékal, nedocházelo k zasychání.

Roztok se také v kapiláře velmi zahříval a tvořily se v něm bublinky. Proto zde byl předpoklad, že by vytvořená vlákna mohla mít např. porézní strukturu díky bublinkám, nebo jinou mikroskopickou strukturu kvůli změně viskozity, ke které docházelo v důsledku

ohřívání polymeru. Tyto předpoklady byly následně vyvráceny pomocí snímků z elektronového mikroskopu, viz dále.



Obrázek 23: Ukázka vzorku s vystříknutým polymerem. Vzorek PVB-9c, výkon 59,9 W.

Po prvních pokusech se zdálo, že by mikrovlnné pole mohlo mít vliv na ukládání vláken na kolektor. Pokud se vytvoří jeden Taylorův kužel, je výsledný obrazec přibližně kruhový. Po prvních pokusech se zapnutým polem vypadal obrazec spíše oválně. Bohužel v těchto případech nebyly zakryty otvory vedoucí do prostoru MT s ventilátorem, který ochlazuje magnetron. Poté, co se zakryly díry, a tím došlo ke snížení vnějších proudů vzduchu, se již tento jev nevyskytoval. Což je dobře vidět na vzorcích s PVB, které všechny probíhaly při nezakrytých otvorech (při zapnuté MT jsou vlákna rozmístěná všude po kolektoru), a u 10% PVP, kde již otvory zakryté byly (vlákna jsou centrována do jednoho místa), viz příloha F.

Pojmenování veškerých vzorků je následující:

Typ polymeru (u PVP je v uvedena koncentrace) – počet zapojených kondenzátorů – pořadí vzorku označené písmenem.

2.6 Vyhodnocení vzorků

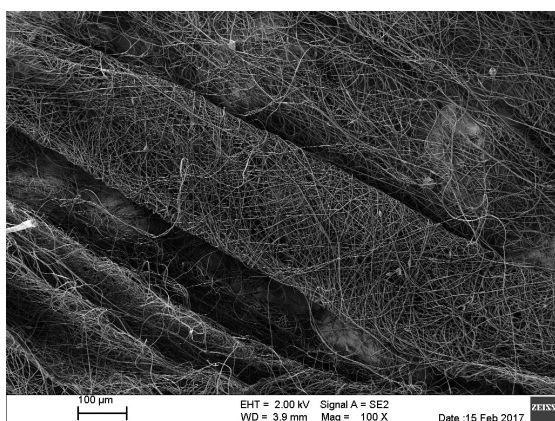
2.6.1 SEM

Vyhodnocení vzorků se dělalo na rastrovacím elektronovém mikroskopu UHR FE-SEM ZEISS Ultra Plus na TUL v laboratoři analytických metod. Pro analýzu se vybraly následující vzorky:

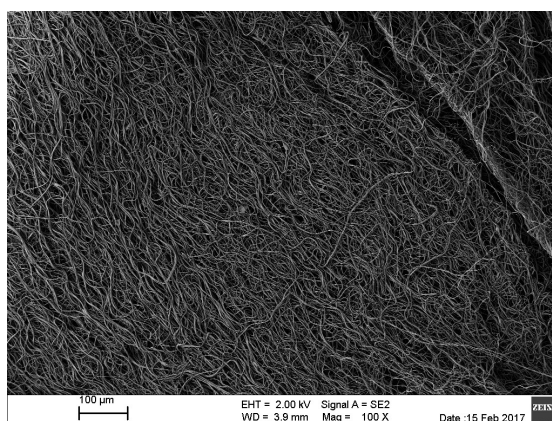
- 12% PVA – 0d, 9b, 17a
- 9% PVB – 0c, 9f, 17
- 10% PVP – 0c, 5b, 9b, 17a
- 45% PVP – 0b, 17a

Snímky z elektronového mikroskopu ukazují pouze drobné odchylky u vzorků vyrobených s mikrovlnným polem a bez mikrovlnného pole. Struktura vláken je např. drsnější, vlákna mají jinou tloušťku nebo jsou slepená. Avšak obecně vlákna byla hladká, kulatá, převážně bez defektů. Jejich tloušťka byla téměř vždy (kromě PVB) pod 1 μm .

U jednoho vzorku 10% PVP při zapojení 5 kondenzátorů, resp. výkonu 123,31 W snímek ze SEM ukazoval, že vzniklá vrstva vláken je jen mírně zvlněná a ne tak chaoticky uspořádaná. Avšak při zapojení 9 (59,9 W) a 17 (39,8W) kondenzátorů se jev již nevyskytoval. To však může být dáno vysokým výkonem při zapojení pouze 5 kondenzátorů.



Obrázek 24: Snímek ze SEM, vzorek PVP10-0c, bez pole, měřítko 100 μm . Vrstva je chaoticky uspořádaná.



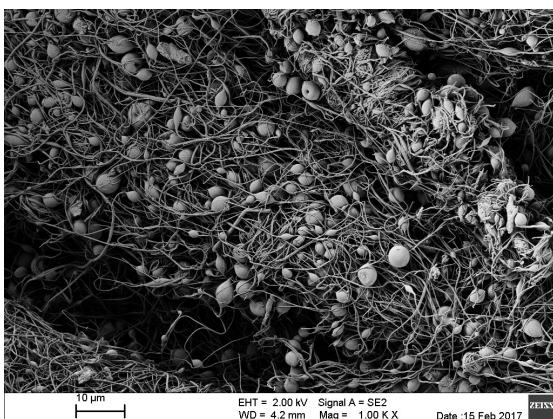
Obrázek 25: Snímek ze SEM, vzorek PVP10-5b, výkon 123,3 W, měřítko 100 μm . Vlákna jsou zvlněná, ale relativně uspořádaná v jednom směru.

Byla proměřeny průměry vláken (pomocí programu ImageJ) a u neupraveného vzorku byla tloušťka 720 ± 40 nm. Se zvyšujícím se výkonem tloušťka vláken klesala, viz tabulka 2. U toho polymeru nedocházelo k zasychání spinneru a průtok byl u všech vzorků stejný, tudíž nemohl mít vliv na tloušťku vláken.

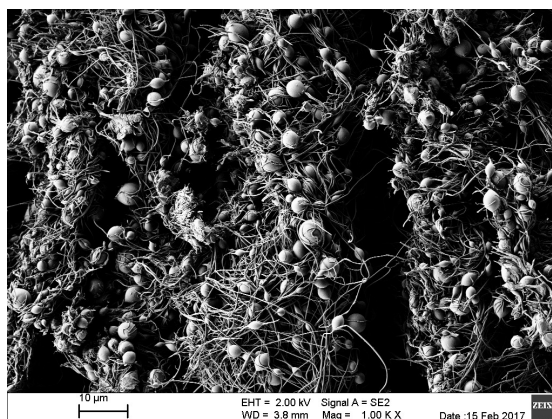
Tabulka 2: Tloušťka PVP vláken v závislosti na výkonu.

Počet zapojených kondenzátorů	Výkon [W]	Tloušťka vláken [nm]
0	0	720 ± 40
17	39,85	600 ± 40
9	59,91	570 ± 50
5	123,31	500 ± 70

U 45% PVP je pouze vidět to, že polymer byl málo viskózní, a docházelo tak k electro sprayingu. Na vláknech vznikaly kapičky. To se již projevovalo při zvlákňování bez vnějšího pole, kdy vzniklá vrstva byla hodně mokrá. To se nezměnilo ani u zapnuté MT.

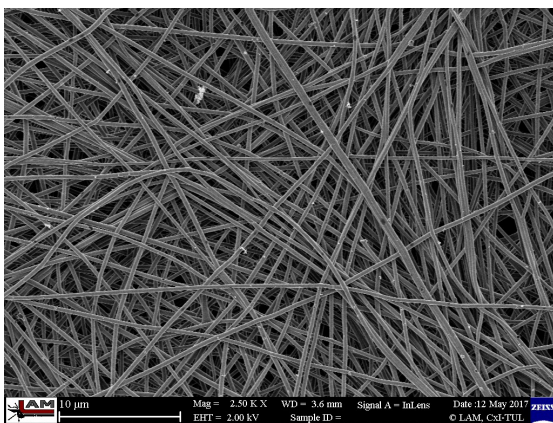


Obrázek 26: Snímek ze SEM, vzorek PVP45-0b, bez pole, měřítko 10 µm.

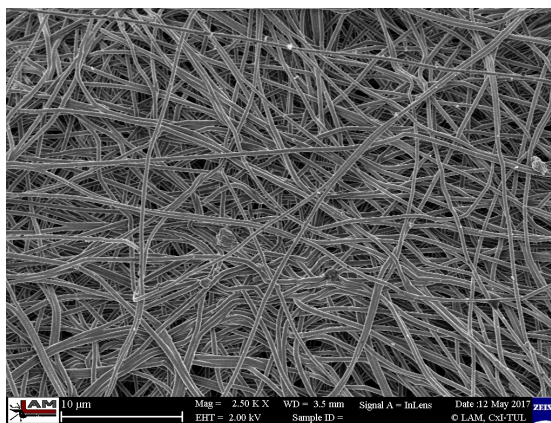


Obrázek 27: Snímek ze SEM, vzorek PVP45-17a, 39,8 W, měřítko 10 µm.

Vzorek PVA, který byl zvlákňován bez mikrovlnného pole, má vlákna hladká a rovná. Ovšem vzorek, který byl zvlákňován s výkonem 59,91 W, resp. při zapojení 9 kondenzátorů, má vlákna méně rovná, spleená a vrstva vláken je hustší. Při použití malého výkonu nebyl tento jev tolik vidět. Zřejmě to tedy bylo zvyšujícím se výkonem. Vzorek PVA-17a měl o mnoho větší (780 ± 60 nm) vlákna než vzorky dělané bez pole nebo s 9 kondenzátory (vzorek PVA-0d – 334 ± 7 nm, vzorek PVA-9b – 350 ± 10 nm).



Obrázek 28: Snímek ze SEM, vzorek PVA-
0d, bez pole, měřítko 10 μm .



Obrázek 29: Snímek ze SEM, vzorek PVA-
9b, výkon 59,9 W, měřítko 10 μm .

Poslední ze vzorků – PVB, které byly charakterizovány pomocí SEM, nevykazoval žádné velké změny. Ve všech případech měla vlákna tloušťku okolo 500 nm a vlákna vypadala stejně.

2.6.2 Změna oblasti uložených vláken

Jak již bylo zmíněno dříve, pole nemělo vliv na ukládání vláken na kolektor, co se týče tvaru.

Jediné, co se měnilo, a bylo to následně patrné z natáčení kamerou, byl střed plochy ukládané na kolektor. Bez zapnutého pole byl střed hodně u kraje, což bylo dáno kapiálrou, která nebyla rovná, ale zkosená. Pokud se pole zapnulo, vlákna byla více nesena k nabíječícimu se kolektoru, a tudíž i více do středu kovové desky. Dobře to bylo vidět u pokusů s 10% PVP. Např. u PVB tento jev pozorovat nelze, protože všechny vzorky dělané s PVB byly s otevřenými otvory, kde je ovlivňoval proudící vzduch a použitý spinner byl rovný.

2.6.3 Krystalografická struktura

U vláken byla měřena změna krystalinity u neupraveného vzorku a vzorku upraveného mikrovlnným polem. Jde pouze o změnu krystalinity při použití různých výkonů. Krystalický podíl nebylo možné vypočítat, protože se nepodařilo dohledat hodnoty měrného skupenského tepla tání pro 100% krystalický polymer.

Hodnoty byly měřeny na přístroji Mettler Toledo DSC 1/700. Na analýzu byly dány vzorky PVA, PVB a PVP vždy bez úpravy a s úpravou.

Tabulka 3: Hodnoty měrného skupenského tepla tání (enthalpy of fusion)

Počet kondenzátorů/ výkon [W]	ΔH_m [J/g]		
	PVA	PVB	10% PVP
0/0	155	21	498
17/39,8	–	21	–
9/59,9	140	20	475

U PVA a PVP je z hodnot vidět, že s rostoucím výkonem klesá krystalinita. U PVB není žádný rozdíl mezi vzorkem vyrobeným bez mikrovln a s mikrovlnami.

Vzorky byly dány na analýzu pouze po jednom kuse, nešlo proto udělat žádné statistické vyhodnocení. Vzorků PVA a PVP vyrobených v podmínkách 39,8 W bylo malé množství a analýza nešla provést. Podrobnější zhodnocení vyžaduje značné množství experimentů, které je nutné provést v nějakém dalším projektu.

Grafy z difrakční skenovací kalorimetrie jsou na přiloženém CD.

2.6.4 Záznam zvlákňování z kamery

Pro zjištění, jak se chová Taylorův kužel uvnitř MT, byla v boku MT vyvrtána díra, kam byla následně umístěna HD kamera (Microsoft webkamera LifeCam Studio). Mohlo se tak sledovat, jestli mikrovlnné pole má vliv na trajektorii vláken.

Byl zvlákňován 10% PVP roztok při napětí 11 kV a průtoku 7 ml/hod. Počet zapojených kondenzátorů byl 17 (výkon 39,8 W).



Obrázek 30: Foto MT s upevněnou kamerou.

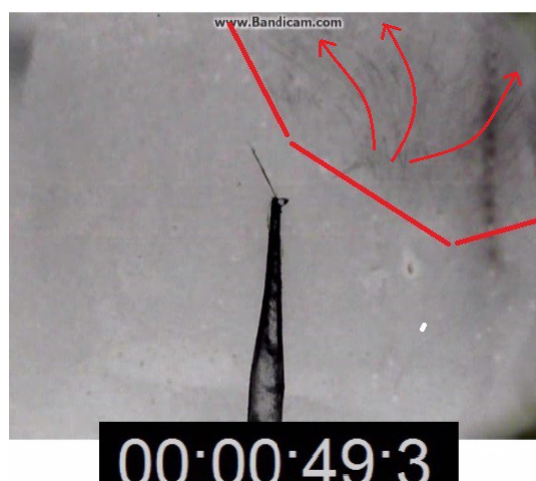


Obrázek 31: Vnitřek MT s vyvrtanou dírou pro kameru.

Po několika natáčeních se dalo vyzorovat, že při zapnutí pole začnou nabitá vlákna směřovat k nabíjecímu se kolektoru. Bez zapnutého pole jsou vlákna nesena přímo. U zapnuté MT létají ke kolektoru více „chaoticky“. Na přiloženém CD lze najít video o délce 75 s, kde se po 15 s střídá zapnuté a vypnuté mikrovlnné pole (prvních 15 s je bez pole).



Obrázek 32: Ukázka zvlákňování bez zapnutého mikrovlnného pole. Vlákna směřují přímo.



Obrázek 33: Ukázka zvlákňování se zapnutým mikrovlnným polem. Vlákna směřují nahoru k nabitému kolektoru.

Diskuze výsledků

Problematika interakce elektrického zvlákňování s elektromagnetickým polem není dosud v dostupných zdrojích nikde zdokumentována. Pro podobný experiment tak neexistuje žádné zařízení. V praktické části bylo takové zařízení sestaveno, a to s ohledem na dostupné materiálové zdroje a malé náklady.

Zvlákňovací zařízení bylo nutné umístit dovnitř mikrovlnného záření – do MT, aby došlo k přímému kontaktu mikrovlnného záření s procesem EZ. Použití MT jako zdroje elektromagnetického záření je v tomto případě poněkud obtížné, protože to s sebou přinášelo mnoho problémů. Prvním problémem je značná nehomogenita elektromagnetického pole, které bylo v diplomové práci zdokumentováno (na základě práce [11]). Z výsledků rozložení pole je zřejmé, že zvlákňovací elektroda je třeba umístit do středu vnitřního prostoru MT. Pro jednoduchost se však zprvu spinner umístil do otvoru po otočném talíři.

Z praxe je známo, že stěny zvlákňovacího zařízení musí být co nejdál od elektrody, aby elektricky neovlivňovaly působení kolektoru. Kolektor je v takové vzdálenosti, aby se na něm vlákna spolehlivě zachytávala. V případě použití MT jsou však stěny ve srovnatelné vzdálenosti jako kolektor, z toho plyne, že se zvlákňovací elektroda musela umístit tak, aby vlákna byla zachytávána na kolektoru a po celém prostoru MT. To značně ztížilo umístění spinneru. Tyto předpoklady vedou k umístění elektrody do středu MT, to však znamenalo, že vrcholek spinneru nemusí být umístěn v místě maxima intenzity pole. Proto byl vysloven předpoklad, že při průletu vláken prostorem MT přijdou vlákna do styku s vlněním, a případná změna se tudíž projeví.

Proces zvlákňování se nedal sledovat přímo, a to kvůli ochranné mřížce ve dveřích MT. Proces byl proto sledován pomocí HD kamery umístěné v otvoru v boku MT, který byl umístěný ve výšce konce zvlákňovací elektrody.

Problematické bylo též odstranění všech možných vlivů, které negativně ovlivňovaly proces zvlákňování. Např. proud vzduchu jdoucí z větracích otvorů ve stěně MT, který ovlivňoval ukládání nanovláken na kolektor. Proto bylo nutné otvory utěsnit. Dalším příkladem je zasychání spinneru, které se dalo vyřešit zvýšeným průtokem. To však zase znemožňuje porovnávání výsledků s ohledem na různé průtokové rychlosti.

Dalším problémem bylo určení výkonu mikrovlnného pole na špičce spinneru, a to kvůli značné nerovnoměrnosti elektromagnetického pole, která je dané odrazy vln od stěn.

Při měření výkonu uvnitř MT, v závislosti na počtu zapojených kondenzátorů v anodovém obvodu magnetronu, docházelo i ve vrstvě vody silné 1 cm k rozdílu teplot na dně a na hladině až o 2 °C.

Aby nedocházelo k přetěžování magnetronu a zkratům pole, musela být zvlákňovací elektroda z nevodivého materiálu. Bylo zvoleno sklo, kdy se ze skleněné trubičky se vytvářely pipety.

Ze zkušeností získaných při přípravě experimentu vyplývá, že optimální uspořádání musí být jiné. Bylo by vhodné použít např. otevřený magnetron v dostatečně velké Faradayově kleci, aby odrazy mikrovln neovlivňovaly rozložení pole v prostoru kolem zvlákňovací elektrody. Aby se dalo odhadnout množství energie působící v okolí spinneru, je také důležité přesně zmapovat rozložení mikrovlnného pole. V takto velkém prostoru by se následně dalo lépe sledovat ukládání vláken na kolektor či pohyb Taylorova kužele, jelikož by proces nebyl ovlivňován nabíječnými se stěnami.

Snímky ze SEM neprokázaly žádný signifikantní rozdíl mezi neupravenými a upravenými vlákny. Je však možné, že použitý výkon byl příliš nízký (viz [1], kde byl použit výkon 12 kW/kg). Proto by se v práci dalo pokračovat a vyzkoušet, zda s vyšším výkonem nedochází ke změnám na vzniklých vláknech. Také by se toto dalo vyzkoušet na širší škále polymerních roztoků. V této práci bylo vyzkoušeno jen několik polymerů z důvodů ověření funkčnosti takto postaveného zařízení a zjištění, zda mikrovlnné pole má vliv na morfologii vláken. Je možné, že s lépe připraveným experimentem, bude vliv elektromagnetického pole na vlákna prokazatelnější.

V práci [1] jsou mikrovlny použity na již hotová vlákna, a byl tak měněn podíl krystalické struktury ve vláknech. DSC analýza připravených vzorků neukázala velkou změnu a s vyšším výkonem krystalický podíl spíše klesal. To však znovu může být dáno příliš nízkým použitým výkonem.

Závěr

Tato práce přináší další pohled na proces EZ, který stále není zcela prozkoumán. Snahou bylo sestavit první experiment, kterým by se daly získat základní data o interakci EZ s elektromagnetickým polem, jelikož podobný experiment nebyl dosud nikde v literatuře zdokumentován.

Pro pokus, jako snadno dostupný zdroj elektromagnetického pole, byla použita mikrovlnná trouba, která byla pro experiment upravena. Následně se do ní vestavěla zvlákňovací elektroda, kterou byla skleněná tyčinka, a kolektor, který byl odizolovaný od stěn MT.

Následně se vytvořily vzorky bez mikrovlnného pole a s polem. Poté se vyrobené vzorky nechaly zanalyzovat na DSC a SEM. Dalšími vyhodnoceními byly změna ukládání vláken na kolektor a záznam z natáčení HD kamerou.

Výsledky neukázaly výrazný rozdíl mezi nanovláknými vytvořenými bez elektromagnetického pole a s polem. Na snímcích ze SEM je vidět, že vlákna mají podobnou strukturu i průměr, který však např. v případě 10% PVP s rostoucím výkonem klesal. Krystalinita vláken se také nijak výrazně nezměnila.

Vytvořená práce však nezmapovala veškeré možnosti a dalo by se v ní dále pokračovat. Bylo by možné sestavit experiment jinak (použití většího prostoru), vyřešit problém se zasycháním kapiláry, resp. s dávkováním polymerního roztoku. V práci byly také vyzkoušeny pouze 3 typy polymerů. Tudíž by se dal například vyzkoušet polyethylenglykol, který je ve vodě dobře rozpustný. Či polymery s aditivou – kovovými nanočásticemi. Polymery by se také mohly zvlákňovat při vyšším výkonu, kde je např. u 10% PVP vidět, že vrstva vláken byla rovnoměrnější. Také se se zvyšujícím výkonem snižoval průměr vláken.

Je zřejmé, že existují pozorovatelné důsledky interakce elektrického zvlákňování s vnějším elektrickým polem. Navrhuji uvedený problém interakce elektrického zvlákňování důkladně probádat na lépe připraveném experimentálním zařízení. Je samozřejmé, že náklady na takové zařízení budou výrazně vyšší, než náklady na mnou zhotovené zařízení popisované v diplomové práci.

Použitá literatura

- [1] OH, Hyun Ju, Song Hee HAN a Seong Su KIM. A novel method for a high-strength electrospun meta-aramid nanofiber by microwave treatment. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* [online]. 2014, **52**(12), 807–814. ISSN 1099-0488. Dostupné z: doi:10.1002/polb.23486
- [2] POKORNÝ, Pavel. *Analýza procesu elektrostatického zvlákňování a možnosti jeho řízení* [online]. Liberec: TUL, 2011. Dostupné z: <http://www.fm.tul.cz/document/297>
- [3] LIU, Yaqing, Xinping ZHANG, Younan XIA a Hong YANG. Magnetic-Field-Assisted Electrospinning of Aligned Straight and Wavy Polymeric Nanofibers. *Advanced Materials* [online]. 2010, **22**(22), 2454–2457. ISSN 1521-4095. Dostupné z: doi:10.1002/adma.200903870
- [4] BAGHERI, Habib a Hamed Piri-Moghadam and Soroush RASTEGAR. Magnetic and electric field assisted electrospun polyamide nanofibers for on-line μ -solid phase extraction and HPLC. *RSC Adv.* [online]. 2014, **4**(94), 52590–52597. ISSN 2046-2069. Dostupné z: doi:10.1039/C4RA04097J
- [5] HAMID, Nurfaizey, Jon STANGER, Nick TUCKER, Neil BUUNK, Alan WOOD a Mark STAIGER. Control of spatial deposition of electrospun fiber using electric field manipulation. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics.* 2014, **9**(1), 155–164. ISSN 1558-9250.
- [6] AYISSI EYEBE, Guy, Benoit BIDEAU, Naimi BOUBEKEUR, Éric LORANGER a Frédéric DOMINGUE. Environmentally-friendly cellulose nanofibre sheets for humidity sensing in microwave frequencies. *Sensors and Actuators B: Chemical* [online]. 2017, **245**, 484–492. ISSN 0925-4005. Dostupné z: doi:10.1016/j.snb.2017.01.130
- [7] SCHWENKE, Almut M., Stephanie HOEPPENER a Ulrich S. SCHUBERT. Synthesis and Modification of Carbon Nanomaterials utilizing Microwave Heating. *Advanced Materials* [online]. 2015, **27**(28), 4113–4141. ISSN 1521-4095. Dostupné z: doi:10.1002/adma.201500472
- [8] *FyzWeb - Jak funguje mikrovlnná trouba* [online]. Dostupné z: http://fyzweb.cz/clanky/index.php?id=44&id_casti=19
- [9] *Magnetrony* [online]. [vid. 2017-08-04]. Dostupné z: http://lucy.troja.mff.cuni.cz/~tichy/vfel/07_1.html
- [10] STARR, A. T. *Radiotechnika velmi krátkých vln.* Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1962.
- [11] BIOLEK, Michal. *Vývoj a konstrukce modelového zařízení mikrovlnné jednotky* [online]. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2006. Dostupné z: <http://digilib.k.utb.cz/handle/10563/1014>

- [12] WALDRON, Isaac. *Ring Resonator Method For Dielectric Permittivity Measurement of Foam* [online]. Worcester Polytechnic Institute. 2006. Dostupné z: <https://web.wpi.edu/Pubs/ETD/Available/etd-050306-164608/unrestricted/waldroni.pdf>
- [13] RGP BALLA – *Polysteren (PS) Balls* - [online]. [vid. 2017-11-13]. Dostupné z: <http://www.rgpballs.com/en/products/BALLS/QUICK-SELECTION/PLASTIC/polystyrene-ps-balls>
- [14] JALVANDI, Javid, Max WHITE, Yuan GAO, Yen Bach TRUONG, Rajiv PADHYE a Ilias Louis KYRATZIS. Polyvinyl alcohol composite nanofibres containing conjugated levofloxacin-chitosan for controlled drug release. *Materials Science and Engineering: C* [online]. 2017, **73**, 440–446. ISSN 0928-4931. Dostupné z: doi:10.1016/j.msec.2016.12.112
- [15] KURARAY. *Polyvinyl butyral of superior quality* [online]. Dostupné z: https://www.kuraray.eu/fileadmin/Downloads/pvb/Mowital_pioloform_broschuere_2013_17042013_low_quality_secured.pdf
- [16] PEER, Petra, Martin STENICKA, Vladimír PAVLINEK a Petr FILIP. The storage stability of polyvinylbutyral solutions from an electrospinnability standpoint. *Polymer Degradation and Stability* [online]. 2014, **105**, 134–139. ISSN 0141-3910. Dostupné z: doi:10.1016/j.polymdegradstab.2014.04.015
- [17] SIMONE, S., A. FIGOLI, A. CRISCUOLI, M. C. CARNEVALE, A. ROSSELLI a E. DRIOLI. Preparation of hollow fibre membranes from PVDF/PVP blends and their application in VMD. *Journal of Membrane Science* [online]. 2010, **364**(1), 219–232. ISSN 0376-7388. Dostupné z: doi:10.1016/j.memsci.2010.08.013

Přílohy

A. Úprava MT



Obrázek 34: Napojení větráku a přívodu proudu na jeden vypínač.



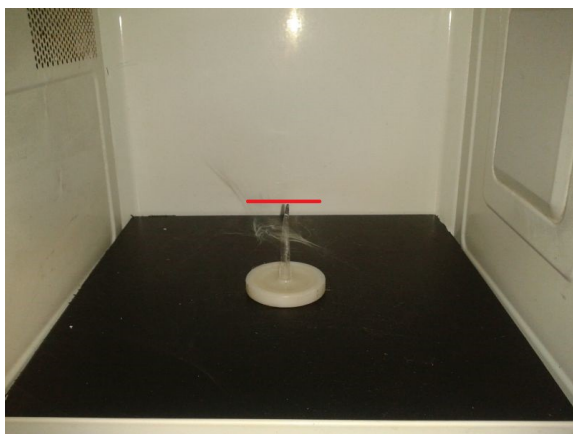
Obrázek 35: Vytažení kondenzátoru pomocí vysokonapěťových kabelů z MT.



Obrázek 36: Ukázka z měření teploty vody v Petriho misce.



Obrázek 37: Upevnění kolektoru ke stropu MT.



Obrázek 38: Rozdíl ve výšce spinneru oproti obr. 39– nízká poloha – zachytávání vláken na stěnách MT.

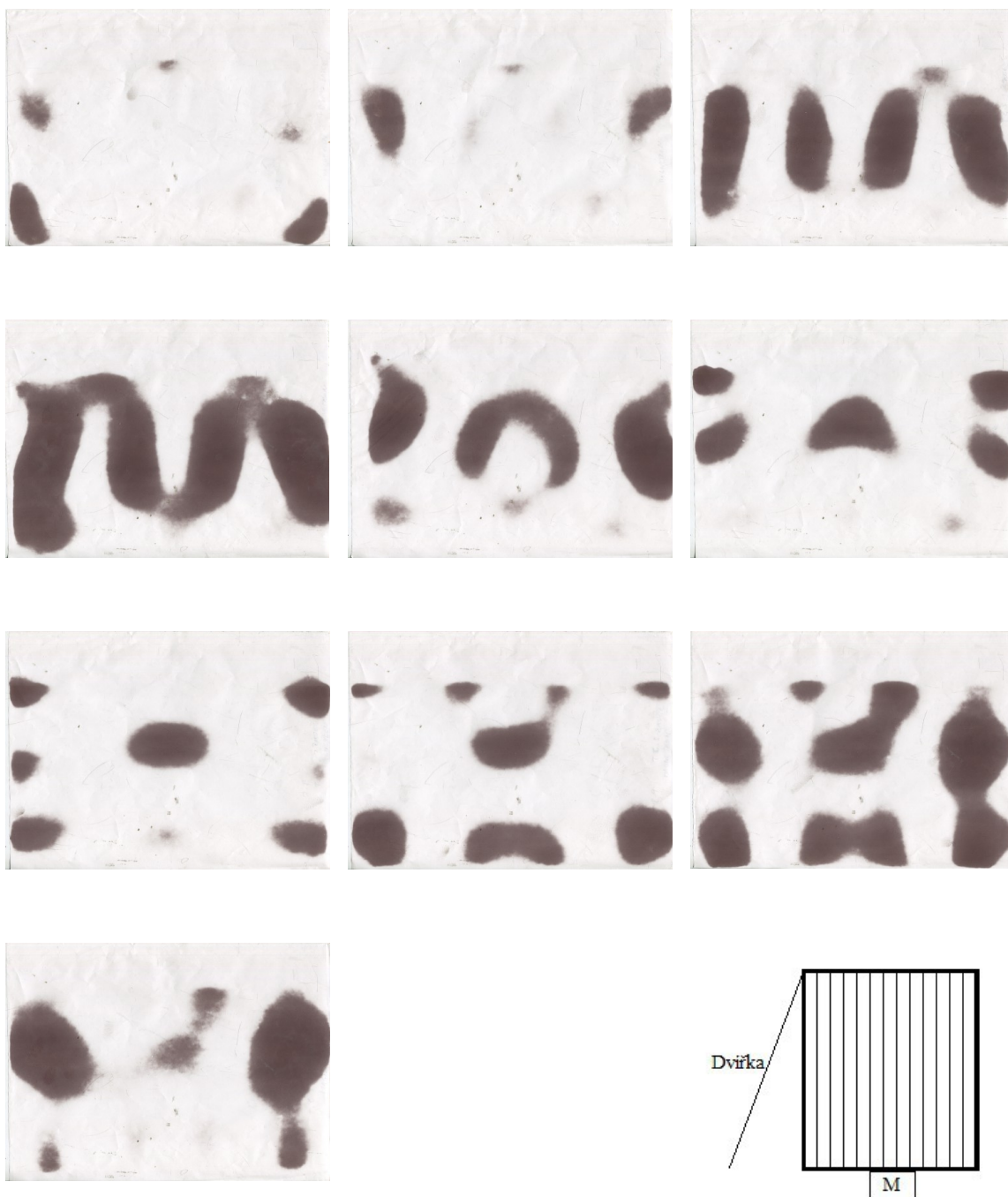


Obrázek 39: Rozdíl ve výšce spinneru oproti obr. 38– vyšší poloha – vlákna se zachytávají pouze na kolektoru.

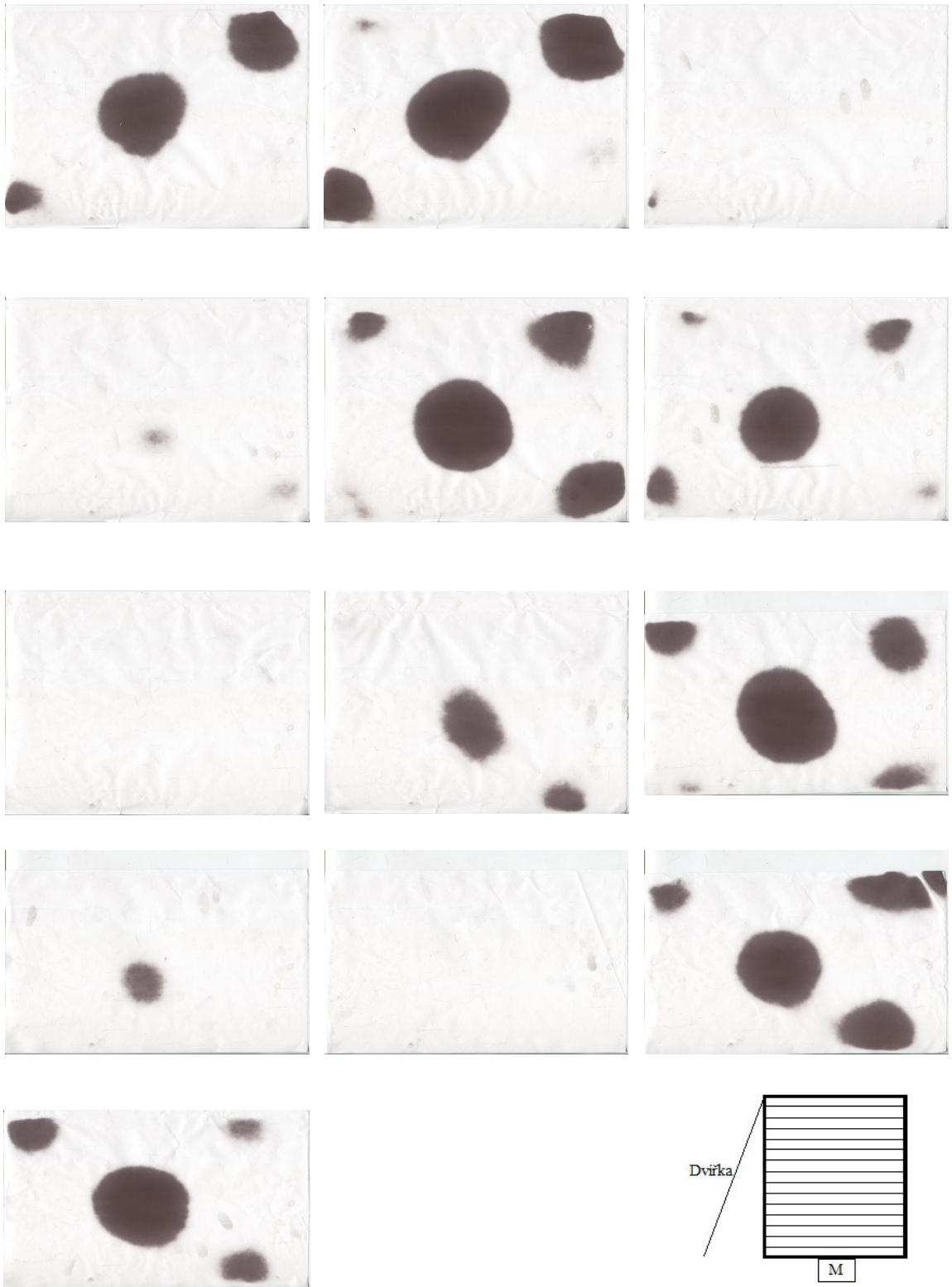


Obrázek 40: Zakrytí průduchů k ventilátoru.

B. Ukázky mikrovlnného pole na termocitlivém papíru

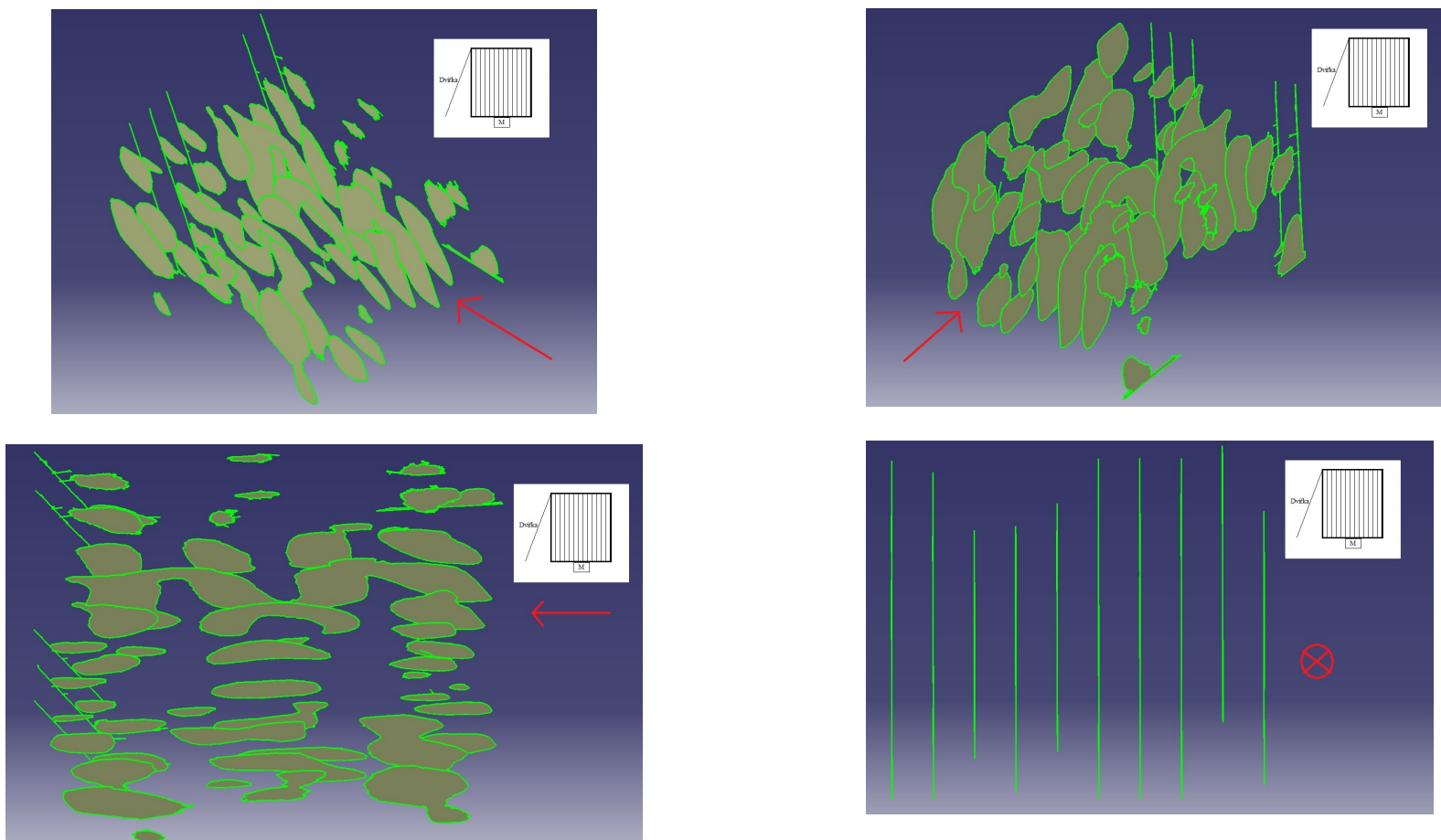


Obrázek 41: Jednotlivé vrstvy z mapování pole. Desky byly vzdálené 2 cm. Sled obrázků jde zleva doprava, shora dolů. První obrázek je nejbliže zadní stěně MT. Kladení polystyrenových desek ve vertikálním směru. Směr papíru je paralelní s průnikem vln. Pohled shora, M značí polohu magnetronu. Rozměry jednotlivých papírů byly $28,5 \times 21$ cm.

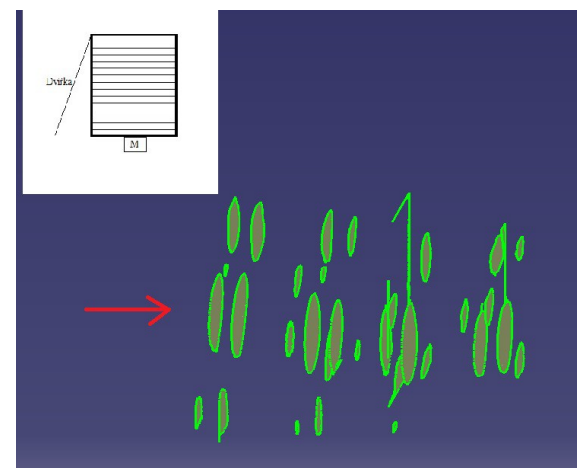
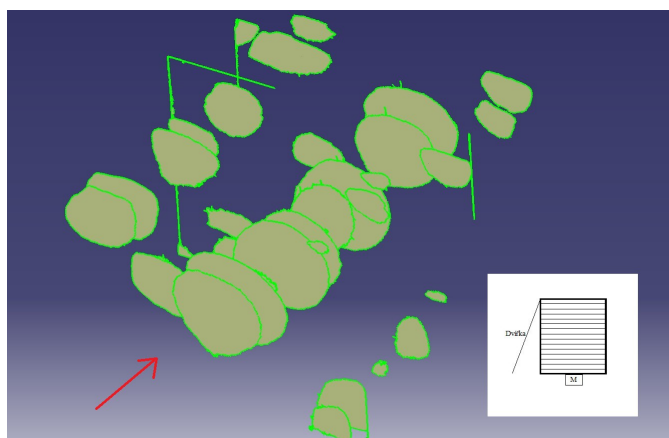
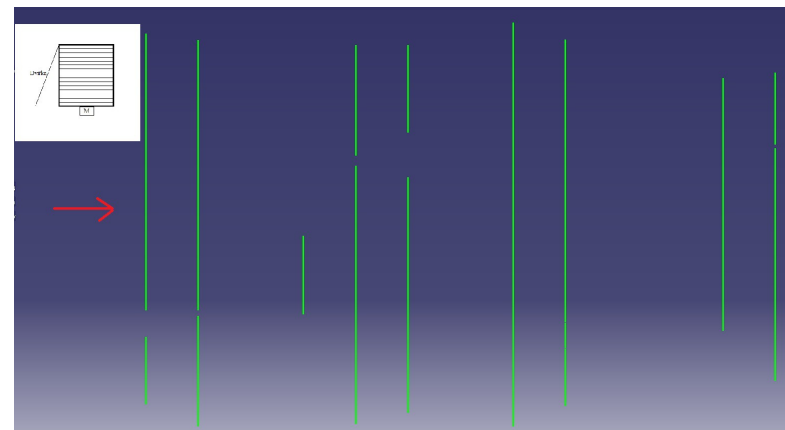
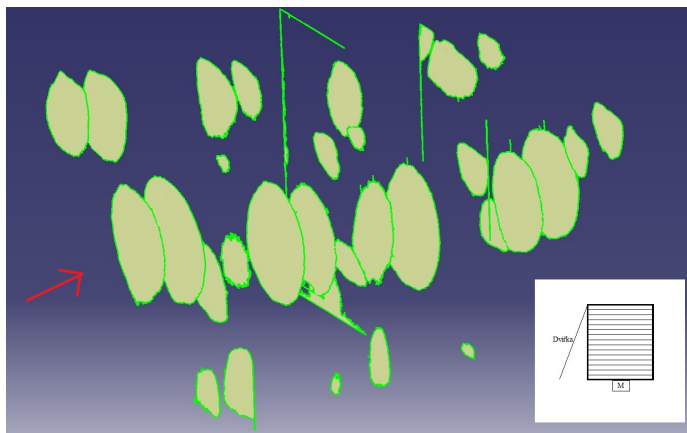


Obrázek 42: Jednotlivé vrstvy z mapování pole. Desky byly vzdálené 2 cm. Sled obrázků jde zleva doprava, shora dolů. První obrázek je nejbliže levé boční stěně MT. Kladení polystyrenových desek ve vertikálním směru. Směr papíru je kolmý na průřez vln. Rozměry jednotlivých papírů byly $28,5 \times 21$ cm.

C. 3D modely pole MT



Obrázek 43: 3D modely - kladení polystyrenových desek ve vertikálním směru. Směr papíru je paralelní s průřezem vln. M značí polohu magnetronu. Červená šipka značí směr mikrovln, resp. polohu magnetronu. U posledního obrázku je průřez mikrovln směrem do nákresny.



Obrázek 44: 3D modely - kladení polystyrenových desek ve vertikálním směru. Směr papíru je kolmý na průnik vln. Červená šipka značí směr mikrovln, resp. polohu magnetronu.

D. Tabulka hodnot pro závislost výkonu na počtu kondenzátorů

Tabulka 4: Tabulka hodnot pro závislost výkonu na počtu kondenzátorů

počet kondenzátorů	C [nF]	T1 [°C]	T2 [°C]	ΔT	Q [J]	t [s]	P[W]	ΔP [W]	m [kg]	cp [J/kg]
1	1000,0	23,7	39,8	16,1	13459,6	20	672,98	681,34	0,2	4180
		23,7	40,2	16,5	13794,0	20	689,70			
2	500,0	24,1	30,2	6,1	5099,6	20	254,98	263,34		
		23,8	30,3	6,5	5434,0	20	271,70			
3	333,3	23,8	30,5	6,7	5601,2	25	224,05	225,72		
		23,7	30,5	6,8	5684,8	25	227,39			
4	250,0	23,7	28	4,3	3594,8	30	119,83	129,58		
		23,6	28,6	5	4180,0	30	139,33			
5	200,0	23,6	29,8	6,2	5183,2	40	129,58	123,31		
		23,9	29,5	5,6	4681,6	40	117,04			
6	166,7	23,9	28,2	4,3	3594,8	45	79,88	86,39		
		24,1	29,1	5	4180,0	45	92,89			
7	142,9	23,7	28,5	4,8	4012,8	50	80,26	83,60		
		23,8	29	5,2	4347,2	50	86,94			
8	125,0	24	29,1	5,1	4263,6	55	77,52	79,80		
		24	29,4	5,4	4514,4	55	82,08			
9	111,1	24,1	27,8	3,7	3093,2	60	51,55	59,91		
		23,9	28,8	4,9	4096,4	60	68,27			
10	100,0	24	29,8	5,8	4848,8	70	69,27	63,30		
		24	28,8	4,8	4012,8	70	57,33			
11	90,9	24	29,4	5,4	4514,4	80	56,43	58,52		
		24	29,8	5,8	4848,8	80	60,61			
12	83,3	24	29,7	5,7	4765,2	90	52,95	52,02		
		24	29,5	5,5	4598,0	90	51,09			
13	76,9	24	29,8	5,8	4848,8	100	48,49	46,40		
		24	29,3	5,3	4430,8	100	44,31			

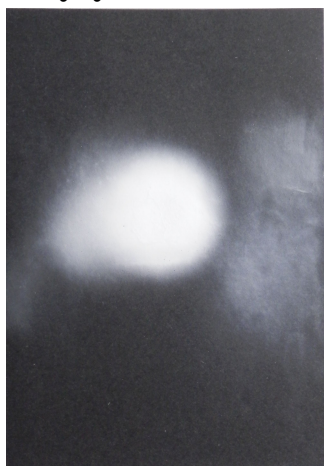
14	71,4	23,9	29,3	5,4	4514,4	120	37,62	39,01		
		23,9	29,7	5,8	4848,8	120	40,41			
15	66,7	23,9	29,5	5,6	4681,6	135	34,68	32,51		
		23,8	28,7	4,9	4096,4	135	30,34			
16	62,5	23,9	29	5,1	4263,6	150	28,42	28,15		
		23,7	28,7	5	4180,0	150	27,87			
17	58,8	23,7	32,2	8,5	7106,0	150	47,37	39,85		

E. Ukázka z tabulky vzorků polymerů

Polymer	Čas [min]	Pole [počet kondenzátorů]	Napětí [kV]	Proud (napěťový zdroj) [mA]	Vzdálenost kolektor – elektroda [cm]	Průtok [ml/hod]	b	poznámky
PA 6-12%, mravenčí:kresol 1:1	2	bez pole	15,5	malý*	9,5	5	PA_0a	
PA 6-12%, mravenčí:kresol 1:1	1,5	9	15,5	malý	9,5	10	PA_9a	
PA 6-12%, mravenčí:kresol 1:1	4	bez pole	15,5	malý	9,5	10	PA_0b	
PA 6-12%, mravenčí:kresol 1:1	4	9	15,5	malý	9,5	15	PA_9b	
PVA 12%	5	bez pole	17	0,006	–	1	PVA_0a	
PVA 12%	5	17	17	0,005	–	2	PVA_17a	
PVA 12%	5	bez pole	17	0,005	–	2	PVA_0b	
PVA 12%	3	bez pole	17	0,005	–	2	PVA_0c	
PVA 12%	2	9	17	0,005	–	2	PVA_9a	zkrat, vystříknutí
PVA 12%	3	9	17	0,004	–	3	PVA_9b	
PVA 12%	3	bez pole	20	0,007	–	2	PVA_0d	
PVA 12%	3	9	20	0,007	–	3	PVA_9c	
PVA 12%	3	bez pole	11,4	0,001	–	0,5	PVA_0e	
PVA 12%	3	9	11,4	malý	–	1	PVA_9d	
PVA 12%	3	9	15	0,002	–	4	PVA_9e	
PVA 12%	3	9	20	0,004	–	4	PVA_9f	

*malý proud značí proud o hodnotě 0,001 mA a menší. Celou tabulku lze najít na příloženém CD

F. Fotografie vláken na kolektoru – rozdíl mezi pokusy bez zakrytých děr od větráku a se zakrytými



Obrázek 45: Vzorek PVB-0d – bez pole, střed uložených vláken je, až na drobné odchylky, ve středu černého podkladového papíru.



Obrázek 46: Vzorek PVB-17a – s polem, výkon 39,8 W, bez zakrytých děr, resp. s větrem od ventilátoru. Vlákna jsou po celé ploše podkladového papíru.

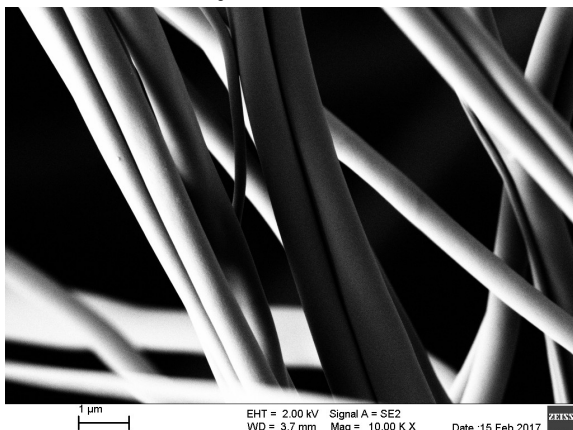


Obrázek 47: Vzorek PVP10-0d – bez pole, vlákna jsou uložena na jednom místě.

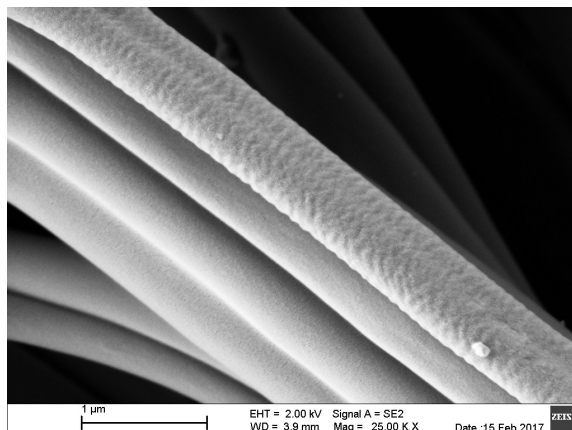


Obrázek 48: Vzorek PVP10-5b – výkon 123,3 W vzorek s polem, se zakrytými děrami. Vlákna jsou uložena na jednom místě ne po celém papíru.

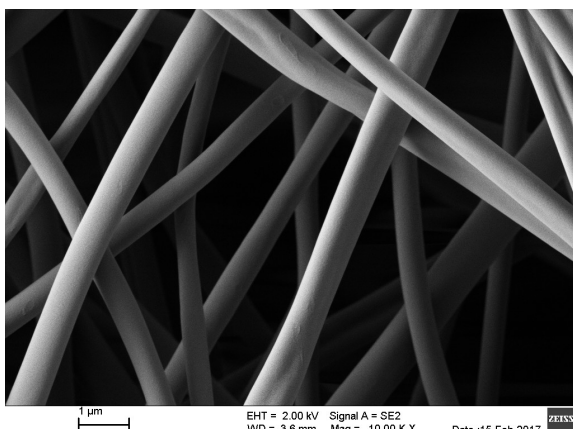
G. Snímky ze SEM



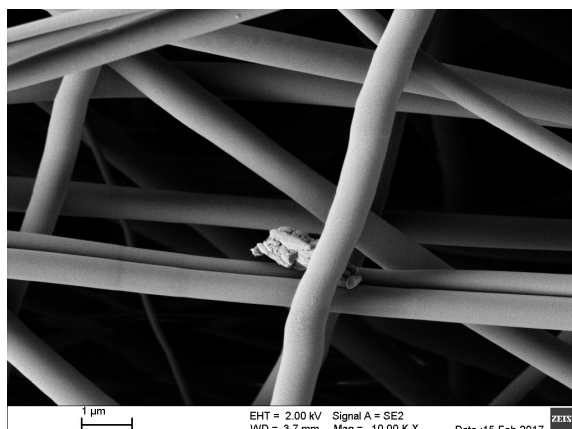
Obrázek 49: Vzorek PVP10-0c, bez pole, měřítko 1 μ.



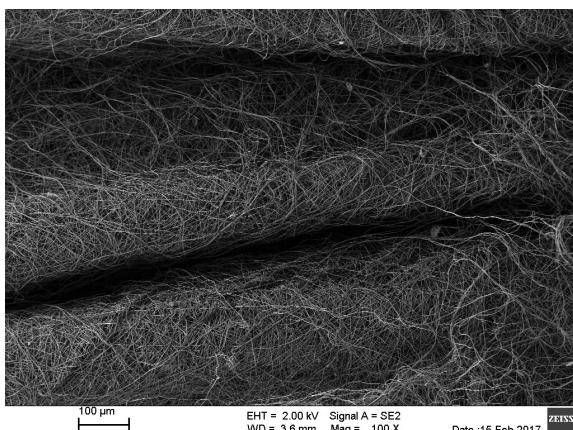
Obrázek 50: Vzorek PVP10-5b, výkon 123,3 W, měřítko 1 μ.



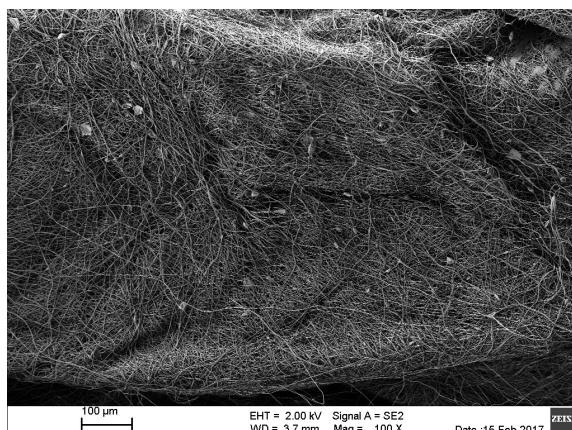
Obrázek 51: Vzorek PVP10-9b, výkon 59,9 W, měřítko 1 μ.



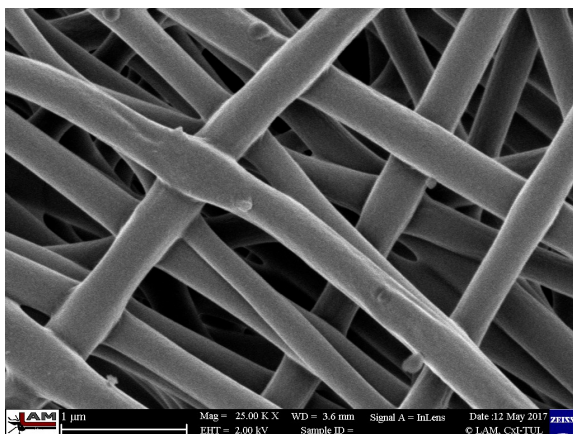
Obrázek 52: Vzorek PVP10-17a, výkon 39,8 W, měřítko 1 μ.



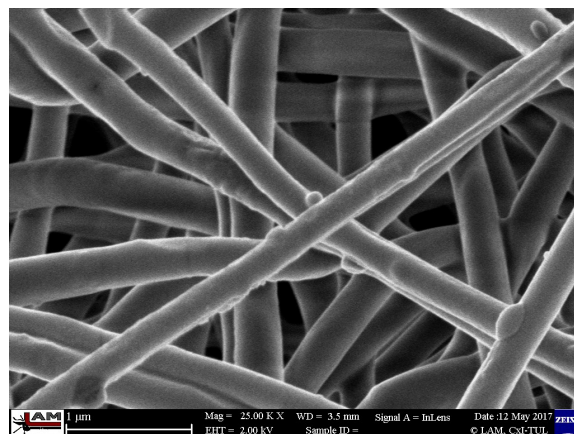
Obrázek 53: Vzorek PVP10-9b, výkon 59,9 W, měřítko 100 μ.



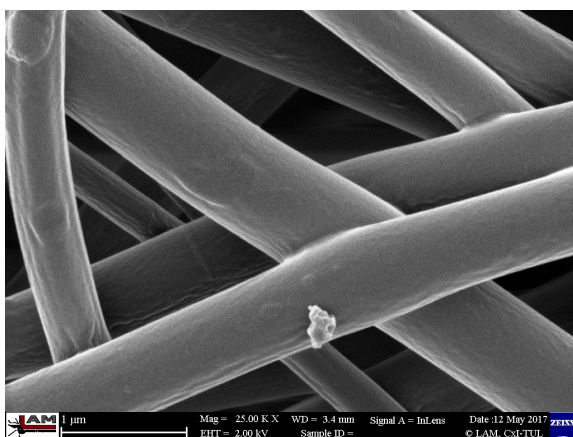
Obrázek 54: Vzorek PVP10-17a, výkon 39,8 W, měřítko 100 μ.



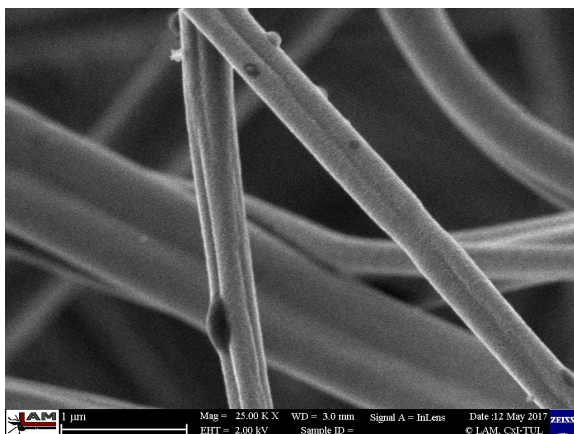
*Obrázek 55: Vzorek PVA-0d, bez pole,
měřítko 1 μm .*



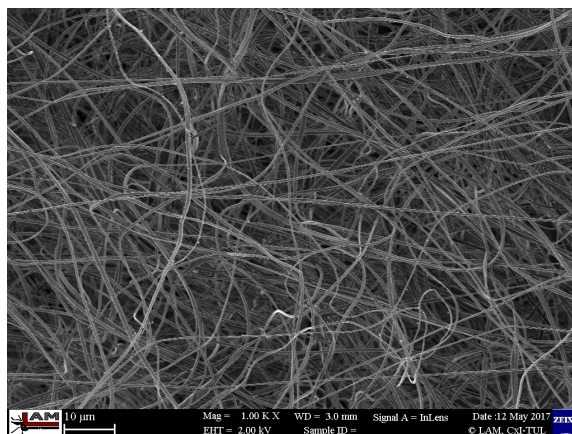
*Obrázek 56: Vzorek PVA-9b, výkon 59,9 W,
měřítko 1 μm .*



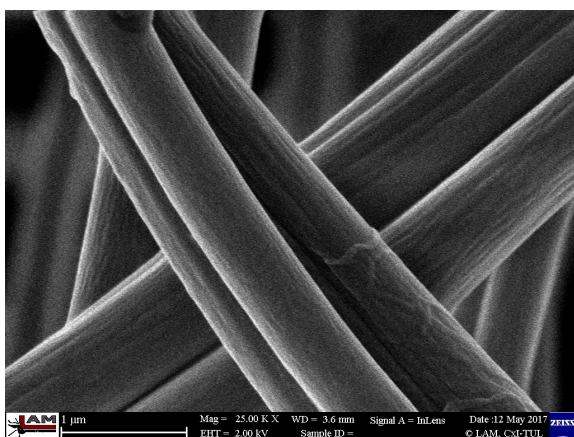
*Obrázek 57: Vzorek PVA-17a, výkon
39,8 W, měřítko 1 μm .*



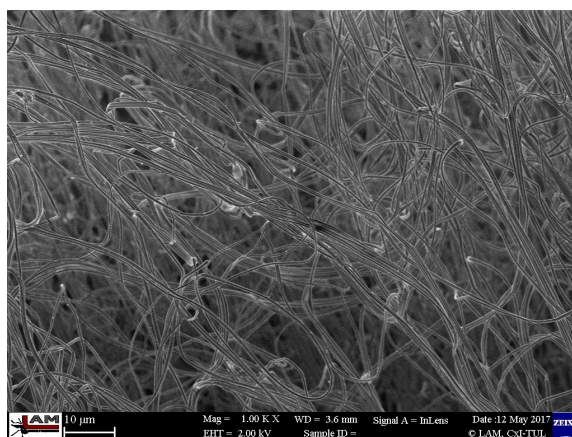
Obrázek 58: Vzorek PVB-0c, bez pole,
měřítko 1 μm .



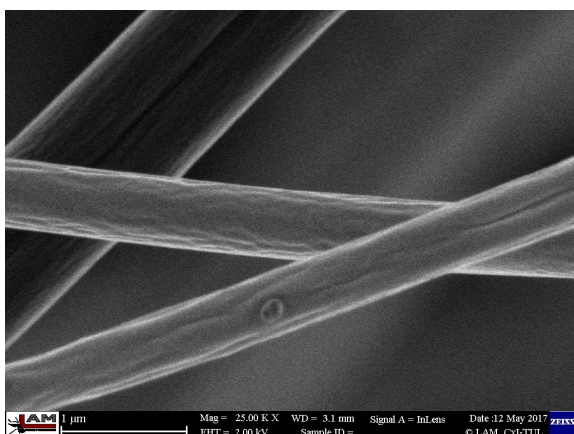
Obrázek 59: Vzorek PVB-0c, bez pole,
měřítko 10 μm



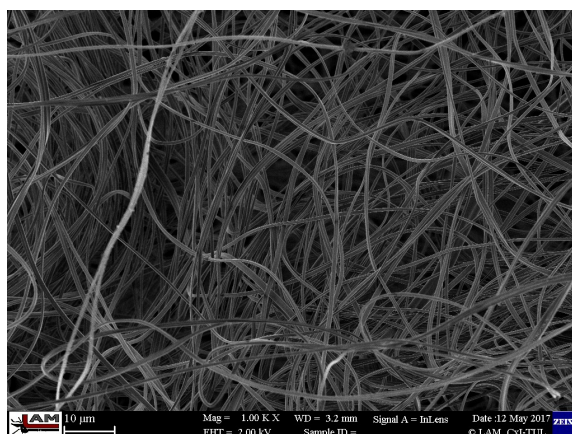
Obrázek 60: Vzorek PVB-9f, výkon 59,9 W,
měřítko 1 μm .



Obrázek 61: Vzorek PVB-9f, výkon 59,9 W,
měřítko 10 μm



Obrázek 62: Vzorek PVB-17c, výkon
39,8 W, měřítko 1 μm .



Obrázek 63: Vzorek PVB-17c, výkon
39,8 W, měřítko 10 μm