



Vliv sběrnice na hladinové elektrostatické zvlákňování

Diplomová práce

Studijní program: N3106 – Textilní inženýrství

Studijní obor: 3106T018 – Netkané a nanovláknenné materiály

Autor práce: **Bc. Tomáš Kyselák**

Vedoucí práce: Ing. Jiří Chvojka, Ph.D.





TECHNICAL UNIVERSITY OF LIBEREC
Faculty of Textile Engineering ■

Effect of collecting electrode on free surface electrospinning

Master thesis

Study programme: N3106 – Textile Engineering
Study branch: 3106T018 – Nonwoven and Nanomaterials
Author: **Bc. Tomáš Kyselák**
Supervisor: Ing. Jiří Chvojka, Ph.D.



ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Tomáš Kyselák**
Osobní číslo: **T15000525**
Studijní program: **N3106 Textilní inženýrství**
Studijní obor: **Netkané a nanovláknenné materiály**
Název tématu: **Vliv sběrnice na hladinové elektrostatické zvlákňování**
Zadávací katedra: **Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů**

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

- 1) Vypracování rešerše na princip elektrostatického zvlákňování a druhy technologií.
- 2) Rozdíl mezi kontaktní a nekontaktní sběrnou elektrodou.
- 3) Konstrukce nekonečného pásu a jeho parametry.
- 4) Zvlákňování na nekonečném pásu a vytvoření vzorků.
- 5) Porovnání technologií.

Rozsah grafických prací: **dle potřeby dokumentace**

Rozsah pracovní zprávy: **40-60 dle potřeby**

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

Seznam odborné literatury:

1. Lukas D. and kol.: **Physical principles of electrospinning (Electrospinning as a nano-scale technology of the twenty-first century)**, Textile Progress Vol.41, No.2, 2009, pp. 59-140, ISSN 0040-5167
2. Ramakrishna, S. Fujihara, K. Teo, W. et al. **An Introduction to Electrospinning and Nanofibers**. 2005, ISBN 9812564543.
3. A. Richter, J. Odvárka, M. Maršálková, TU Liberec: **Způsob měření anizotropie elektrické rezistivity materiálů a zařízení k jeho provádění**, patent PV 2003-2885, PS 3393CZ, 21.10.2003
4. Chu, Benjamin, Benjamin S. Hsaio, and Dufei Fang. **"Apparatus for electro-blowing or blowing-assisted electro-spinning technology and process for post treatment of electrospun or electroblown membranes."** U.S. Patent Application No. 12/236,011.
5. Dalton, Paul D., Doris Klee, and Martin Möller. **"Electrospinning with dual collection rings."** Polymer 46.3 (2005): 611-614.
6. Zander, Nicole E. **"Hierarchically structured electrospun fibers."** Polymers 5.1 (2013): 19-44.
7. Ali, Usman, et al. **"Electrospinning of continuous nanofiber bundles and twisted nanofiber yarns."** NanofibersProduction, Properties and Functional Applications (2011): 153.

Vedoucí diplomové práce: **Ing. Jiří Chvojka, Ph.D.**


Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů

Datum zadání diplomové práce: **13. října 2017**

Termín odevzdání diplomové práce: **4. května 2018**



Ing. Jana Drašarová, Ph.D.
děkanka



prof. RNDr. David Lukáš, CSc.
vedoucí katedry

V Liberci dne 13. října 2017

Prohlášení

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

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

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

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

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

Datum:

Podpis:

Poděkování

Rád bych poděkoval vedoucímu mé diplomové práce Ing. Jiřímu Chvojkovi Ph.D. za odborné vedení, podnětné rady, připomínky a vstřícné jednání při tvorbě a zpracování diplomové práce. Vřelé poděkování patří také Ing. Radimu Křenkovi Ph.D. za spolupráci a odborné konzultace. Dále firmě Elmarco s.r.o. za zadání výzkumného projektu a umožnění jeho zpracování. V neposlední řadě patří velké poděkování mé rodině za podporu v průběhu studia.

Anotace

Předkládaná/Diplomová práce se zabývá testováním vlivu různých podkladových materiálů na dvou druzích kolektorů. V práci došlo k vytvoření vzorků kombinací nanovláken, netkaných materiálů popřípadě fólií. Na základě zpracovaných vzorků byly vyhodnoceny plošné hmotnosti, prodyšnost a následně vytvořeny mikroskopické snímky. U vzorků byly zpracovány průměry vláken a jejich morfologie. Zrealizované metody vyhodnocení odhalily rozdíly mezi použitými kolektory a jejich následný vliv na různé podkladové materiály.

Klíčová slova

speciální kolektory, nekonečný pás, elektrostatické zvlákňování, nanovlákná, elektroizolant, elektroizolační kompozit, netkané textilie, polyimid, polyethylenimin, polybenzimidazol

Annotation

The present / Diploma thesis deals with the testing of the influence of various underlying materials on two types of collectors. In the work, samples were made using combinations of nanofibres, non-woven materials or foils. Based on the processed samples, weights and breathability were evaluated and then microscopic images were created. The fiber diameters and their morphology were processed in the samples. The realized evaluation methods revealed the differences between the used collectors and their subsequent influence on the different substrates.

Key Words

special nonconductive, endless belt, electrospinning, nanofibers, nonwoven, polyimid, polyethylenimin, polybenzimidazol,

Seznam zkratk

Folie	slídový elektroizolační materiál (epoxidová, skleněná vlákna a slída)
kV	kilovolt
mA	miliampér
Mw	hmotnostně střední molární hmotnost
N	newton
SEM	rastrovací elektronový mikroskop
wt %	hmotnostní procento
PU	polyuretan
PID	polyimid
PEI	polyethylenimin
PBI	polybenzimidazole
DMF	dimethylformamid
DMAc	dimethylacetamid
EA	ethylacetat
PVC	polyvinylchlorid
PA	polyamid
PE	polyethylen
PES	polyester
OptoNS	zařízení umožňující sledování procesu okem nebo optoelektronickým systémem

OBSAH

Seznam tabulek.....	9
Seznam obrázků	10
ÚVOD	11
1 TEORETICKÁ ČÁST	13
1.1 Historie elektrostatického zvlákňování	13
1.2 Nanovlákná.....	15
1.3 Popis elektrostatického zvlákňování	16
1.4 Použité polymery	17
1.4.1 Polyimid (PID).....	17
1.4.2 Polyethylenimin (PEI)	18
1.4.3 Polybenzimidazol (PBI).....	19
1.4.4 Polyuretan (PU)	19
1.5 Podkladové materiály	20
1.5.1 Elektroizolační folie.....	20
1.5.2 Netkané textilie	20
1.6 Zařízení Nanospider	21
1.6.1 Koróna	23
1.7 Přehled používaných kolektorů	23
1.7.1 Otočný válec	23
1.7.2 Rotační kotouč	24
1.7.3 Statický plochý kovový kolektor	25
1.7.4 Speciální kolektor s měděným hřebenem	26
1.8 Nekonečný pás.....	27
1.8.1 Druhy materiálu nekonečného pásu a jejich spoje.....	28
1.8.2 Nekonečný pás při výrobě papíru	29
1.8.3 4Spin/Contipro.....	29
1.9 Melt-blown	30
2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	31
2.1 Povláknění elektroizolačních folií	31
2.1.1 Optimalizace zvlákňování roztoků polymeru PU, PID a PEI.....	31

2.1.2	Zvlákňování roztoku polymeru PID	33
2.1.3	Zvlákňování roztoku polymeru PBI	34
2.1.4	Porovnání kolektorů.....	35
2.1.5	Vyhodnocení plošné hmotnosti vzorků	37
2.1.6	Porovnání snímků z rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM)	37
2.1.7	Vyhodnocení elektroizolačních vlastností.....	39
2.2	Porovnání netkaných textilií.....	40
2.2.1	Zvlákňování polymerního roztoku PU	41
2.2.2	Strunová sběrná elektroda.....	41
2.2.3	Kontaktní sběrná elektroda – nekonečný pás	41
2.2.4	Vyhodnocení parametrů.....	42
2.2.5	Porovnání výsledků použitých kolektorů	43
2.2.6	Porovnání výsledků s průměry vláken.....	44
2.2.7	Optické porovnání snímku ze SEM.....	45
3	CHARAKTERISTIKA PROUDŮ VYSOKÉHO NAPĚTÍ.....	49
4	DISKUSE VÝSLEDKŮ	51
5	ZÁVĚR	52
6	LITERATURA.....	54
7	PŘÍLOHY.....	58

SEZNAM TABULEK

Tabulka 1: Nastavení zařízení pro (PID)	34
Tabulka 2: Porovnání plošné hmotnosti (PID)	34
Tabulka 3: Nastavení zařízení pro (PBI)	35
Tabulka 4: Porovnání plošné hmotnosti (PBI)	35
Tabulka 5: Nastavení zařízení pro roztok polymeru (PID, PBI)	36
Tabulka 6: Průměr průměrů vláken	45
Tabulka 7: Identifikace podkladů	50

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obrázek 1: Schéma elektrostatického zvlákňování	17
Obrázek 2: Polymer Polyimid.....	18
Obrázek 3: Polymer polyethylenimin	18
Obrázek 4: Polymer polybenzimidazol.....	19
Obrázek 5: Schéma sběrné elektrody (otočný válec).....	24
Obrázek 6: Schéma sběrné elektrody (rotační kotouč).....	25
Obrázek 7: Schéma sběrné elektrody.....	26
Obrázek 8: Schéma sběrné elektrody měděného hřebenu	27
Obrázek 9: Schéma nákresu konstrukce sběrné elektrody.....	28
Obrázek 10: Kontaktní elektroda 4spin	30
Obrázek 11: Snímek (SEM) nanovláken roztoku PEI.....	33
Obrázek 12: Snímky PID, zvětšení 5000x (SEM).....	37
Obrázek 13: Snímek PID, zvětšení 600x (SEM)	38
Obrázek 14: Snímky PBI, zvětšení 600x (SEM)	38
Obrázek 15: Snímky porovnání PID a PBI.....	39
Obrázek 16: Optické porovnání nanovláknenné vrstvy.....	42
Obrázek 17: Podklad JNC, zvětšení 600x (SEM).....	45
Obrázek 18: Podklad Lydall, zvětšení 600x (SEM)	46
Obrázek 19: Podklad Reemay, zvětšení 150x (SEM).....	46
Obrázek 20: Podklad Pegatex S, zvětšení 600x (SEM).....	47
Obrázek 21: Podklad Pegatex S nevodivý, zvětšení 150x (SEM).....	47
Obrázek 22: Podklad Pegatex S, zvětšení 5000x (SEM).....	48
Obrázek 23: Schéma testování podkladových materiálů	49

ÚVOD

Výroba nanovláken je v dnešní době již běžnou záležitostí, avšak není zcela znám vliv kolektorů na podkladové materiály při použití různých polymerních roztoků. Na základě této skutečnosti se vynalézají nové modifikace nanovláčkových struktur nebo kompozitních materiálů.

Tato práce by měla objasnit vliv sběrné elektrody na podkladové materiály. Pro zjištění vlivu sběrné elektrody na podkladové materiály byl zrealizován pokus, při kterém bylo velmi zajímavé porovnání konvenční strunové sběrné elektrody proti kontaktní sběrné elektrodě ve formě nekonečného pásu. Na tyto kolektory byla vybrána různá škála podkladových materiálů. Prvními materiály byly elektroizolanty, na které měly být nanovláčkovány polymerní roztoky polyimidu a polyethyleniminu ve formě nanovláken. Tyto polymery mají speciální vlastnosti, kterých bylo při výzkumu využito. Výše popsáný výzkum elektroizolantů byl zrealizován na základě podnětu TUL z Katedry netkaných textilií.

Druhý výzkumný experiment v diplomové práci byl porovnání netkaných textilií od různých výrobců. Netkané textilie byly použity na obou sběrných elektrodách. Pro vysokou výrobnost i za vyšší rychlosti podkladových materiálů byl vybrán polymerní roztok polyuretanu. Tím byla lepší manipulace s nanovláčkovou vrstvou při vyhodnocování. Tento experiment by měl prokázat vliv různé sběrné elektrody na proces zvláčkování, ovlivňování orientace nanovláken a jejich ukládání na podkladový materiál. Zvláčkovací proces nám kladně nebo záporně ovlivní sběrná elektroda za použití různých podkladových materiálů od vodivých až k nevodivým netkaným podkladům. Nastavení zařízení pro zvláčkovací proces bude stejné pro všechny podkladové materiály a i pro sběrné elektrody. Porovnání výzkumu na shodně nastaveném zařízení by mělo dodat přesnější výsledky, než kdyby se nastavení zařízení měnilo. Proto bude použit jeden polymerní roztok pro všechny experimenty v této části. Vyhodnocení nanovláčkových vrstev bude provedeno měřením prodyšnosti a odebráním plošné hmotnosti. Výsledky budou zpracovány

do tabulek a grafů. Zjištěné hodnoty budou mezi sebou porovnány. Poté bude zjištěn vliv sběrnice a podkladové materiály na nanovlákná.

Přínosem této práce bude především nástin poznatků v této oblasti pro možné budoucí rozšíření v experimentální části práce. Mohla by poukázat, jaké vlivy se dějí mezi podkladovými materiály a použitým polymerním roztokem za použití různé sběrné elektrody.

1 TEORETICKÁ ČÁST

Výroba kompozitních materiálu s nanovláknem se v dnešní době využívá čím dál více. Proto je vývoj v oblasti nanovláken potřeba prohlubovat. K dosahování nových výsledků a pokorování cílů se využívá nekonvenčních materiálů, dále vytváření nových struktur a jiná ukládání nanovláken na podkladové textilie. Světové firmy vyrábějící zařízení pro výrobu nanovláken se snaží podporovat vývoj v této oblasti a posouvat dnešní hranice v oboru nanovláken.

Cílem této práce je otestování různých podkladových materiálů s elektrostatickým zvlákňováním, porovnání klasického strunového kolektoru s nekonečným pohyblivým polyuretanovým pásem. Při testování podkladových materiálů byla použita škála polymerních roztoků. U těchto roztoků byly předem zjištěny poměry rozpouštědel a polymerů. Tato diplomová práce se nebude zabývat různou koncentrací polymerních roztoků.

1.1 Historie elektrostatického zvlákňování

Historie počátků elektrostatického zvlákňování se datuje od roku 1600. Objev uskutečnil anglický fyzik a filozof Williem Gilbert ve své výzkumné práci „*De Magnete, Magneticisque Corporibus, et de Magno Magnete Tellure*“. Jeho výzkum spočíval v deformování kapalinového tělesa elektrostatickým polem (Gilbert, 1956). William James Morton si v roce 1902 ve své práci „*Method of dispersing fluids*“ patentoval svůj vynález. Vynález W. J. Mortona objasnil princip fungování elektrostatického zvlákňování, kdy polymerní roztok vytváří výboj mezi zápornou a kladnou elektrodou. Vysoké napětí je přiváděno do obou elektrod, které jsou propojeny. Kolektor, který zachytává nanovláknem je ve formě kovového řetězu. Toto zařízení bylo i patentováno US Patent, Seriál No. 705,691, July 29, 1902 (Morton, 1902). Jean – Anton Nollet a jeho práce byla představena v roce 1749. Ve své práci publikoval, jak se nabitý proud vody rozpadá. V roce 1748 vynalezl jeden z prvních elektroměrů. W.J. Morton se této problematice věnoval vysokou měrou, v 19. století přispěl svou další prací s nadčasovou myšlenkou jehlového a bezjehlového elektrostatického zvlákňování.

Polymerní roztok nazýval kompozitní kapalina (Lukáš, D., A. Sarkar, L. Martinová, 2009).

Objev principu dnešního elektrostatického zvlákňování datujeme do roku 1911, uskutečnil jej česko-americký fyzik John Zelený. Ve své práci, kterou publikoval v roce 1914, se zabýval chováním kapek kapaliny na kovových kapilárách. V jeho experimentu zjistil, že z kovových hrotů vznikají vybíjecí jevy. Objasn timer, že proud z kovových hrotů zvyšuje potenciál, při kterém nastalo vybíjení a dochází k tvorbě velmi jemných vláken. Vynález Antona Formhalse ukazuje tvorbu jemných nanovláken pomocí bubnu (kolektor) a ozubeného kola, které se otáčí v lázni s polymerním roztokem, nanovlákn timer kontinuuálně odváděna. Jeho patent se netýká elektrostatického zvlákňování (Lukáš, D., A. Sarkar, L. Martinová, 2009).

Společnost Donaldson se zabývá touto problematikou, vyvíjí produkty s obsahem nanovláken v oblasti filtrace ochrany proti bakteriím. V roce 1981 byl uveden první komerční produkt s obsahem nanovláken. Jednalo se o patentované výrobky Ultra-Web (filtry na prach), Spider-Web (filtry v letectví v turbínách), Donaldson Endurace™ (vzduchové filtry pro namáhané motory) (Lukáš, D., A. Sarkar, L. Martinová, 2009).

V roce 2003 profesor Jirsák a jeho kolegové uvedli na trh průmyslové zařízení pro výrobu polymerních nanovláken pomocí elektrostatického zvlákňování. Název patentu je (WO2005024101) „*A Method of Nanofibres Production from A Polymer Solution Using Electrostatic Spinning and A Device for Carrying out The Method*“. Metoda je založená na využívání brodicího válečku v polymerním roztoku a záporné proti-elektrodě. Výše popsany patent využívala firma Elmarco s.r.o. pro 1. generaci Nanospider™. Ve zpracování byly používány tři typy elektrod, a to: trn; rotační válcová; drátová, která je využívána dodnes. (Lukáš, D., A. Sarkar, L. Martinová, 2009).

V současnosti se pro průmyslovou výrobu nanovláken využívá elektroda s rozměry 50 – 800 nm 2. generace technologie Nanospider™. K zvlákňování je používán polymerní roztok. Jsou používány polymerní roztoky, které jsou rozpustné

ve vodě, nebo v organických a anorganických rozpouštědlech. Dnes se pro průmyslovou výrobu využívá drátová elektroda. Zvláknovací šíře elektrody se pohybuje od 300 milimetrů do 2000 milimetrů. Nanovláknna jsou sbírána podkladovým materiálem, kterým může být různá netkaná vodivá nebo nevodivá textilie, papír, folie a jiné materiály (Lukáš, D., A. Sarkar, L. Martinová, 2009).

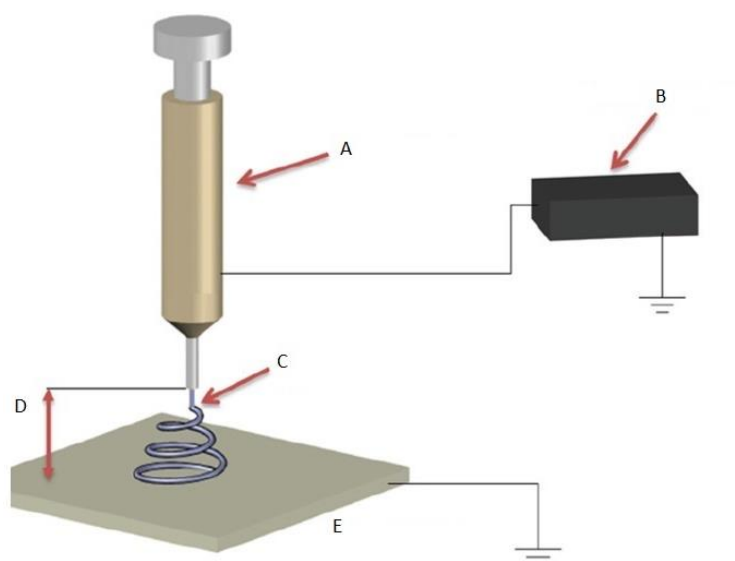
Teoretickým popisům elektrovláknování se věnoval anglický fyzik Lord Rayleigh – John William Strutt, 3. baron Rayleigh. Zkoumal tvary kapek a počítal limitní náboj, který způsoboval nestabilitu kapky. Dalšími, kdo tvořil výzkum a sepsal teoretický popis elektrostatického zvláknování, byli J. Doshi, Darrell H. Reneker, G. Srinivasan, I. Chun. Tito vědci zvlákneli několik druhů polymerních materiálů a popsali jejich vlastnosti (Lukáš, D., A. Sarkar, L. Martinová, 2009).

1.2 Nanovláknna

Nanovláknna jsou délkové útvary o průměru menším než 500 nanometrů. Pro představu, lidský vlas má průměr cca 80 mikrometrů, a to je průměr zhruba 200krát větší, než má průměrné nanovláknno. Světelným optickým mikroskopem nanovláknna nevidíme, protože jejich průměr je menší než vlnová délka světla. Nanovláknna je možné pozorovat elektronovým mikroskopem, je to způsobeno tím, že elektrony mají kratší vlnou délku než světlo. Tato ultra jemná vlákna mají velký specifický měrný povrch, dobrou prodyšnost s malými póry, ale nanovláknenná vrstva má vysoký objem pórů. Mechanické vlastnosti nanovláken jsou v poměru k hmotnosti samotných vláken na vysoké úrovni. Průměr nanovláken závisí na typu použitého polymeru a na způsobu jejich výroby. Vlastnosti se uplatňují a využívají v mnoha aplikacích; v kompozitních materiálech, filtrech, biomedicíně, tkáňovém inženýrství, potravinářském průmyslu a také v membránách. V praxi můžeme rozlišit syntetické a přírodní polymery. Příklady používaných syntetických polymerů jsou (PLA), polykaprolakton (PCL), polyurethan (PU), poly (kyselina mléčná-ko-glykolová – PLGA), poly (ethylen-co-vinylacetát – PEVA) a další. Příkladem přírodních polymerů může být kolagen, celulóza, hedvábný fibroin, keratin, želatina, chitosan a další (Wikipedia contributors, 2017).

1.3 Popis elektrostatického zvlákňování

Elektrostatické zvlákňování je proces, jehož výsledným produktem jsou nanovlákná. Tato jemná vlákna mají průměry od desítek nanometrů až do pěti stovek mikrometrů. Konečný produkt se vytváří synergií se dvěma elektrodami napojenými na vysoké napětí a kapaliny. Na jedné z elektrod se nachází kapalina, v našem případě polymerní roztok. Druhá elektroda je sběrná. Během působení elektrického pole mezi tryskou a kolektorem se klidná hladina kapaliny stává neklidná. Zvyšující intenzitou elektrického pole dochází k destabilizaci kapaliny, vlnění a poté k formování kapaliny do konického tvaru s názvem Taylorův kužel. V průběhu procesu intenzita elektrického pole narůstá, nastává překonání povrchového napětí a ze špičky Taylorova kužele proudí kapalina. Následně u kužele vznikne stabilní část trysky, a pak kapalina proudí do bičující zóny. V této zóně je kapalina nestabilní, dochází ke dloužení a odparu rozpouštědla, následně nastává změna na nanovlákná, která dopadají na protější elektrodu (kolektor). Nanovlákná dopadají na kolektor v nahodilém uspořádání, avšak pomocí zvláštních kolektorů lze změnit a orientovat jejich směr. Zvlákňovací proces trvá až do spotřebování kapaliny (Chronakis, 2005).



Obrázek 1: Schéma elektrostatického zvlákňování. A – dávkovací stříkačka s roztokem polymeru, B – zdroj vysokého napětí, C – nabitý polymerní roztok, D - vzdálenost mezi hrotem jehly a kolektorem, E – uzemněný kolektor.

Zdroj: Evan (2013)

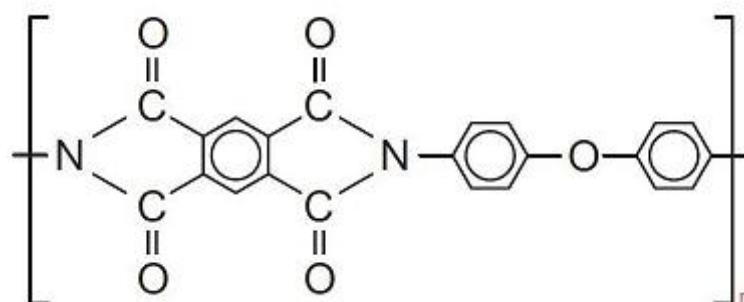
1.4 Použité polymery

Polymer je z chemického hlediska makromolekula, kterou tvoří molekuly jednoho nebo více druhů atomů. Jeho fyzikální a chemické vlastnosti se nezmění odebráním nebo přidáním jedné či více konstitučních jednotek. Polymer se od jiných materiálů odlišuje především řetězovou strukturou. Polymery vznikají polymerací (Polymer, 2018).

1.4.1 Polyimid (PID)

Polyimid (PID) jsou polymery s imidovými monomeru, které se vyrábějí od roku 1955. Jejich příprava je dvoustupňovým procesem, a to z aromatických diaminů a aromatických tetrakarboxylových dianhydridů. Polyimidy mají oranžovo-žlutou barvu, vyznačují se vysokou teplotní odolností a svou lehkostí. Dále se vyznačují výbornými chemickými a mechanickými vlastnostmi. Teplotní odolnost je až 452 °C a krátkodobě

okolo 500 °C. Teplota skelného přechodu je asi 400 °C. Použití nachází ve vysokoteplotních palivových člancích, armádních a separačních aplikacích jako filtrace horkých plynů, prachu v elektrárnách. Další využití je následující, v kosmonautice jako vícevrstvá izolační vrstva v kombinaci s hliníkem na kosmických lodích. Aplikací pro tento materiál je více (Polymer Properties Database, 2015).



Obrázek 2: Polymer Polyimid
Zdroj: Kaiser (2015)

1.4.2 Polyethylenimin (PEI)

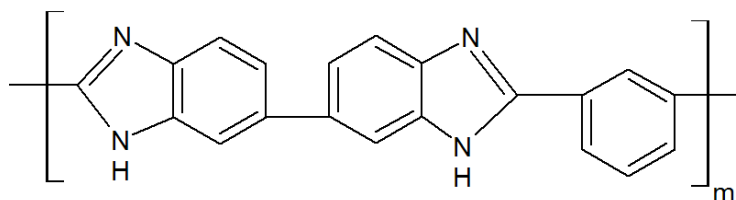
Jedná se o polymer s opakující se aminovou skupinou dvou uhlíků. Lineární polymer je při pokojové teplotě pevný a rozpustný v horké vodě s rozpouštědly methanolu, ethanolu, chloroformu a dimethylformamidu (DMF). Tento polymer má vynikající tepelné, mechanické a chemické vlastnosti. Krátkodobě vydrží teplotu až 538°C a nepřetržitý provoz je možný při teplotě 370°C. Využívá se v kosmonautice, ve vysokoteplotních palivových člancích a v ochranných oděvech (Polyethylenimine, 2018).



Obrázek 3: Polymer polyethylenimin
Zdroj: Polyethylenimine (2018)

1.4.3 Polybenzimidazol (PBI)

Polybenzimidazol, syntetické vlákno heterocyklických termoplastů, má výbornou chemickou, tepelnou stabilitu a odolnost proti opotřebení. Polybenzimidazol byl objeven americkým chemikem Carlem Shippem Marvelem. Obvykle se jedná o pevnou látku, žluté až hnědé barvy, odolnou až do 400 °C. Teplota skelného přechodu je okolo 425 °C, nemá žádný bod tání. Teplota rozkladu je okolo 500 °C. Rozpouštění je kontroverzní téma, rozlišujeme celou nebo částečnou rozpustnost polymeru. K rozpouštění se využívají různé druhy kyselin nebo Dimethylacetamid (DMAc). Tento polymer se využívá v ochranných oděvech, v kosmonautice a v polovodičových aplikacích. Poslední dobou nachází využití v aplikaci separátorů membrán pro palivové články (Polymer Properties Database, 2015).



Obrázek 4: Polymer polybenzimidazol
Zdroj: Polymer Properties Database (2015)

1.4.4 Polyuretan (PU)

Polyuretan patří mezi nejvíce vyráběné polymery. Polyuretan vzniká z uretanu polyadici vícefunkčních isokyanátů s polyalkoholy. Pro vytvoření polyurethanu se k reakci přidá diizokyanát a diol. Reakce neprobíhá samovolně a je zapotřebí přítomnost iniciátoru (např. diazabicyklooktan). Polyuretan je řada polymerů s uretanovou vazbou. Polyuretany mají rozsáhlou škálu vlastností a aplikačních možností. Vyskytují se v barvivech, lepidlech, vláknech, pěnách atd. (Lederer Jaromír, 2013). Pro tento experiment byl využit polyuretan s obchodním názvem Larithane.

1.5 Podkladové materiály

Podkladové materiály jsou vyrobené z jednosměrného nebo nahodile orientovaného vlákenného materiálu. Mezi podkladové materiály patří například, folie strukturované papíry, silikonované papíry a jiné druhy papírů, dále různé druhy netkaných textilií. Soudržnost netkané textilie je třením, kohezí nebo adhezí. Netkané textilie jsou převážně vyráběny z polymerů. Základní vlákenné vrstvy se připravují a zpevňují mechanickým, chemickým a termickým způsobem. V této práci bylo použito různých podkladových materiálů, které měly odlišné vlastnosti a jiný druh použití.

1.5.1 Elektroizolační folie

Elektroizolační folie se skládá z tříkomponentního slídového elektroizolačního materiálu (epoxidové, skleněná vlákna a slída). V článku „*Partial Discharges of Nonwoven Nanofibers Composite*“ se experimentální vzorky folie modifikovaly nanovláknem. Folie byly povlákány určitou hustotou nanovláken polyamidu 6 (1, 3, 5 g/m²). Vrstvením folií s nanovláknem a použitím vytvrzovacího procesu se vytvořil kompozit, který byl následně testován. Měření kompozitu se provádí při určitém napětí elektrod ponořených do transformačního oleje. Vzorky jsou vloženy mezi dvě elektrody, které mají v průměru 50 mm. Měření částečného výboje se provádí pomocí standardizovaného zkušebního obvodu (IEC 60270 std_High-voltage test techniques – Partial discharge measurements). Napětí při zkoušce se zvyšovalo nepřetržitě po jedné měřené minutě. Intenzita elektrického pole byla od 6 kV/mm až do 10 kV/mm podle použitého kompozitu. Nanovláknem tak potlačují částečné vybíjení materiálu. Odchyly ve výsledcích mohly být způsobeny zacházením nebo technologickým procesem přípravy. Výsledkem bylo, že kompozity s nanovláknem potlačily částečné vybíjení náboje oproti kompozitům bez nanovláken (Pihera, J., R. Polanský, M. Zemanová, P. Prosr a Jiří Chvojka, 2016).

1.5.2 Netkané textilie

Pro výzkumnou práci bylo využito více druhů netkaných textilií-Reemay 2214, JNC, Lydall, Pegatex S, které budou níže popsány.

První, výrobek Reemay 2214, který je od firmy Fiberweb, vyroben z polyesterových vláken a vyznačuje se menší vodivostí. Byl vyroben technologií spunbond s plošnou hmotností 50 g/m² a je bílé barvy. Tato netkaná textilie se používá v oblasti hygieny, zemědělství, zdravotnictví, automobilovém průmyslu a jiných textilních aplikací.

Mezi další využitou textilií patří netkaná textilie bílé barvy z bikomponentních vláken PP/PE od firmy JNC corporation s plošnou hmotností 35 g/m². Použití výrobku je především na filtrační materiály, ve zdravotnictví a v automobilovém průmyslu.

Netkaná textilie šedivé barvy vyrobena technologií wetlaid od firmy Lydall s plošnou hmotností 50 g/m². Výrobek obsahuje celulózu, saze a uhlovodíkový polymer.

Výrobek je vyroben technologií spunbond od firmy PEGAS Nonwovens z produktu Pegatex S s plošnou hmotností 40 g/m² je vyroben ze 100 % PP s červeným odstínem a je nevodivý.

Poslední byl použitý výrobek Pegatex S s plošnou hmotností 30 g/m² je vyroben ze 100 % PP se světle modrým odstínem. Oba výrobky Pegatex S mají výborné mechanické vlastnosti. Používají se v zemědělství, zdravotnictví, na hygienické aplikace, na ochranných oděvech, v nábytkářství a ve stavebnictví.

1.6 Zařízení Nanospider

NanospiderTM není jen laboratorní verze, ale i zařízení připravené pro malosériovou výrobu. Pomocí zařízení je možné vytvářet organická nanovlákna. Technologie NanospiderTM pracuje na bázi zvlákňováním polymeru za pomoci elektrospiningu (Elmarco, 2004–2018).

Zařízení s názvem NS Productions Lines 500 (NS 1S500U) má dostatečnou kapacitu pro maloobjemovou výrobu, současně je druhé nejmenší produkční zařízení a jeho použití vyhovuje laboratornímu výzkumu. Zařízení pochází od firmy Elmarco,

kteřá je první firmou na světě ve výrobě a prodeji zařízení pro výrobu nanovláknenného materiálu v průmyslu. Linka NS 1S500U disponuje strunovou statickou elektrodou. Pomocí této strunové elektrody se provádí proces pro vodou nerozpustné a rozpustné polymery, které dopravuje na strunu mini hlavou, nebo klasickou hlavou se zásobníkem roztoku na straně a nově peristaltickou pumpou pro kontinuální dávkování polymeru. Zařízení s využitím peristaltického čerpadla vydrží přibližně až 8 hodin nepřetržitého zvlákňování. Zásobník pojme 1000 ml polymerního roztoku. Integrované odvíjení a navíjení ovládá posun podkladového materiálu. Zařízení pojme roli materiálu o maximálním průměru 400 mm a maximální šíři 500 mm. Rychlost podkladového materiálu se pohybuje v rozmezí 0–5000 mm/min. Monitoring procesu obstarává systém, který sleduje procesy v čase a zobrazuje je na dotykovém LCD displeji. K zařízení je možné připojit počítač a přenést do něj data k analýze anebo sledovat proces v živém čase. V zařízení NS 1S500U se nachází jedna zvlákňovací elektroda a její efektivní šíře je od 300–500 mm. Vyrábí se 50–800 mm široká nanovláknenná vrstva a průtok vzduchu činí 30–250 m³/h. Nastavení výšky kolektoru je v rozmezí 120–240 mm. Doba provozu na jednu dávku polymeru je přibližně 30 minut, ale závisí na použitém typu polymeru (Elmarco, 2004–2018).

Zařízení Nanospider využívá strunový kolektor, který lze zaměnit za kolektor s nekonečným pásem pro využití více podkladových materiálů. Tato alternativa rozšiřuje využití zařízení pro výrobu vzorků. Zařízení NS 1S500U dostalo rozšíření a vytvořila se podobná alternativa, v podobě experimentálního zařízení, které zatím nenese označení. Nazývá se OptoNS, a s tímto zařízením lze sledovat zvlákňovací procese z boku struny pouhým okem anebo aparaturou pro obrazovou analýzu. Zařízení od boku struny má vytvořené otvory, které jsou zakryty sklem. Na jedné straně skla se nachází světlo, aby prosvětlo zvlákňovací proces a na druhé straně se nachází objektiv se snímacím zařízením napojeným na počítač. Navíječ a odvíječ je koncipován nad strojem a je využitelný pro role s menším průměrem než 200 mm. OptoNS je laboratorním zařízením a není určeno pro dlouhodobé kontinuální využití. Distribuci polymerního roztoku zajišťují výměnné hlavy a zařízení neobsahuje peristaltické čerpadlo (Elmarco, 2004–2018).

1.6.1 Koróna

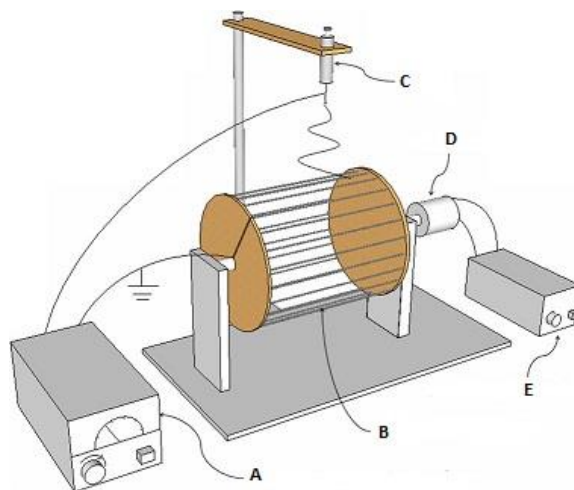
Koróna je jev spojený se všemi napájenými elektrickými zařízeními. Jedná se o samostatný výboj vznikající na elektrodě s malým poloměrem zakřivení. Jeho projev se vyznačuje syčením, praskáním a slabě modrofialovou barvou. Podle Alfreda North Whiteheada je průměr korónové vrstvy 1,9krát větší než viditelný průměr. V neviditelné oblasti vysílá jen ultrafialové záření. Vytváří ztráty energie na vysokonapěťových vedeních, a proto se používají vodiče s větším průměrem. Koróna je zdrojem ozónu a v kontaktu se vzduchem je velmi agresivní, narušuje izolaci a způsobuje korozi na kovových částech. Avšak umí tlumit přepětovou vlnu při vzniku přepětí (Wikipedia, c2017; What is corona effect, 2011).

1.7 Přehled používaných kolektorů

Vývoj různých kolektorů je důležitá činnost. Kolektory ovlivňují uložení a morfologii nanovláken. V současné praxi se využívá velké množství kolektorů, v této práci bude specifikována jen část. Klasický strunový kolektor se dnes používá v průmyslové výrobě pro nahodile orientovaná nanovlákná. Poté se používají speciální směrové kolektory k ukládání nanovláken v požadovaném směru. Další vyvinuté speciální kolektory mohou změnit morfologii nanovlákených vrstev a tím změnit výsledný výrobek. Kolektory jsou vyrobeny z vodivých materiálů, mohou být uzemněny, nebo mohou být nabíjeny vysokým napětím jako zvláknovací elektroda.

1.7.1 Otočný válec

Jedná se o elektrodu, která umí vytvářet orientovaná nanovlákná otáčením kolem osy. Z trysky vytvořená nanovlákná nalétávají na otočný válec. Poté po kontaktu nanovlákná s kontinuálně otočným válcem nastává postupné ukládání na otočný válec. Tento proces se opakuje až po vytvoření požadované vrstvy. Nanovlákná orientovanými v jednom směru docílíme vyšší rychlostí otočného válce. Nižší rychlost znamená, že jsou nanovlákná orientovaná náhodně. Podobná otočná elektroda je strunový válec, jenž také vytváří orientovaná nanovlákná v jednom směru, ale s menší rychlostí, přibližně 1 ot./min. (Chvojka, Jiří a David Lukáš, 2009).

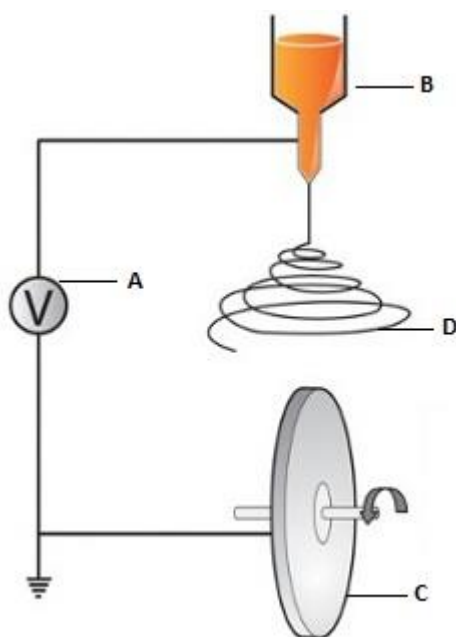


Obrázek 5: Schéma sběrné elektrody (otočný válec). A – zdroj vysokého napětí, B – strunový válec (sběrná elektroda), C – zvláknovací elektroda, D – elektromotor, E – řídicí jednotka elektromotoru.

Zdroj: Tronstad (2015)

1.7.2 Rotační kotouč

Rotační kotouč je vysoceotáčkový rotační kotouč, na který se ukládají orientovaná nanovláknna po směru otáčení. Kotouč je na okraji ostrý. Tento rotační kotouč má tisíce otáček za minutu. Nanovláknna jsou při vyšších otáčkách jednotná a vyrovnaná. Vzniklá nanovláknna mohou být použita jako vysoce homogenní vzorky (Chvojka, Jiří a David Lukáš, 2009).

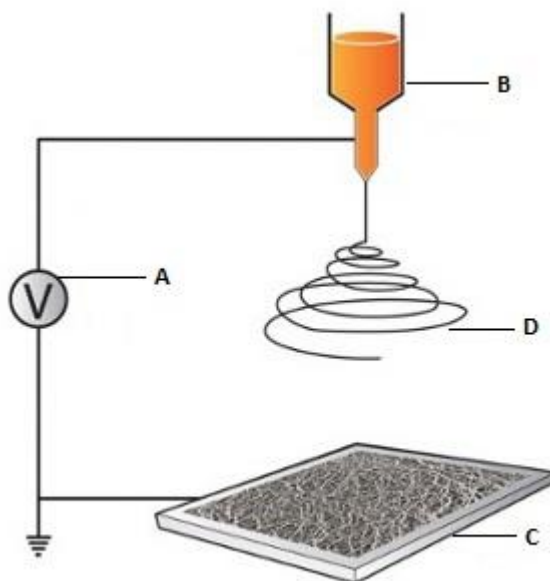


Obrázek 6: Schéma sběrné elektrody (rotační kotouč). A – zdroj vysokého napětí, B – zvlákňovací elektroda, C – rotační kotouč (sběrná elektroda), D – tvoření nanovláken.

Zdroj: Wang (2012)

1.7.3 Statický plochý kovový kolektor

Kolektor obsahuje připevněný segment nerezového plechu napojený na zdroj vysokého napětí anebo uzemněný. Podkladové materiály, které se připevní na kolektor, mohou být vodivé nebo nevodivé. Tento typ statického plochého kovového kolektoru je vhodný pro kontinuální výrobu ve spolupráci s navíjecím zařízením, podkladový materiál může být posouván po nerezovém plechu. Jednoduchý kolektor zaručuje homogenní vrstvu nanovláken, lze jej využít jen u vodivějších podkladových materiálů. U nevodivých podkladů může důsledkem elektrického pole docházet k přilnutí ke sběrné elektrodě. Navíjecí zařízení nedokáže tuto sílu elektrického pole překonat (Elmarco, 2004–2018).

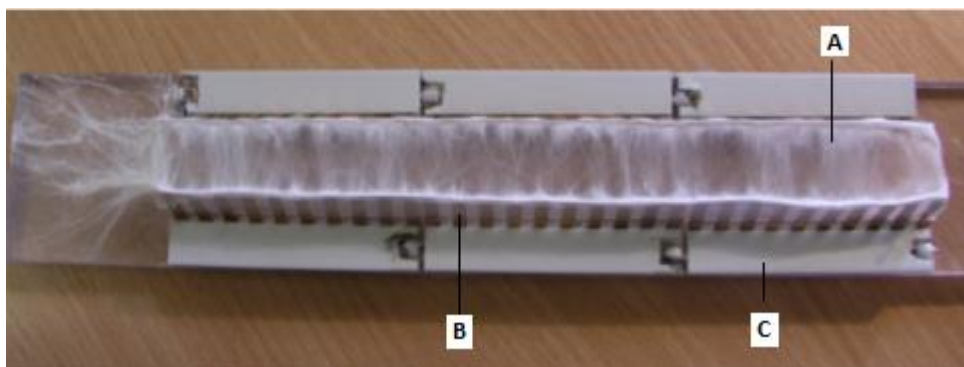


Obrázek 7: Schéma sběrné elektrody. A - zdroj vysokého napětí, B – zvlákňovací elektroda, C – statická sběrná elektroda, D - tvoření nanovláken.

Zdroj: Wang (2012)

1.7.4 Speciální kolektor s měděným hřebenem

Statický kolektor vyrobený z mědi ve formě hřebenu, na jeho vrcholech se kumuluje elektrostatický náboj. Následkem nakumulovaného náboje se nanovlákná přednostně ukládají na vrcholech hřebenu. Pokus byl tvořen dvěma hřebeny postavenými proti sobě. Orientovaná nanovlákná se ukládala na hrotech a vytvořila z nich přemostění mezi hřebeny. Tento experiment byl vytvořen s koncentrací 14 wt % polymeru polyvinylalkohol (PVA), který je rozpustný ve vodě. Využita byla technologie Nanospider™ s válcovou zvlákňovací elektrodou, kolektoru vzdáleného 100 mm a vysokým napětím 40 kV. Okolní vlhkost byla zaznamenána pod 40 %. Výzkum poukázal orientaci nanovláken okolo hrotů a mezi hřebeny přemostěním nanovlákná. Tato technologie by mohla být použita pro výrobu nanovláken do biomedicínského prostředí (Chvojka, Jiří a David Lukáš, 2009).



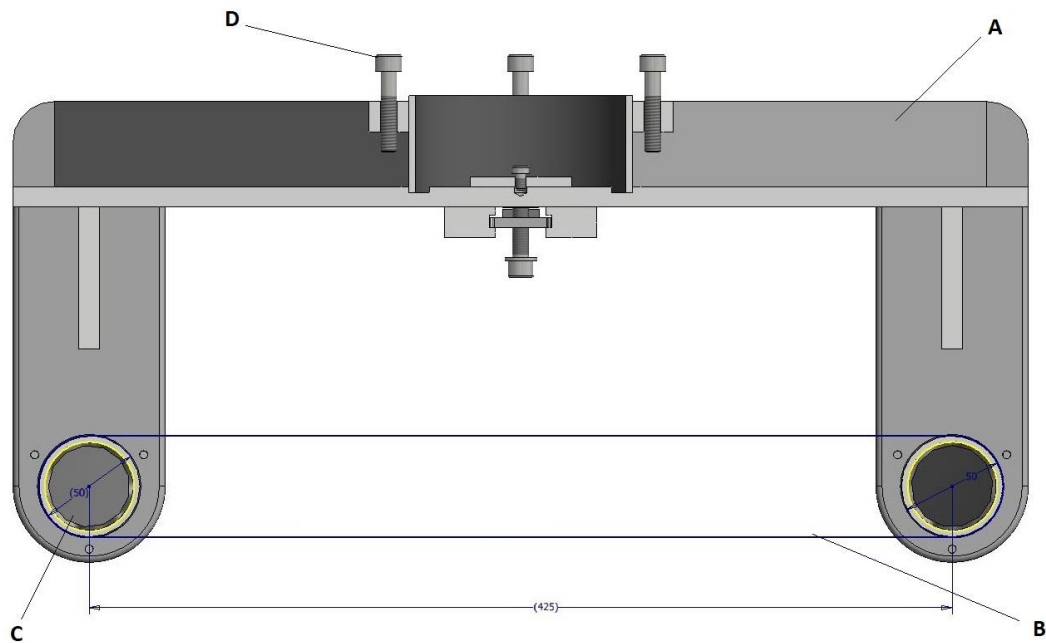
Obrázek 8: Schéma sběrné elektrody měděného hřebenu. A – nanovlákná, B – měděný hrot, C – kolektor.

Zdroj: Chvojka, Jiří a David Lukáš (2009)

1.8 Nekonečný pás

Nekonečné pásy se dnes používají především pro transport materiálu. Můžeme je nalézt v potravinářském průmyslu, především v obchodech pro zákazníky. Dále mohou sloužit ke sportovní využití, v posilovnách na pásech určených pro běh. V Papírenském průmyslu jsou využívány k výrobě papíru. V textilním průmyslu působí v transportu vláknenných materiálů k dalšímu zpracování, ale slouží také k výrobě finálního výrobku přímo na něm.

Za účelem této diplomové práce byl využit v experimentu elektricky vodivý nekonečný pás se šířkou 600 mm. Jeho základní složení je tkanina spojená výplňkovým materiálem a na povrchu pásu je nanesena 0,2 mm vrstva směsi polyuretanu a rozptýlených sazí. Nosná PP konstrukce byla experimentální, která po testování byla přepracována na průmyslově využitelnou sběrnou elektrodu. Skládá se ze dvou hlavních válců o průměru 100 mm a jednoho středového kovového válce pro dopnutí pásu a přivedení vysokého napětí pomocí kontaktu s pásem. Všechny tři válce jsou opatřeny průmyslovými ložisky a nastavovacími šrouby pro seřízení vedení pásu.



Obrázek 9: Schéma nákresu konstrukce sběrné elektrody. A – PP konstrukce, B – PU nekonečný pás, C – hlavní kovový válec \varnothing 100 mm, D – šroub pro upevnění konstrukce.

Zdroj: Elmarco (2004–2018)

1.8.1 Druhy materiálu nekonečného pásu a jejich spoje

Nekonečné pásy se rozdělují podle použitého materiálu. Používají se PVC, PU, PA, pryžové, textilní, gumové a silikonové. Mají převážně silonovou výztužní plst'. Z hlediska vlastností se pásy rozdělují na antistatické, neantistatické, odolné proti hoření, proti chemikáliím, tukům, olejům a proti oděru a odolné proti přímému styku s potravinami (Reko s.r.o., 1992).

Zákazník má na výběr velkou škálu používaných spojů nekonečných pásů. Firmy nabízí spoj na prsty, který je nejvíce používaný a nenaruší vlastnosti pásu. Poté spoj přeložením, který se používá u pásu bez nosné tkaniny. Schůdkové spoje se vytváří rozdělením vrstev pásu. Poté se pojí zatavením anebo lepením. Klínové broušené spoje se používají pro PA ploché řemeny. Mechanické spoje se vyznačují spojením sponkami z kovu, ocele a nerezů (Reko s.r.o., 1992).

1.8.2 Nekonečný pás při výrobě papíru

V roce 1966 Beaumont Ralph H., Christie Donald R., John Okrepkie, Wicker Dan B., vynalezli a patentovali „US 3399111 A“, *Doplňkový pás v kombinaci s nekonečným pásem při výrobě papíru a způsob instalace doplňkového pásu*. Vynalezený doplňkový pás je vyroben z polyethylentereftalátového (PET) materiálu a je spjat s výrobou papíru. Pásky mají upravené povrchy proti sklouznutí vedeného materiálu. V některých případech povrchy obsahují kanálky nebo výčnělky a v jiných případech tkané textilie nebo laminovanou plst'. Doplňkové pásky byly používány s hlavními nosnými pásky, které byly perforovány a vyrobeny například z drátků. Doplňkové pásky sloužily pro odvod vlhkosti v místech přitlačných válců za účelem ždímání. Hlavním účelem pro vylepšení odvodu vlhkosti bylo použití jiných materiálů pásů a jejich rozmístění. A dalším cílem bylo nelézt nové typy pásů oproti pryžovým doplňkovým pásům, které měly problém se spoji a s vyšším odporem v pohybu (Beaumont a spol., 1966).

1.8.3 4Spin/Contipro

Firma 4Spin/Contipro zaměřující se na výrobu nanovláken v laboratorním měřítku. Firma vytváří zařízení s výměnnými kolektory, v nabídce má zahrnutou i sběrnou elektrodu s nekonečným pásem s označením C6. Tento rotační kolektor umožňuje vytvářet náhodně orientovanou nanovlákenou vrstvu z přírodních nebo syntetických polymerů. Ve srovnání s jinými kolektory od firmy 4Spin, lze s kontaktní elektrodou simulovat přechod na pilotní výrobu. Na kontaktní sběrnou elektrodu lze aplikovat různé druhy podkladových materiálů (papíry, netkané textilie, tkaniny a pleteniny). Systém sběrné elektrody vychází z kontaktní plochy a dvou válců s řemenovým pohonem, který se přenáší na podklad přes válec. Mezi válci se nachází výškově nastavitelná podložka, která zabraňuje přilepení podkladového materiálu. Velikost finálních výrobků je v maximálních rozměrech 250 x 1000 mm (4spin, 2015).



Obrázek 10: Kontaktní elektroda 4spin

Zdroj: 4spin (2015)

1.9 Melt-blown

Technologie Melt-blown tvorby vláken byla vynalezena v 50. letech 20. století. Jedná se o proces, kde se vlákna vytváří pomocí proudu horkého vzduchu, který strhává vytlačený roztavený polymer z trysky extrudéru. Uvolněný polymer je mezi tryskou a perforovaným bubnem nebo síťovým dopravníkem dlužen na vlákna s určitou délkou. Vlákna dopadají na perforovaný buben, který je odsáván vně válce. Dopadající vlákna tvoří netkanou textilií, která je kontinuálně odvíjená. Vzdálenost trysky od bubnu nebo dopravníku je 0,2 – 0,5m. Proud vzduchu má teplotu v rozmezí 290 – 400 °C a rychlost je 100 – 500 m/s. Vlákna jsou tvořena z polymerů: polypropylen, polyester a polyamid. Nejčastěji se vyrábí mikrovlákna o rozměru 2 – 4 μm . Lze však vyrobit jemnější vlákna o průměru 0,1 μm . Využití netkaných textilií se objevuje především v oblasti zdravotnictví, osobní hygieny, agrotextilu, sorbčních materiálů, filtrů a dalších odvětvích (Jirsák, Oldřich a Klára Kalinová, 2012).

2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Experimentální část diplomové práce ověří vliv sběrnice na podkladový materiál. Pro testy byly dodány elektroizolační folie, aby byla zjištěna zvláknitelnost na určitý podklad a typ struktury nanovláken. Pro testování byly zahrnuty různé druhy polymerních roztoků. Hlavním cílem bylo zjištění vlivu různých podkladových materiálů mezi pásovou a strunovou sběrnicí. Druhým cílem bylo zjištění vlivu sběrnice na morfologii nanovláknenné vrstvy. Toto porovnání bylo prováděno jedním polymerním roztokem s daným odzkoušeným složením. Předmětem této práce není zkoumání různých druhů polymerních roztoků a jejich škály.

2.1 Povláknění elektroizolačních folií

První materiál pro nesnadné povláknění byl slídový elektroizolační materiál (epoxidová, skleněná vlákna a slída). Použitý do baterií jako izolant, který má pohlcovat náboj. Pro tento experiment bylo dodáno 16 folií v čtvercovém formátu 230 x 230 mm. Tyto folie se musely uchovávat v chladu jako ochrana proti vytvrzování. Pro každý polymerní roztok byly dvě folie k testování parametrů nastavení zařízení. Od každého polymerního roztoku měly být povlákněny třemi a pěti g/m². Dodány byly dva polymery PID a PEI, které mají výborné elektroizolační vlastnosti. V průběhu vzorkování se přidal polymer PBI. Vzorkování bylo provedeno se strunou o průměru 0,2 mm a průvlákem 0,6 mm.

2.1.1 Optimalizace zvláknění roztoků polymeru PU, PID a PEI

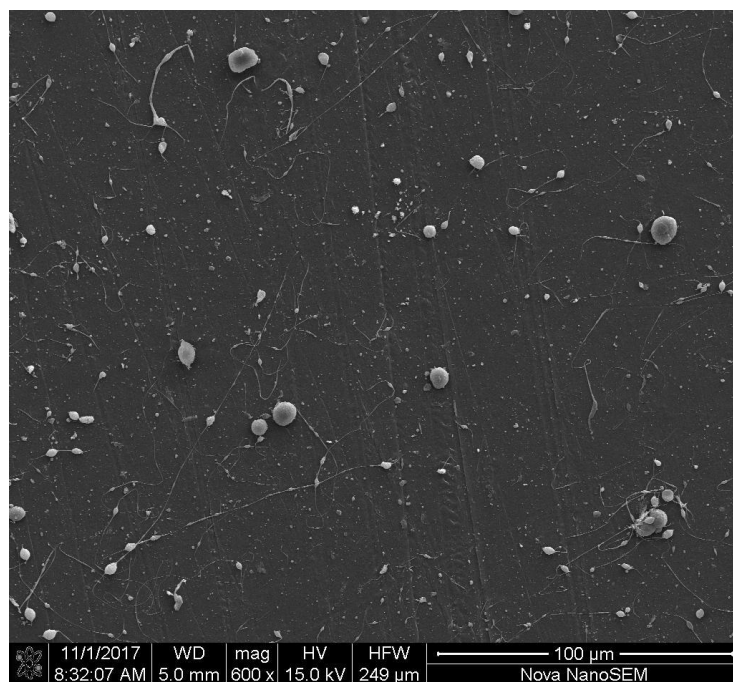
Pro zvláknovací proces byly zvoleny dva polymery PID a PEI, které mají elektroizolační vlastnosti. První roztok byl zvolen 16 hm% PEI rozpuštěný v DMF. Druhý roztok byl 18 hm% PID rozpuštěný v DMF. Pro prvotní zkušební testy byly oba roztoky míchány v malém množství. K prvnímu testování zvláknění bez dodaného podkladového materiálu, byla zvolena nevodivá polyethylenová folie k simulaci finálního podkladu. Pro simulaci tloušťky podkladového materiálu byly použity tři PE folie na sobě, následně dvě a jeden samostatný kus. Využívané folie byly spojeny tlakem 8000 kg a působením teploty 135 °C po dobu 20 minut. Třetí použitá folie byla

samostatná s přibližnou tloušťkou 0,113mm. Pro porovnání dodaných polymerů, byl zařazen do experimentu i polyuretan 23,8 hm% (PU).

Folie byly upevněny na nekonečný pás proužky lepicí pásky a byl zakryt celý pás podobnými foliemi. Zkouška zvlákňovacího procesu byla velmi špatná, vlákna létala prostorem na všechny strany. Pro zlepšení experimentu byl pod folii vložen silikonový papír. Zvlákňovací proces se zlepšil. Po zlepšení v procesu bylo potřeba udělat úpravu upevnění folie s pečícím papírem v zařízení. Upevnění samotné folie na nekonečný pás nebylo možné. Lepicí páska by mohla poškodit pás a bylo nutné ochránit pás před nahodile dopadajícími nanovláknými. Pro ochranu pásu bylo zvoleno protažení silikonovaného papíru zařízením. Pečící papír je obvykle využíván jako podkladový materiál. Další jeho výhodou spočívá v rozvedení elektrického náboje rovnoměrně a jeho přenosu na další možný podklad. Následně jsem nalepil oboustrannou páskou folii ve formátu A4 na silikonovaný papír.

Folie, která byla laminovaná ze tří folií byla použita jako první a druhá ze dvou folií. Zvlákňování probíhalo nejprve s polymerem PU, poté s polymerem PID a následně s polymerem PEI. Se všemi polymery docházelo k většímu množství vousování a proces zvlákňování tím byl ovlivňován. Tyto PE folie jsou velmi nevodivé, ale i tak se na foliích nacházela vlákna. Jako poslední byla použita samostatná folie, která měla viditelné lepší výsledky než testy před. Na folii se nacházela vlákna a na místech, kde se vláken nacházelo méně bylo patrné, že folie nebyla v kontaktu s pásem. Místa bez kontaktu s kolektorem nebyla zcela pokryta vlákny z důsledku nevodivé folie a nedostatečného kontaktu vlivem gravitačních sil. Zvlákňovací čas byl určen na 4 minuty a nastavení pro všechny folie bylo následující. Vzdálenost kolektoru 180 mm, napětí -20/20 kV, Perioda přesunu hlavy 3,5s. Proudění vzduchu z klimatizace do zvlákňovací komory bylo 50 m³/h a odtah ze zařízení 70 m³/h. Vlhkost v zařízení byla 10,2 %. Polymery PID a PEI mají lepší zvlákňovací schopnosti při nižší vlhkosti. Pro polymer PU byla vlhkost v zařízení 24,5 %. Roztok PID vytvářel na PE folii souvislou vrstvu, bylo vyzorováno jeho pomalejší formování na struně a pozdější startování zvlákňovacího procesu. U roztoku PEI byl pozorován velmi slabý zvlákňovací proces. Při probíhání testů, byla zkoušena změna nastavení vzdálenosti

kolektoru. Z předešlých testů byly sledány hodnoty na 165 mm od zvláknovací elektrody. Proudění vzduchu z klimatizace bylo nastaveno 50 m³/h a ze zařízení vycházelo 70 m³/h. S vlhkostí vzduchu 9,4 % a teplotou 21,5 °C. Poté byly odebrány vzorky a vyhotoveny snímky na elektronovém mikroskopu. V prvním výzkumu nanečisto byly použity jiné typy folií než pro finální verzi výzkumu.



Obrázek 11: Snímek (SEM) nanovláken roztoku PEI

Snímek (Obr. 11) byl vyhotoven při použití kontaktní sběrné elektrody. Na snímku z elektronového mikroskopu byly znatelné defekty a minimum nanovláken. Vrstva byla nesouvislá. Totožný výsledek ze zvláknování byl vytvořen i na strunové sběrné elektrodě. Polymerní roztok PEI byl vyloučen pro nedostatečné výsledky.

2.1.2 Zvláknování roztoku polymeru PID

Finální materiál byl použit pro elektroizolanty a měl rozměry 230 x 230 mm. První byl vybrán roztok polymeru PID pro jeho lepší předešlé výsledky. Základní nastavení mělo tyto parametry. Vzdálenost kolektoru byla 165 mm, proudění vzduchu 50 m³/h a ven 70 m³/h s vlhkostí do zařízení 9,6 % a teplotou 21,6 °C. Vlhkost ze zařízení 16,5 % a teplota 21,8 °C. Za procesu jsem zvýšil napětí na -20/30 kV a proudy se zastavily na 0,04 – 0,05 mA. Optimálnější pojezd hlavy 4,5 sekundy.

Pro finální vzorky, které měly mít 3 a 5 gramů byla vytvořena rychlostní škála. Po najetí rychlostní škály jsem vyhodnotil plošnou hmotnost nanovlákněné vrstvy na m². Pro finální vzorek 3 g/m² bylo potřeba rychlost podkladu 44 mm/min. Pro 5 g/m² jsem stanovil rychlost podkladu 25 mm/min. Proudly narostly na 0,07 – 0,09 mA a vlhkost, teplota byla 7,5 % 21,8 °C a ze zařízení 30 % 22,2 °C. Od obou váhových vrstev měly být povlákněny tři folie elektroizolantu.

Tabulka 1: Nastavení zařízení pro (PID)

SE (mm)	CE (mm)	RH-in (%)	T-in (%)	Napětí (kV)	Intenzita el. pole	m ³ /h - in	m ³ /h - out	pojezd hl. (s)
165	0	9,6	21,6	-20/30	0,303	50	70	4,5

Tabulka 2: Porovnání plošné hmotnosti (PID)

Folie	5,04	4,98	–	–	–	–	gsm
Silikonovaný papír	5,15	5,81	5,44	5,73	5,21	4,81	gsm

V tabulce (Tab. 2) se nachází porovnání g/m² (gsm) nanovlákněné vrstvy na dodané folii a pečicího papíru. Výsledné hodnoty jsou rozdílné. Folie elektroizolantu vykazovala nižší hodnoty z důvodu nižší vodivosti materiálu oproti silikonovanému papíru.

2.1.3 Zvláknění roztoku polymeru PBI

Dalších šest folií elektroizolantu měly být povlákněny roztokem polymeru PEI. Ale pro jeho špatné výsledky při zvláknění, byl doporučen jiný roztok polymeru, polymer PBI S26. Tento roztok má výborné elektroizolační vlastnosti. Tento druh polymeru se využívá ve firmě Elmarco s.r.o., je vyzkoušen a je známo nastavení zařízení pro zvláknění. Bylo namícháno 16 hm% roztok PBI v rozpouštědlovém systému DMAc. Během procesu zvláknění nastaly problémy, když jsem začal škálovat rychlost podkladového materiálu. Folie izolantu je dostatečně nevodivý materiál a vlákna z roztoku PBI méně na tento materiál nalétávají. Nastavení pro zvláknovací proces mělo tyto parametry. Vzdálenost kolektoru byla 180 mm, proudění vzduchu 75 m³/h a ven 85 m³/h s vlhkostí do zařízení 14 % a teplotou 22 °C.

Vlhkost ze zařízení 19,8 % a teplota 23,5 °C. Napětí -30/50 kV a proudy se zastavily na 0,12 – 0,13 mA. Neoptimalnější pojezd hlavy 5 sekundy. Pro 1 g/m² nanovláken je určen rychlosti podkladu na 19,8 mm/min. Pro 3 g/m² bylo stejné nastavení a z předešlé výroby jsem určil rychlost podkladu na 6,6 mm/min. Při zvlákňování narostly proudy na 0,23 mA z důvodu snížení rychlosti podkladového materiálu.

Tabulka 3: Nastavení zařízení pro (PBI)

SE (mm)	CE (mm)	RH-in (%)	T-in (%)	Napětí (kV)	Intenzita el. pole	m ³ /h - in	m ³ /h - out	pojezd hl. (s)
180	0	14	22	-30/50	0,444	75	85	5

Tabulka 4: Porovnání plošné hmotnosti (PBI)

Folie	0,98	1,01	gsm
Silikonovaný papír	1,35	1,31	gsm

V tabulce (Tab. 4) se nachází porovnání g/m² (gsm) nanovlákněné vrstvy na dodané folii a silikonovaným papíru. Výsledné hodnoty jsou rozdílné. Folie elektroizolantu vykazovala nižší hodnoty z důvodu nižší vodivosti materiálu oproti pečicímu papíru. Velký vliv v rychlosti výroby povlákňení folie má použitý polymer. V tabulce jsou hodnoty nanovláken s 1 g/m² a ukazují rozdíl okolo 35 %. Pro vyrobení vyšší hmotnosti na m² se procentuální rozdíl zvýší.

2.1.4 Porovnání kolektorů

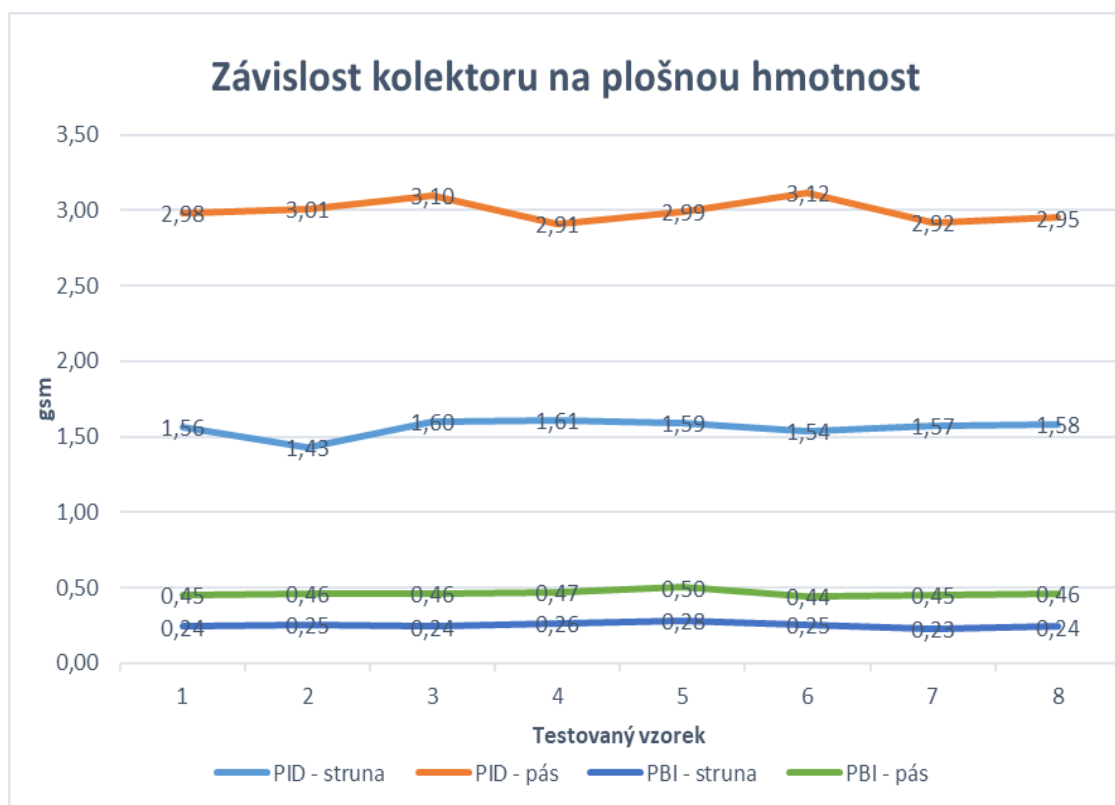
Dalším testem byla závislost nekonečného pásu proti strunovému kolektoru. Zkoumána byla plošná hmotnost na m² u polymeru PEI, PID a PBI. Vzorky byly vyhotoveny za stejných podmínek a za podobné elektrické intenzity. Polymer PEI byl vyřazen i na kolektoru se strunou z důvodu špatného zvlákňovacího procesu. Polymer zasychal na struně a měl špatně viditelný proces. Roztok polymeru PID se choval stejně jako při zvlákňování na nekonečném pásu. Na strunovém kolektoru byly viditelné defekty v nanovlákněné vrstvě oproti vyrobeným nanovláknům na nekonečném pásu. U roztoku polymeru PBI se plošná hmotnost na m² se nezměnila, ale na podkladu se nenacházel nezvlákňovaný polymer jako na zvlákňování na nekonečném pásu. Toto

srovnání kolektorů se provedlo za rychlosti podkladu 44 mm/min. Nastavení napětí pro polymer PBI bylo -20/50 kV pro oba kolektory stejné. Pro polymer PID bylo napětí -20/35 kV na struně a i na nekonečném pásu.

Tabulka 5: Nastavení zařízení pro roztok polymeru (PID, PBI)

	SE (mm)	CE (mm)	RH-in (%)	T-in (%)	Napětí (kV)	Intenzita el. pole	m ³ /h - in	m ³ /h - out	pojezd hl. (s)
PID	165	25	9	21,6	-20/35	0,290	50	70	4,5
PBI	180	25	14	22	-20/50	0,359	75	85	5

Graf závislosti kolektoru na plošnou hmotnost (Graf 1) znázorňuje dva roztoky polymeru a dva odlišné kolektory. Každý roztok byl použit pro oba kolektory. Pro určení výsledků byla použita metoda zjištění plošné hmotnosti vzorků. Světle modrá linie znázorňuje roztok polymeru PID a probíhající zvlákňování na strunovém kolektoru. Oranžová linie znázorňuje elektrodu nekonečného pásu. Tmavě modrá, zelená linie znázorňují roztok polymeru PBI pro oba použité kolektory.



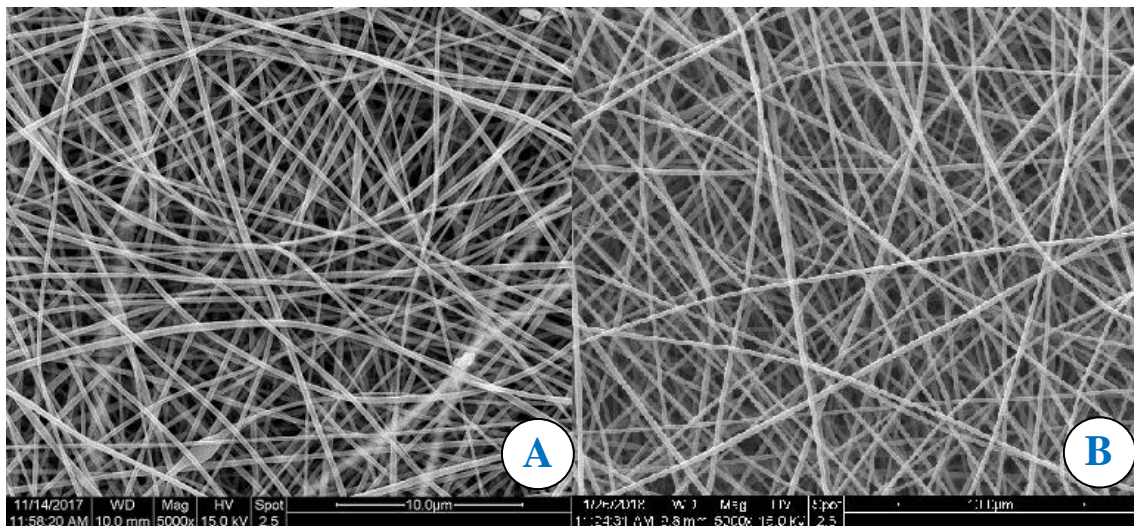
Graf 1: Závislosti kolektoru na plošnou hmotnost

2.1.5 Vyhodnocení plošné hmotnosti vzorků

Vyhodnocení plošné hmotnosti probíhalo odebráním vzorků o 10 cm². V grafu (Graf 1) na vodorovné ose je znázorněno 8 odebraných vzorků od každého pokusu. Roztok polymeru PBI vykazoval odlišnost v použitém kolektoru. Podobné znázornění roztoku polymeru PID, který v zvláknování na nekonečný pás vykazoval dvojnásobně zvýšenou plošnou hmotnost.

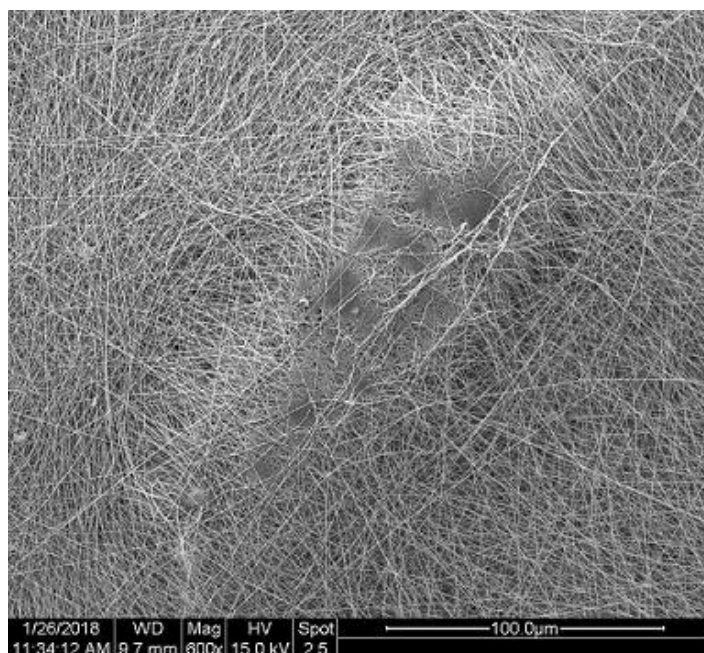
2.1.6 Porovnání snímků z rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM)

Toto porovnání snímků bylo provedeno ze vzorků s povlákáním roztoků PID a PBI se stejným zvětšením. Na snímku bylo změřeno 40krát průměr vláken a vypočítána průměrná hodnota. Snímky byly vytvořeny z obou použitých sběrných elektrod.



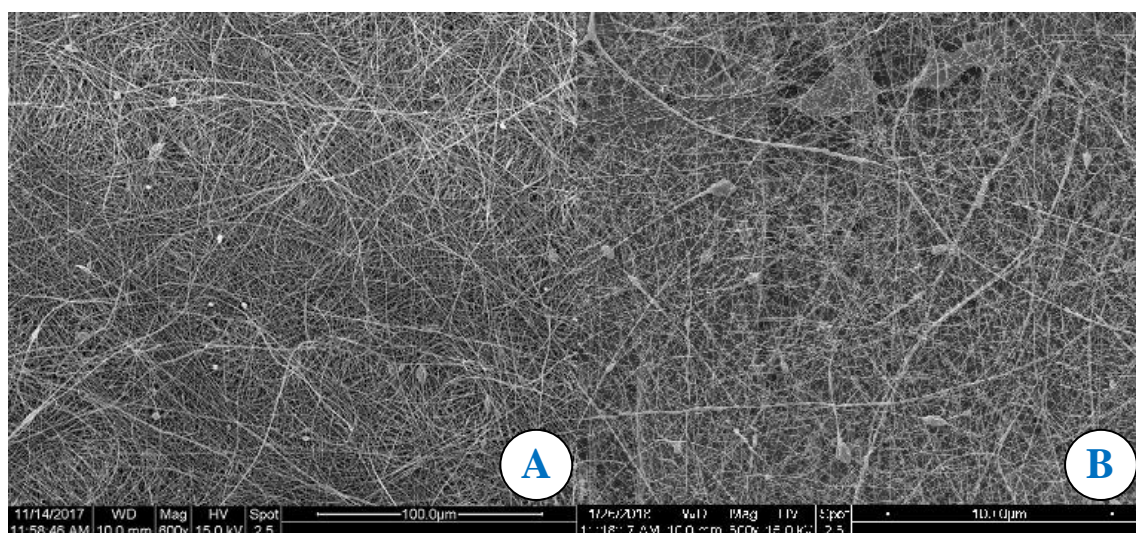
Obrázek 12: Snímky PID, zvětšení 5000x (SEM)

Snímek A (Obr. 12) byla nanovláknna vytvořená na kontaktní sběrné elektrodě ve formě nekonečného pásu. Snímek B byl vytvořen na strunové sběrné elektrodě. Na snímcích nejsou znatelné odlišnosti. Průměrná hodnota průměrů vláken na kontaktní elektrodě byla 253,6 nm. Na strunové sběrné elektrodě průměr byl 268,3 nm.



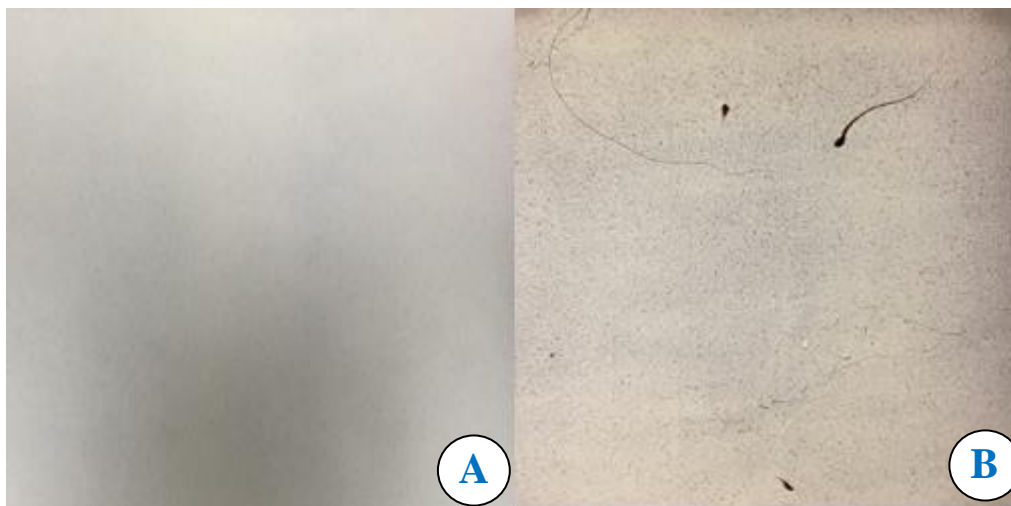
Obrázek 13: Snímek PID, zvětšení 600x (SEM)

Na snímku (Obr. 13), který byl vytvořen na strunové sběrné elektrodě je znázorněn defekt ve slitku polymerního roztoku. Tyto defekty se nacházely nerovnoměrně po celé ploše povlákňené elektroizolační folii. Při povlákňení elektroizolačních folií na kontaktní sběrné elektrodě nedocházelo k tvorbě podobných defektů.



Obrázek 14: Snímky PBI, zvětšení 600x (SEM)

Snímek A (Obr. 14) byla nanovláknna vytvořená na kontaktní sběrné elektrodě ve formě nekonečného pásu. Snímek B byl vytvořen na strunové sběrné elektrodě. Na snímcích jsou viditelné defekty v nanovláknenné vrstvě ve formě korálků.



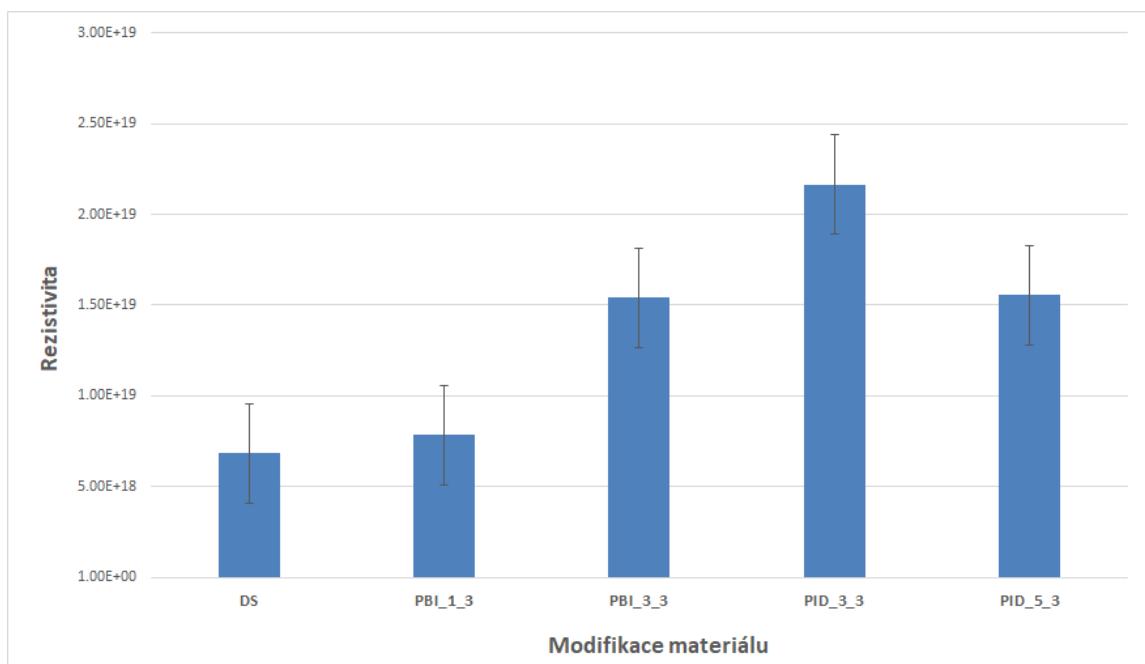
Obrázek 15: Snímky porovnání PID a PBI

Snímky (obr. 15) zobrazují nanovláknenné vrstvy z polymerních roztoků PID a PBI. Snímek A byl testovací ve zvlákňování roztoku PID. Snímek je čistý a nejsou na něm viditelné defekty. Druhý snímek B bylo finální zvlákňování roztoku PBI. Na snímku jsou viditelné defekty nezvlákňného polymerního roztoku. Oba snímky jsou vytvořené na kontaktní sběrné elektrodě.

2.1.7 Vyhodnocení elektroizolačních vlastností

Vyhodnocení bylo provedeno na Univerzitě v Plzni, Fakultě elektrotechniky. Měření rezistivity folií s nanovláknny PID, PBI bylo srovnáváno s elektroizolačními foliemi s obsahem nanovláken z polyamidu 6 (PA6). Na rozdíl od PA6 nastal posun k lepším výsledkům. Nanovláknna PID a PBI rezistivitu zvýšila. Před měřením byly folie s nanovláknny vrstveny na sebe. Pro měření byl vytvořen třívrstvý kompozit. Od každé modifikace byly změřeny 4 vzorky. V grafu (Graf. 2) byl vynesena srovnávací vzorek DS s PA6. Další značení vzorku obsahuje druh polymerních nanovláken a nanosenou plošnou hmotnost. Značení obsahuje název použitých nanovláken. První číslo obsahuje plošnou hmotnost g/m^2 a druhé číslo značí vrstvy folií s nanovláknny.

Ve výsledcích je patrné zvýšení rezistivity ($\text{Ohm}\cdot\text{cm}$) při větším nánosu plošné hmotnosti nanovláken. Podle trendu výsledků by měla rezistivita růst exponenciálně. Výsledek PID_5_3 má nižší rezistivitu než by se předpokládalo. Je možné, že nastala chyba měření. Chyba mohla nastat při výrobě anebo poškozením v přepravě kompozitu. Pro větší přesnost výsledků by bylo potřeba vyhodnocení více kompozitů. V porovnání PBI_3_3 a PID_3_3 při stejné plošné hmotnosti nanovláknů PID vykazovala vyšší rezistivitu.



Graf 2: Vyhodnocení rezistivity

Zdroj: Fakulta elektrotechnická (doc. Ing. Radek Polanský, Ph.D., 2018)

2.2 Porovnání netkaných textilií

Druhý experiment byl proveden na totožném zařízení. Zvlákňování se provedlo na více různých podkladových netkaných textiliích. Během zvlákňovacího procesu se porovnával vliv netkané textilie mezi dvěma kolektory. Pro zvlákňovací proces byl použit jeden roztok polymeru.

2.2.1 Zvlákňování polymerního roztoku PU

Pro tento experiment byl zvolen polymer z řady polyuretanů s obchodním názvem Larithan. Tento polymer byl rozpuštěn v DMF a EA. Výsledný roztok PU sušiny měl 23,8 % s viskozitou 2,252 Pas a vodivostí 6,3 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

2.2.2 Strunová sběrná elektroda

Nastavení zařízení pro všechny podklady bylo s napětím -5/40 kV s pojezdem hlavy 2,5s a průvlakem hlavy 0,7 mm. Použitý drát byl 0,2 mm. Vzdálenost zvlákňovací elektrody od sběrné elektrody bylo 170 mm a sběrná elektroda od podkladu byla vzdálena 25 mm. Vypočítaná intenzita elektrického pole měla hodnotu 0,2308. Do zařízení z klimatizace proudil vzduch s vlhkostí 18,2 % s teplotou 24 °C při 100 m³/h. Rychlost podkladu byla 300 mm/min.

S prvním použitým podkladem bílé barvy od JNC fibers bylo zvlákňování velmi slušné a jen na krajích se tvořilo zavláknění. Toto zavláknění se tvoří mezi kolektorem a krytem převíjení drátu u zvlákňovací elektrody. Další podkladový materiál byla netkaná textilie od firmy Lydall, na kterou zvlákňování probíhalo klasicky. Občas se v procesu nacházelo vousování. Třetí podklad byl bílý spunbond Reemay 2214 od firmy Fiberweb. Zvlákňovací proces obsahoval vosování a zavláknění krajů. Vlákná létala po zvlákňovací komoře a jejich ukládání na podklad bylo pomalé a nehomogenní. Na podkladu byly viditelné defekty. Modrý vodivý spunbond byl použit jako další podkladový materiál. Zvlákňovací proces byl viditelný, nevykazoval žádné abnormality. Poslední netkaná textilie byla Pegatex S s červeným zbarvením. Tento nevodivý spunbond vykazoval odpuzování vláken, která se měla ukládat na textili. Zvlákňovací proces byl špatný a vlákna létala po zvlákňovací komoře zařízení.

2.2.3 Kontaktní sběrná elektroda – nekonečný pás

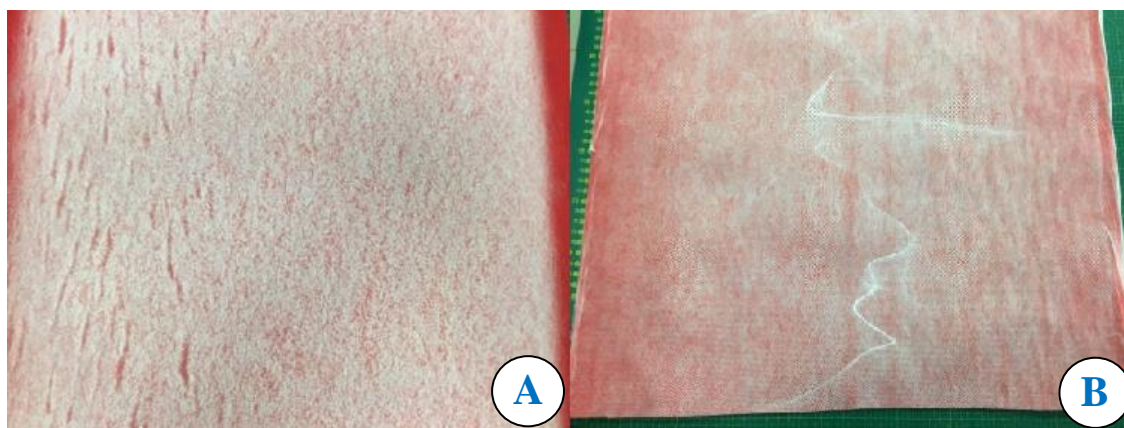
Nastavení zařízení pro všechny podklady bylo stejné. Napětí bylo -3/40 kV s pojezdem hlavy 2,5s a průvlakem hlavy 0,7 mm. Použitý drát byl 0,2 mm. Vzdálenost zvlákňovací elektrody od nekonečného pásu bylo 200 mm. Vypočítaná intenzita elektrického pole měla hodnotu 0,2150. Do zařízení z klimatizace proudil vzduch

s vlhkostí 19 % s teplotou 24 °C při 100 m³/h. Rychlost podkladu byla stejná jako u předešlého experimentu.

Použité netkané textilie s kontaktní elektrodou vykazovaly klasický zvláknovací proces bez obtíží. Podklad od firmy Lydall byl velmi vodivý a v kontaktu s nekonečným pásem přerušil nabíjení sběrné elektrody zvýšením proudů do omezovače zdroje na hodnotu 7,69 mA. Při tomto pokusu bylo napětí jen -0/40 kV. K žádným výbojům nedocházelo. Poslední netkaná textilie spunbond Pegatex S červené barvy, při začátku zvláknovacího procesu se objevilo vousování na struně. Poté zvláknování probíhalo bez větších obtíží.

2.2.4 Vyhodnocení parametrů

Tento proces byl proveden odebráním tří vzorků plošné hmotnosti na m² po šíři podkladu. Celkově z každé netkané textilie bylo odebráno šest vzorků. Poté další vyhodnocení bylo provedeno zařízením na měření prodyšnosti, které probíhalo při 200 Pa na l/m²/s. Celkem na jedné netkané textilií bylo provedeno deset měření. Dalším krokem bylo odebrání vzorků pro vyhotovení snímku na elektronovém mikroskopu (SEM). Po vyhotovených snímcích byla na nich změřena šířka nanovláken. Na každém snímku bylo náhodně změřeno 40 kusů nanovláken.



Obrázek 16: Optické porovnání nanovláknenné vrstvy

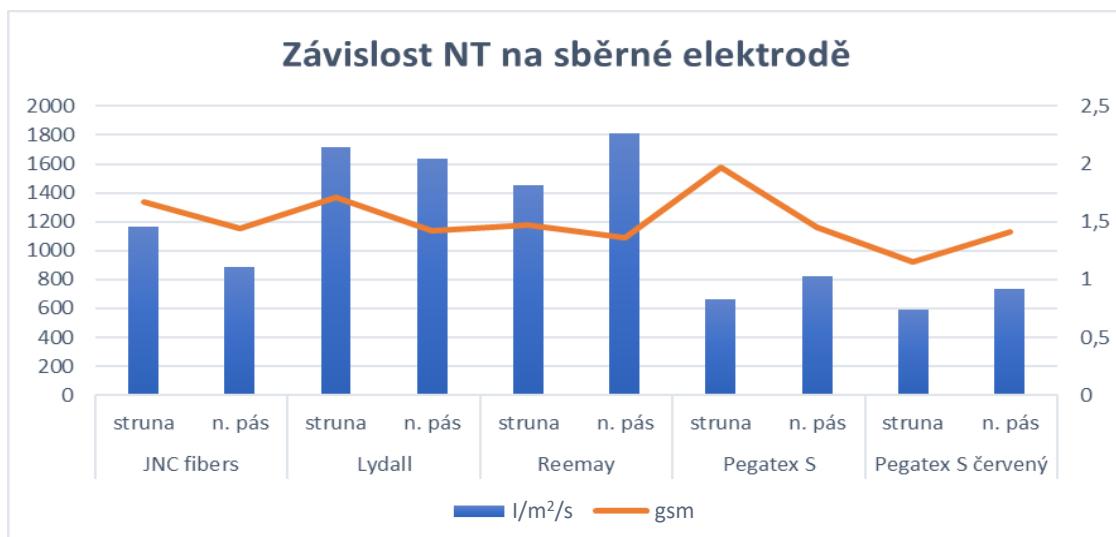
Na snímcích (obr. 16) je znázornění optické porovnání nanovláknenné vrstvy PU na podkladovém materiálu Pegatex S. Snímek A znázorňuje použití kontaktní sběrné elektrody a snímek vpravo je strunová sběrná elektroda. Na snímcích je viditelný rozdíl

povláknění podkladového materiálu. Na snímku B důsledkem kontaktu s nekonečným pásem se nanovláknena lépe rozprostřela na podkladový materiál a kopírovala strukturu spunbondu. Na rozdíl od snímku B, na kterém je viditelné vousování nanovláken a nehomogenita nanovláknenné vrstvy.

2.2.5 Porovnání výsledků použitých kolektorů

Po naměřené plošné hmotnosti z netkaných textilií a prodyšnosti s nanovláknny bylo provedeno vyhodnocení naměřených hodnot pomocí MS Excel, které sloužilo k vytvoření grafů. Zjištění čisté prodyšnosti nanovláknenné vrstvy bylo provedeno změřením čistě netkané textilie a povlákněné netkané textilie. Hodnoty naměřené na netkané textilii bez nanovláken z kterých byl vytvořen průměr naměřených hodnot a také průměr naměřených hodnot netkané textilie s nanovláknny. Průměrná hodnota čistého podkladu byla odečtena z průměrné hodnoty podkladu s nanovláknny. Byl vytvořen průměr z naměřených hodnot z každé netkané textilie.

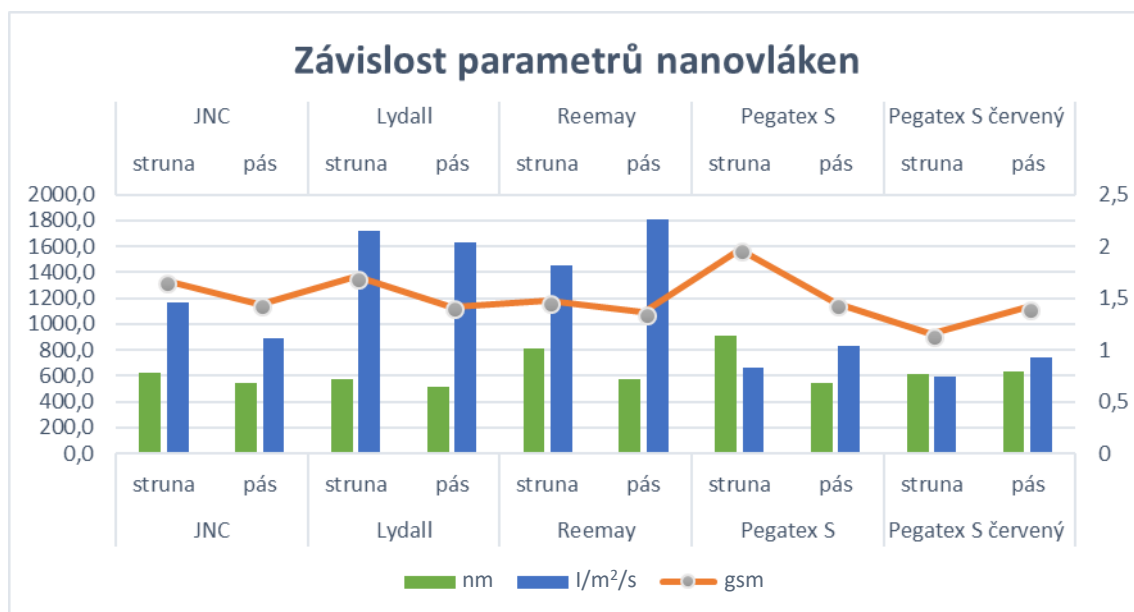
V grafu (Graf 3) je znázorněna závislost netkané textilie na druhu sběrné elektrody. Porovnání pěti druhů netkaných textilií od různých výrobců. Každá netkaná textilie byla testována na strunové a na kontaktní sběrné elektrodě. V grafu je zobrazena prodyšnost ($l/m^2/s$) nanovláknenné vrstvy a její plošná hmotnost na m^2 (gsm). Na levé straně grafu jsou znázorněny hodnoty prodyšnosti a na pravé straně hodnoty gramů. Oranžová linie znázorňuje váhu nanovláken na dané netkané textilii. Modré sloupce znázorňují prodyšnost nanovláken na dané netkané textilii.



Graf 3: Závislost NT na sběrné elektrodě

2.2.6 Porovnání výsledků s průměry vláken

V dalším grafu (Graf 4) se nachází porovnání průměrné prodyšnosti ($l/m^2/s$), plošné hmotnosti a šířky nanovláken. Rozložení grafu je podobné jako v předešlém. Modré sloupce představují prodyšnost nanovláčkové vrstvy a oranžová linie vyznačuje plošnou hmotnost nanovláken na m^2 na každé netkané textílii zvlášť. Do grafu byly zaneseny průměrné hodnoty šířek nanovláken v nanometrech (nm). Tato průměrná hodnota byla vynesena zelenými sloupci.



Graf 4: Závislost parametrů nanovláčkové vrstvy

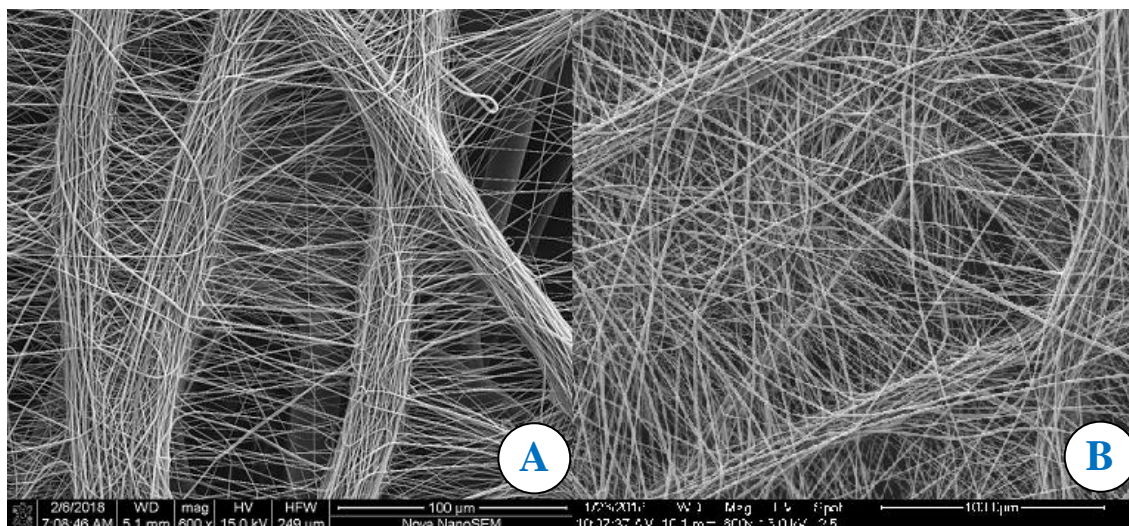
2.2.7 Optické porovnání snímku ze SEM

Toto optické porovnání bylo provedeno z každého vyhodnoceného podkladového materiálu s nanovláknennou vrstvou. Snímek nanovláken z kontaktní sběrné elektrody byl porovnán se snímek konvenční strunové sběrné elektrody. Porovnání bylo provedeno s každým podkladovým materiálem. Snímky byly vytvořeny s různým zvětšením a některé snímky jsou prezentovány. Na snímcích se zvětšením 5000x byly měřeny průměry vláken.

Tabulka 6: Průměr průměrů vláken

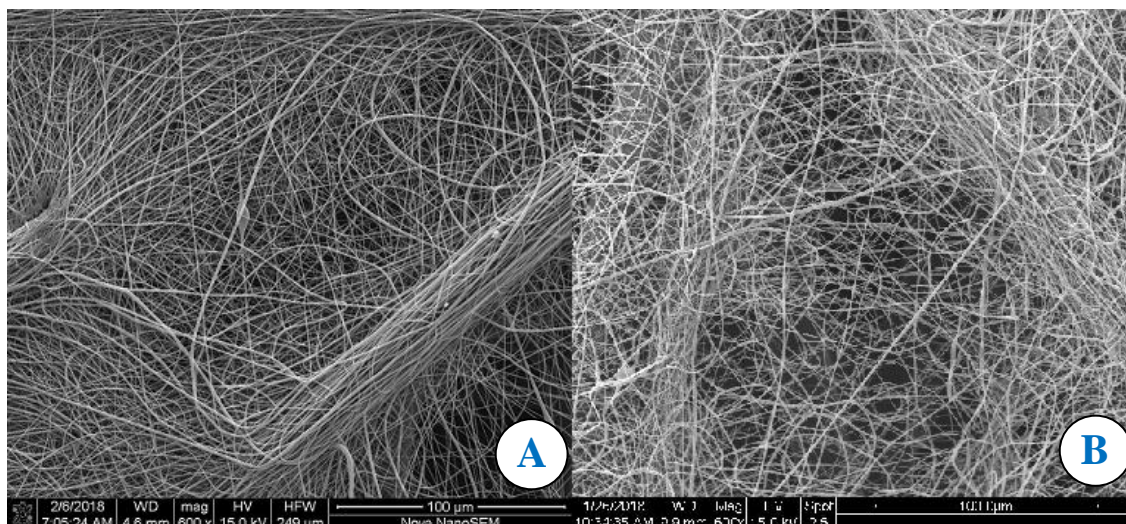
	JNC	Lydall	Reemay	Pegatex S	Pegatex S červený
Nekontaktní el., struna	618 nm	577,9 nm	810,6 nm	906,2 nm	612,8 nm
Kontaktní el., nekonečný pás	542,3 nm	513,8 nm	572,5 nm	547,6 nm	634 nm

V tabulce (Tab. 6) byly vyneseny průměrné hodnoty průměrů nanovláken v nanometrech. Nanovláknena byla vytvořena na dvou odlišných kolektorech a pěti různých podkladových materiálech.



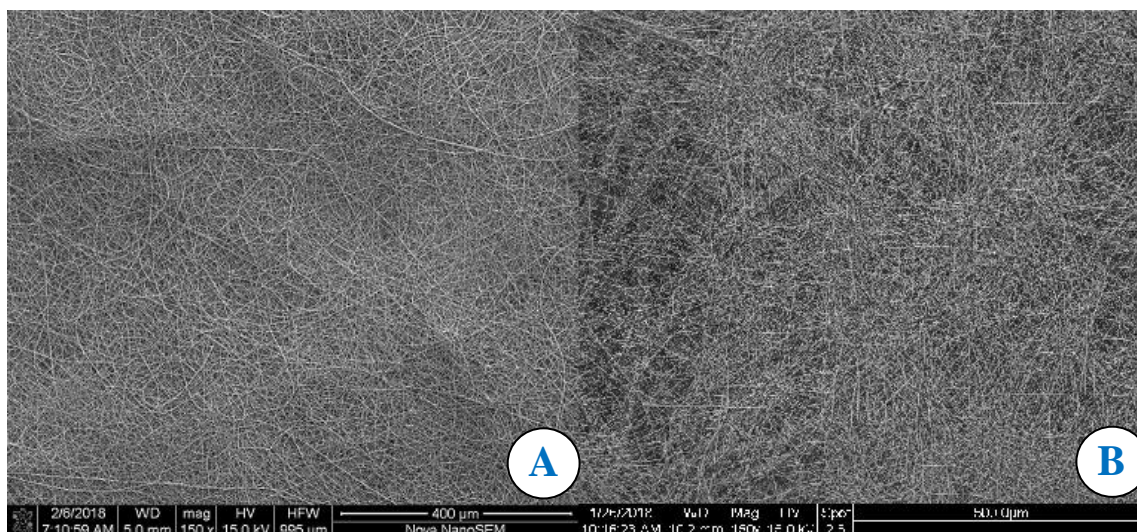
Obrázek 17: Podklad JNC, zvětšení 600x (SEM)

Snímky na (obr. 17) znázorňují povlákňení netkané textilie JNC. Na snímku A byly vlákna orientovaná. Vlákna netkané textilie kopírují póry mezi vlákny. Docházelo k přemostění nanovláknky a tím byly ve většině orientované v jednom směru. Na snímku B byla vlákna nahodile orientovaná.



Obrázek 18: Podklad Lydall, zvětšení 600x (SEM)

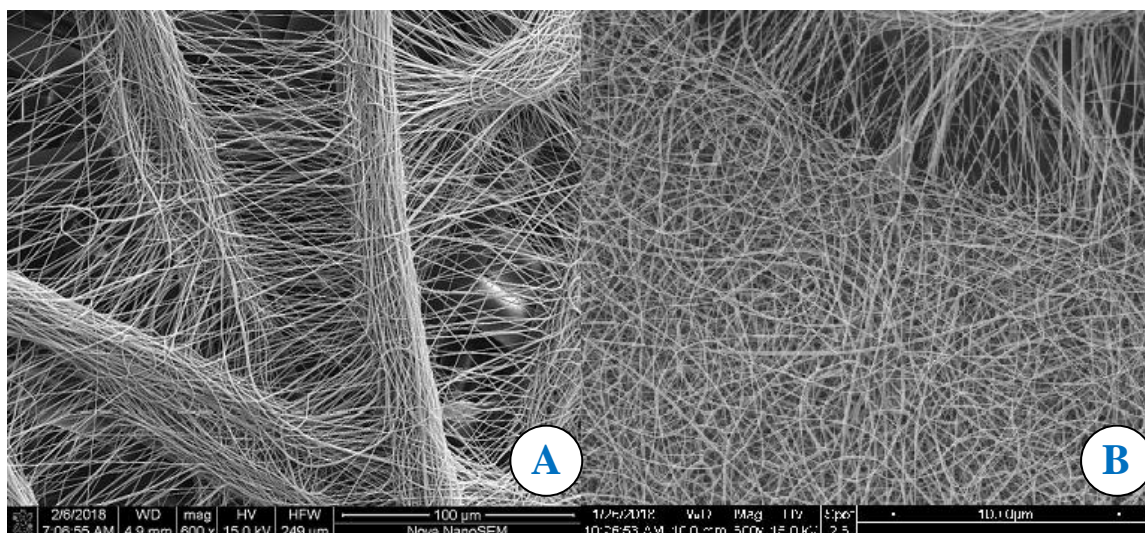
Na snímku A (obr. 18) je viditelná částečná orientace v jednom směru oproti snímku B ze strunové sběrné elektrody.



Obrázek 19: Podklad Reemay 2214, zvětšení 150x (SEM)

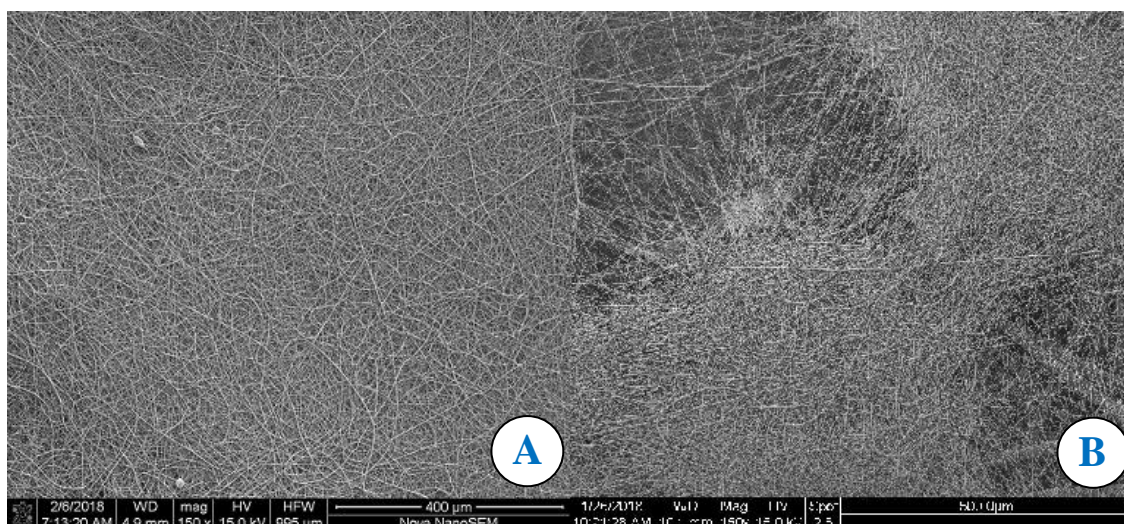
Snímky (obr. 19) s menším zvětšením znázorňují rozdíl mezi kontaktem podkladu se sběrnou elektrodou oproti nekontaktní verzi. Na snímku A je viditelné povlákňení

v celém rozsahu. Na snímku B tmavší odstín znázorňuje méně vláken v tomto místě. Podkladová textilie není rovnoměrně pokryta nanovláknem.



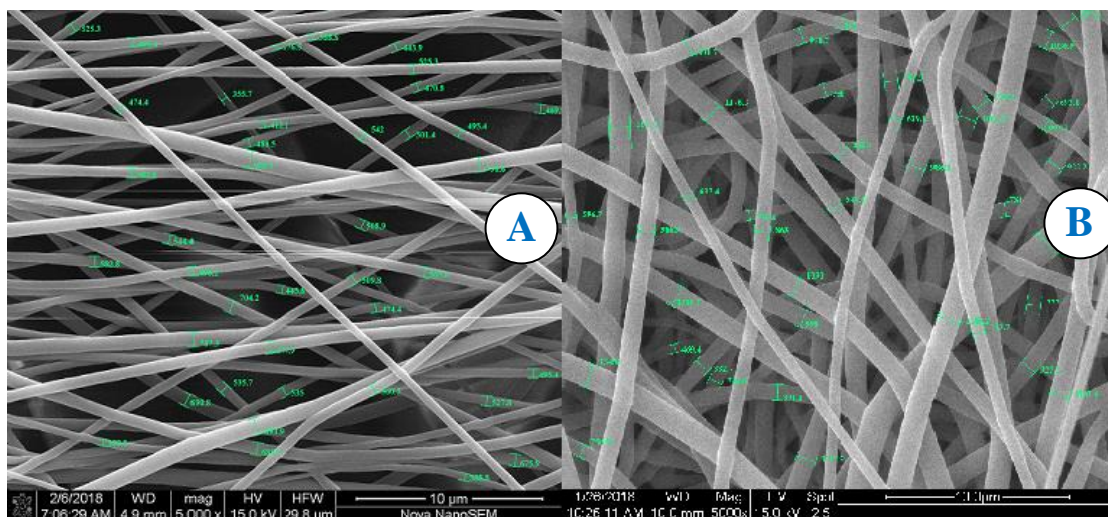
Obrázek 20: Podklad Pegatex S, zvětšení 600x (SEM)

Snímky na (obr. 20) znázorňují povláknění netkané textilie Pegatex S. Na snímku A byla vlákna orientovaná. Vlákna netkané textilie kopírují póry mezi vlákny. Docházelo k přemostění nanovláknem a tím byla vlákna ve většině orientovaná v jednom směru. Na snímku B byla vlákna nahodile orientovaná. Podobný snímek byl (obr. 16).



Obrázek 21: Podklad Pegatex S méně vodivý, zvětšení 150x (SEM)

Snímky méně vodivého spunbondu Pegatex S s nanovlákný (obr. 21) znázorňují rozložení umístěných nanovláken na podkladovém materiálu. Na snímku A důsledkem kontaktu méně vodivého spunbondu s nekonečným pásem došlo rovnoměrnému pokrytí nanovlákný v celé šíři. Nanovlákná se nacházela i v kontaktních bodech vytvořených rastrovaným kalandrem. Na snímku B v tmavších místech bylo viditelné nedokonalé pokrytí nanovláken v kontaktních bodech na spunbondu.

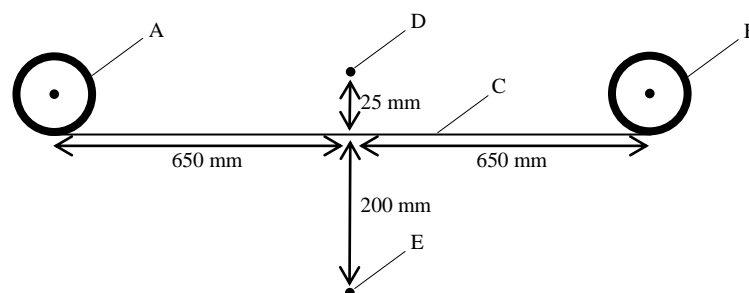


Obrázek 22: Podklad Pegatex S, zvětšení 5000x (SEM)

Snímky (obr. 22) znázorňují uspořádání nanovláken při použití rozdílných sběrných elektrodách. Na snímku A byla nanovlákná vytvořena na kontaktní elektrodě a jejich uspořádání je orientované. Nanovlákná na snímku B byla vytvořená na strunové sběrné elektrodě a uspořádání bylo náhodné.

3 CHARAKTERISTIKA PROUDŮ VYSOKÉHO NAPĚTÍ

Vliv proudů vysokého napětí na podkladové materiály byl zkoumán na zařízení Nanospider™. Podkladový materiál byl naistalován do zařízení a spuštěn proces vysokého napětí. Na záporném zdroji vysokého napětí bylo nastaveno fixních - 5 kV. Na kladném zdroji vysokého napětí bylo nastaveno počátečních 10 kV. Dalším krokem bylo zvyšování vysokého napětí na kladném zdroji vždy o 10 kV. Na každém bodě byly zaznamenávány proudy vysokého napětí v mA. Zvyšování bylo provedeno až do maximálních hodnot zařízení (-5/60 kV). Testování podkladu bylo provedeno i opačným směrem. Na kladném zdroji bylo nastaveno fixních 5 kV. Na záporném zdroji bylo počátečních - 10 kV a zvyšovalo se až do maxima (-40/5 kV). Po zaznamenání proudů ve všech bodech, byly výsledky zpracovány v Excelu. Nastavení zařízení bylo pro všechny testy stejné. Vlhkost v zařízení byla 20 %. Vzdálenost zvláknovací elektrody od podkladu byla 200 mm. Vzdálenost sběrné strunové elektrody od podkladu byla 25 mm.



Obrázek 23: Schéma testování podkladových materiálů. (A, B – uzemněné válce, C – podkladový materiál, D – sběrná elektroda (CE) záporně nabíjena, E – zvláknovací elektroda (SE) kladně nabíjena.

Tabulka 7: Identifikace podkladů

Podklad	Uce = -5 kV, Use = 60 kV		Uce = -5 kV, Use = 50 kV	
	Sběr. El. (mA)	Zvl. El. (mA)	Sběr. El. (mA)	Zvl. El. (mA)
Lydall	0,04	0,35	0,02	0,19
Silikonovaný papír	0,16	0,16	0,10	0,10
Spunbond modrý	0,17	0,17	0,11	0,11
JNC fibers	0,17	0,17	0,11	0,11
Spunbond červený	0,25	0,26	0,16	0,17
PE/PP	0,28	0,30	0,17	0,19
Reemay 2214	0,29	0,30	0,19	0,19
Bez podkladu	0,34	0,34	0,22	0,22

V identifikaci podkladů (Tab. 7) byly vybrány hodnoty ze dvou bodů. Z bodů – (-5/60 kV a -5/50 kV) byly hodnoty vyneseny v mA. Zkoušeny byly podkladové materiály z netkaných textilií, které byly použity v experimentální práci. Pro porovnání byl přidán silikonovaný papír s nižší rezistivitou a s vyšší rezistivitou netkaná textilie z PE/PP. V tabulce výše je znázorněna vodivost podkladových materiálů. Podklad Reemay 2214, netkaná textilie PE/PP jsou v tabulce viděny jako nejméně vodivé podklady. Další uvedené podklady mají nižší rezistivitu. Podklad Lydall vykazoval nejvyšší hodnoty 0,04 a 0,35 mA. Opačné nastavení sběrné elektrody -40 kV a zvláknovací elektrody 5 kV vykazovali proudy 0,00 a 6,75 mA. Tyto extrémní hodnoty měly za následek výboje a shazování zdroje vysokého napětí. Tento podklad byl velmi vodivý, měl nízkou rezistivitu.

4 DISKUSE VÝSLEDKŮ

Experiment, který byl proveden, měl přiblížit, jaký mohou mít vliv sběrné elektrody s podkladovým materiálem na nanovlákná. Dalším experimentem by mohlo být zahrnutí více podkladových materiálů a dalších různých polymerních roztoků. Cílem by mohlo být vytvoření seznamu používaných podkladových materiálů a polymerních roztoků hodících se k dané sběrné elektrodě. Dalším cílem bylo přenesení kontaktní sběrné elektrody v podobě nekonečného pásu do průmyslové výroby. Tento cíl byl naplněn tím, že došlo k vytvoření širší sběrné elektrody s vlastním pohonem nekonečného pásu do průmyslové linky v šíři 1,6 m a více.

Největší nepřesnosti výsledků v experimentu mohlo být povlákňení folií. Pro testy bylo velmi malé množství podkladového materiálu. Další možné nepřesnosti v praktické části ve výsledcích mohly být způsobeny málo frekventovaným počtem měření. Pro nastínění problematiky byl tento výzkum dostačující a nechává prostor pro další rozvoj v této oblasti.

Na základě použitých materiálů a jejich zkoumáním a vyhodnocením nastala hypotéza, a to taková, že podklady s vyšší rezistivitou (méně vodivé) se vlivem působení vysokého napětí v zařízení nabíjejí. Částice prachu přitahují náboj a tím se kumulují u podkladového materiálu. Vlákna nesené elektrickým větrem narazí na prachové částice. Poté dochází k vybití vláken s částicemi prachu. Rekombinací náboje může být vyzáření energie v podobě UV nebo měkkého rentgenu. Vlákna, které se vybíjejí na prachových částicích samovolně poletují po zvlákňovací komoře, protože prachové částice nejsou pevně vázány s podkladovým materiálem.

Budoucím experimentem by mohlo být vytvoření nové kontaktní nebo nekontaktní sběrné elektrody v laboratorním nebo v průmyslovém měřítku.

5 ZÁVĚR

V této diplomové práci byl zkoumán vliv sběrné elektrody na nanovláknennou vrstvu a následné vyhodnocení výsledků. V teoretické části bylo popsáno použité vybavení a podobné technologie.

V experimentální části byly zpracovány návrhy použití různých polymerních roztoků a podkladových materiálů. Prvním experimentem bylo vytvoření kompozitu elektroizolantu složeného z folie a nanovláken roztoku polymeru PID, PEI. Nejprve testy byly simulovány na PE folii. Po přípravách a optimalizaci zvláknovacích procesů bylo finálně povrstveno nanovláknny 12 slídivých elektroizolačních materiálů (folií) roztokem polymeru PID a PBI, které mají výborné elektroizolační vlastnosti. Pro vyšší výrobnost nanovláken byla použita kontaktní elektroda ve formě nekonečného pásu pro zkrácení výrobního času. Vrstva nanovláken z roztoku polymeru PID vyrobena na strunové sběrné elektrodě obsahovala defekty. Roztok polymeru PEI byl vyřazen pro jeho nedostatečné výsledky, optimalizace polymerního roztoku nebyl cíl této práce.

Vyhodnocení bylo provedeno odebráním plošné hmotnosti a hodnoty byly vyneseny do grafu. Z grafu byly viditelné odlišnosti hodnot mezi použitými sběrnými elektrodami. Kontaktní sběrná elektroda ve formě nekonečného pásu vykazovala u obou použitých roztoků vyšší výrobnost nanovláken na elektroizolační folii. Z optického hlediska a ze snímku SEM u vrstvy z PID použitého na kontaktní elektrodě byla vrstva nanovláken bez defektu. Vrstva nanovláken z PBI obsahovala na obou sběrných elektrodách defekty ve formě nezvlákněného polymerního roztoku. Pro zlepšení nanovláknenné vrstvy by byla potřeba větší optimalizace roztoku polymeru PBI a podmínek zvláknovacího procesu. Toto nebylo úkolem předkládané diplomové práce. Vyhodnocení elektroizolačních vlastností bylo provedeno na Fakultě elektrotechniky Západočeské univerzity v Plzni. Výsledky testovaných kompozitů s nanovláknny PID a PBI byly uspokojivé. Rezistivita byla vyšší než u kompozitu s nanovláknny PA6. Byl potvrzen vliv důsledkem změny polymeru.

V druhé experimentální části byl testován vliv netkaných textilií na kontaktní sběrnou elektrodu ve formě nekonečného pásu a nekontaktní sběrnou elektrodu

ve formě struny. Tyto testy byly provedeny s jedním roztokem polymeru PU a shodným nastavením zvlákňovacího zařízení. Polymerní roztok byl nanesen na netkané textilie, které byly následně vyhodnoceny. Výsledky z průměrných hodnot plošných hmotností, prodyšností, průměrných hodnot průměru vláken a optické porovnání snímků ze SEM. Pro porovnání a lepší přehled byly hodnoty vyneseny do grafů. Závěrem této části vlivu sběrné elektrody na podkladový materiál a procesu tvorby nanovláken byl fakt, že každá sběrná elektroda vyhovuje na určitý podkladový materiál. Vliv měl i použitý polymerní roztok. Kontaktní elektroda byla výhodná pro méně vodivé podkladové materiály. Tím zvyšovala vodivost podkladového materiálu a docházelo ke kontrolovanému zvlákňovacímu procesu a vytváření rovnoměrnosti nánosu nanovláken. Vliv byl zaznamenán na orientaci nanovláken a jejich specifické ukládání na podkladový materiál. U strunové sběrné elektrody oproti sběrné elektrodě ve formě nekonečného pásu dochází ke korono efektu a tím ke ztrátám energie. Odlišnosti výsledků nanovlákných vrstev prokazují, že pro různý druh sběrné elektrody je vhodný různý podkladový materiál.

Identifikace podkladů byla vyhotovena pomocí vysokého napětí v zařízení Nanospider™. U vybraných podkladových materiálů byla zkoumána odlišná rezistivita. Tím to experimentem byl prokázán, jaký vliv měl podkladový materiál na zvlákňovací proces. Bylo tím vysvětleno, proč zvlákňovací proces na sběrných elektrodách byl rozdílný za stejných podmínek.

Tím to experimentem byly vytvořeny základy pro další testování podkladových materiálů s různou škálou polymerních roztoků při použití více druhů sběrných elektrod.

6 LITERATURA

CHVOJKA, JIŘÍ a DAVID LUKÁŠ. *Electrospun nanoyarns produced using special collectors. Nanocon* [online]. Rožnov pod Radhoštěm, 22. 10. 2009 [cit. 2017-09-15]. Dostupné z: http://nanocon2014.tanger.cz/files/proceedings/nanocon_09/Lists/Papers/127.pdf

JIRSÁK, OLDŘICH a KLÁRA KALINOVÁ. *Netkané textilie: Melt-blown* [online]. Liberec, 2012 [cit. 2018-02-08]. Dostupné z: https://nanoed.tul.cz/pluginfile.php/938/mod_resource/content/1/Oldrich%20Jirsak%20a%20Klara%20Kalinov%C3%A1.pdf

BEAUMONT, RALPH, DONALD CHRISTIE, OKRAPKIE JOHN A DAN WICKER. *Supplemental belt in combination with an endless belt in papermaking and method of installing the supplemental belt*. USA. US3399111A. Uděleno 01. 12. 1966. Zapsáno 27. 08. 1968.

KAISER, WOLFGANG. *Kunststoffchemie für Ingenieure: Polyimide (PI) - Eigenschaften, Verarbeitung und Anwendung*. In: *Kunststoffe.de* [online]. Německo: Hanser, 2015, 11/2015 [cit. 2018-03-10]. Dostupné z: <https://www.kunststoffe.de/themen/basics/hochleistungskunststoffe/polyimide-pi/artikel/polyimide-pi-eigenschaften-verarbeitung-und-anwendung-877672.html>

PIHERA, J., R. POLANSKÝ, M. ZEMANOVÁ, P. PROSR A JIŘÍ CHVOJKA. *Partial Discharges of Nonwoven Nanofibers Composite* [online]. Plzeň, 2016, str. 183-186 [cit. 2018-02-05]. Dostupné z: <https://dspace.tul.cz/handle/15240/19811>

WIKIPEDIA CONTRIBUTORS, *'Nanofiber'*, *Wikipedia, The Free Encyclopedia*, [Online] [cit. 2017-06-15]. Dostupné z: <https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Nanofiber&oldid=825758222>

ELMARCO, *NanospiderTM*. [Online] 2004–2018 [cit. 2017-07-25]. Dostupné z: <http://www.elmarco.cz/produkty/produkty/>

4SPIN, *Endless Belt C6*. [Online] 2015 [cit. 2017-09-20]. Dostupné z: <https://www.4spin.info/portfolio/collectors/c6-endless-belt>

POLYMER PROPERTIES DATABASE. *Polybenzimidazole (PBI)* [online]. c2015 [cit. 2018-02-03].

Dostupné z: <http://polymerdatabase.com/polymer%20classes/Polybenzimidazole%20type.html>

POLYMER PROPERTIES DATABASE. *Polyimide fibers* [online]. c2015 [cit. 2018-02-03]. Dostupné z: <http://polymerdatabase.com/Fibers/Imide.html>

POLYMER, *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2018 [cit. 2018-02-03]. Dostupné z: <https://cs.wikipedia.org/wiki/Polymer>

LEDERER, JAROMÍR. *Polyeuretany (PUR)* [online]. UJEP 2013 [cit. 2018-02-19]. Dostupné z: <http://chemistry.ujep.cz/userfiles/files/Polyuretany.pdf>

POLYETHYLENIMINE, *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2018 [cit. 2018-02-03]. Dostupné z: <https://en.wikipedia.org/wiki/Polyethylenimine>

LUKÁŠ, D., A. SARKAR, L. MARTINOVÁ, ET AL. *Physical principles of electrospinning (Electrospinning as a nano-scale technology of the twenty-first century)*. *Textile Progress* [online]. 2009, **41**(2), str. 59-140 [cit. 2017-08-10]. DOI: 10.1080/00405160902904641. ISSN 0040-5167. Dostupné z: <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/00405160902904641>

REKO S.R.O. *Produkty: Transportní a dopravníkové pásy* [online]. Jaroměř, 1992 [cit. 2018-03-27]. Dostupné z: <http://www.reko-sro.cz/transportni-a-dopravni-pasy.htm>

WIKIPEDIE. *Koróna (elektrotechnika)* [online]. Wikipedie: Otevřená encyklopedie, c2017 [cit. 2018-01-01]. Dostupné z: [https://cs.wikipedia.org/wiki/Kor%C3%B3na_\(elektrotechnika\)](https://cs.wikipedia.org/wiki/Kor%C3%B3na_(elektrotechnika))

WHAT IS CORONA EFFECT. *Electrical Notes and Articles* [online]. 2011 [cit. 2018-01-01]. Dostupné z: <https://electricalnotes.wordpress.com/2011/03/23/what-is-corona-effect/>

MORTON, WILLIAM JAMES. *Method of dispersing fluids*. USA. US705691A. Uděleno 29. 07. 1902. Zapsáno 20. 02. 1900.

GILBERT, WILLIEM. *De Magnete, Magneticisque Corporibus, et de Magno Magnete Tellure* [online]. 1956 [cit. 2018-04-14]. Dostupné z: https://books.google.cz/books?hl=cs&lr=&id=rCrj8itovSMC&oi=fnd&pg=PA1&dq=De+Magnete,+Magneticisque+Corporibus,+et+de+Magno+Magnete+Tellure&ots=g4edU2Aq36&sig=zNtUrrqpwmHPipIAXipvt6EKC0s&redir_esc=y#v=onepage&q=De%20Magnete%2C%20Magneticisque%20Corporibus%2C%20et%20de%20Magno%20Magnete%20Tellure&f=false

CHRONAKIS, IOANNIS S. *Novel nanocomposites and nanoceramics based on polymer nanofibers using electrospinning proces – A review*. *ScienceDirect: Journal of Materials Processing Technology* [online]. 30. 08. 2005, str. 283-293. [cit. 2018-04-16]. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2005.06.053>.

Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924013605006114>

TRONSTAD, ZACH. *Electrospinning: an overview* [online]. 2015. [cit. 2018-04-21]. Dostupné z: <https://zach-tronstad-srp.weebly.com/blog/electrospinning-an-overview>

WANG, SHU-HUA, YONG WAN, BIN SUN, LING-ZHI LIU A WEIJIANG XU. *Mechanical and electrical properties of electrospun PVDF/MWCNT ultrafine*

fibers using rotating collector [online]. 2012. [cit. 2018-04-21]. Dostupné z: <https://link.springer.com/article/10.1186/1556-276X-9-522>

7 PŘÍLOHY

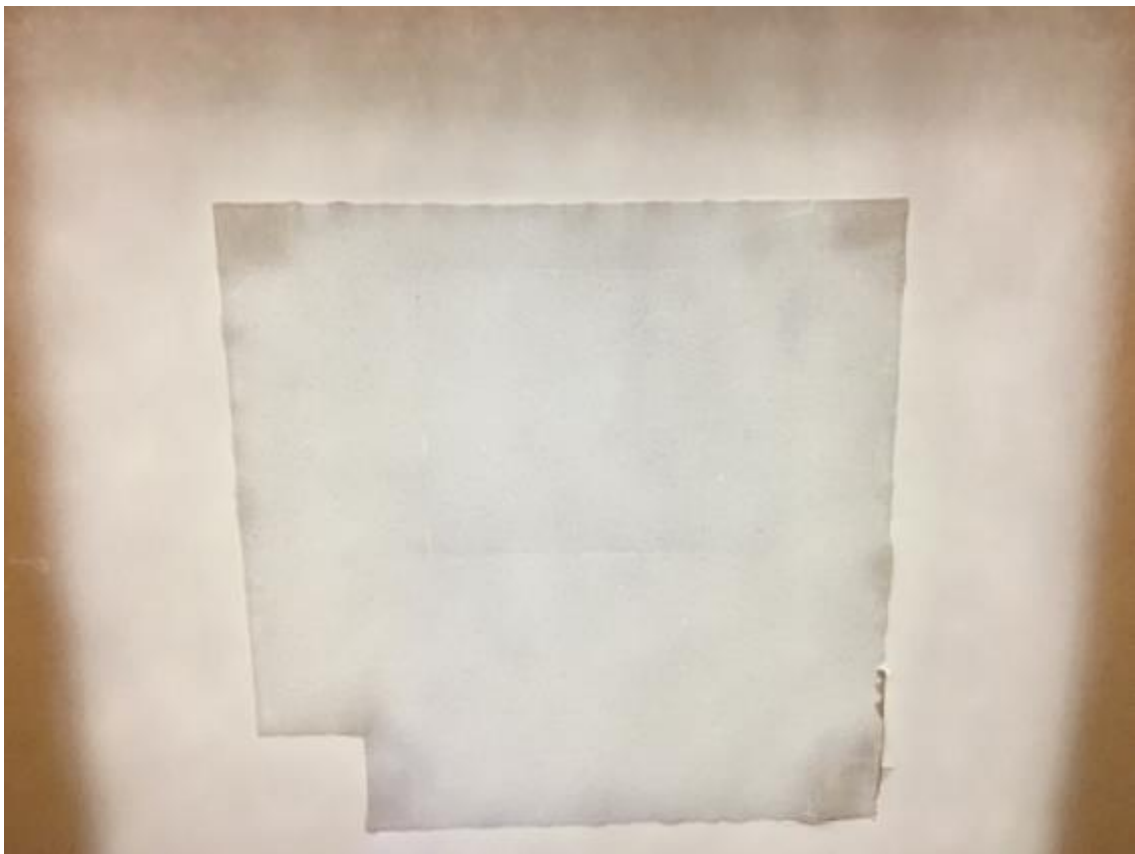
Seznam příloh:

Příloha 1: Fotodokumentace experimentální části

Příloha 1: Fotodokumentace experimentální části



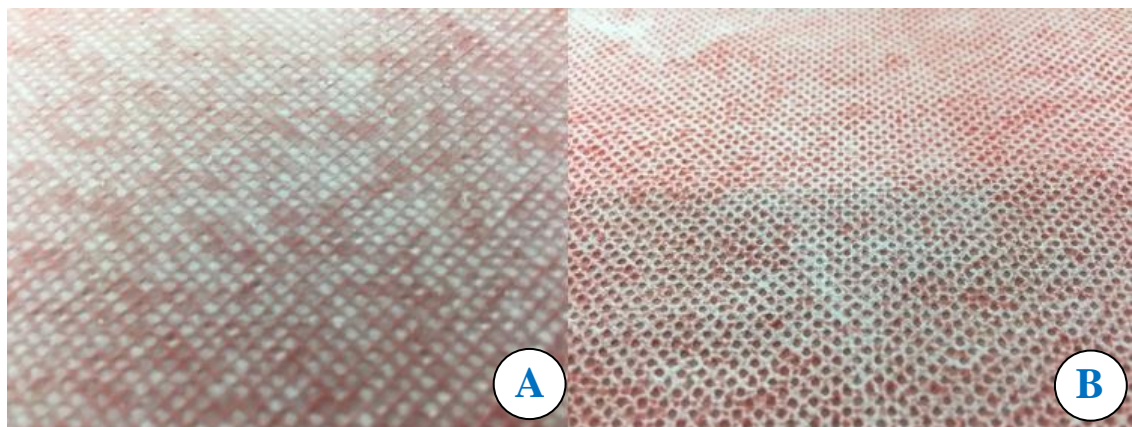
P1 Obrázek 1: Kolektor s PU nekonečným pásem



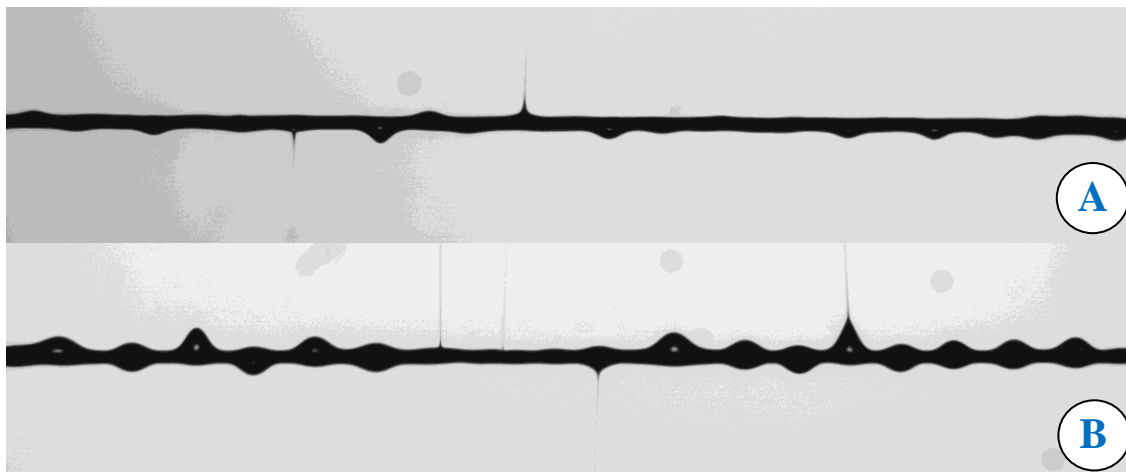
P1 Obrázek 2: Nanovlákná PID na elektroizolační fólii



P1 Obrázek 3: Detail nanovláknenné vrstvy PID vyrobené na strunové sběrné elektrodě



P1 Obrázek 4: Optické porovnání nanovláknenné vrstvy na podkladu Pegatex S. A – nanovláknenná vrstva vyrobena na kontaktní sběrné elektrodě, B – nanovláknenná vrstva vyrobená na strunové sběrné elektrodě.



P1 Obrázek 5: Znáornění průběhu elektrovlákňování. A – roztok polymeru PBI,
B – roztok polymer PID.