



# Zvlákňovací elektrody pro AC-electrospinning

## Disertační práce

*Studijní program:*

P2302 Stroje a zařízení

*Studijní obor:*

Konstrukce strojů a zařízení

*Autor práce:*

**Ing. Ondřej Bařka**

*Školitel práce:*

prof. Ing. Jaroslav Beran, CSc.

Katedra textilních a jednoúčelových strojů



## Prohlášení

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

Jsem si vědom toho, že na mou disertační práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci nezasahuje do mých autorských práv užitím mé disertační práce pro vnitřní potřebu Technické univerzity v Liberci.

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

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

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

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

6. září 2022

Ing. Ondřej Bařka

## **Abstrakt**

Předložená práce přináší nové poznatky v oblasti zvlákňovacích elektrod pro technologii AC-electrospinning, která slouží k výrobě nanovláknenných struktur. Představuje stávající i nové typy zvlákňovacích elektrod a popisuje výzkum vlivu konstrukčních parametrů elektrod na stabilitu procesu zvlákňování a produktivitu výroby nanovláken. Pozornost je zaměřena také na vliv napětí, frekvence a tvaru budicího signálu přivedeného na elektrodu na stabilitu zvlákňování a produktivitu výroby. Dále je představen vliv tvaru budicího signálu na tvorbu polymerní trysky. Byla také provedena analýza vlivu zvlákňovacích podmínek na výslednou nanovláknennou strukturu analýzou snímků pořízených SEM. Výsledky výzkumu uvedeného v práci otvírají nové možnosti pro navazující výzkum v oblasti AC-electrospinningu.

## **Abstract**

The presented work brings new knowledge in the field of spinning electrodes for AC-electrospinning technology, which is used for the production of nanofibrous structures. It presents existing and new types of spinning electrodes and describes research on the influence of electrode design parameters on the stability of the spinning process and the productivity of nanofiber production. Research is also focused on the effect of the voltage value, frequency and shape of the electric signal applied to the electrode on spinning stability and productivity. The influence of the shape of the electric signal on the formation of the polymer jet is also presented. An analysis of the influence of the spinning conditions on the resulting nanofibrous structure was also performed by analyzing images taken by SEM. The results of the research presented in the thesis open up new possibilities for follow-up research in the field of AC-electrospinning.



## Poděkování

Tímto bych rád poděkoval školiteli prof. Ing. Jaroslavu Beranovi, CSc. za odborné vedení při řešení disertační práce, Ing. Josefu Skřivánkovi, Ph.D., který mi byl asistentem při provádění laboratorních experimentů. Dále bych rád poděkovat Katedře textilních a jed-  
nouúčelových laboratoří za poskytnutí laboratoří a veškerých zařízení potřebných k pro-  
vedení výzkumu. Výzkum byl z velké části podporován projekty Studentské grantové  
soutěže, proto děkuji za možnost být jejich řešitelem a směřovat tak výzkum potřebným  
směrem. Poděkování také patří mé rodině a přátelům, kteří byli psychickou podporou ve  
všech nutných chvílích během celé doby studia.

# Obsah

Seznam symbolů a použitých veličin.....	8
1 Úvod.....	9
1.1 Cíl práce .....	10
1.2 Metodika .....	10
2 Technologie Electrospinning .....	11
2.1 DC-electrospinning .....	11
2.2 AC-electrospinning .....	12
2.3 Spinner .....	13
3 Zvlákňovací elektrody .....	16
3.1 Zvlákňovací elektrody pro DC-electrospinning.....	16
3.2 Zvlákňovací elektrody pro AC-electrospinning.....	24
3.2.1 Kulová přeplavovací zvlákňovací elektroda.....	26
3.2.2 Vícestupňová zvlákňovací elektroda .....	26
3.2.3 Přeplavovací elektrody pro specifické aplikace.....	27
4 Jednostupňová přeplavovací elektroda .....	30
4.1 Kuželová elektroda.....	30
4.1.1 Simulace.....	30
4.1.2 Vliv geometrie hlavy elektrody na produktivitu.....	32
4.1.3 Vliv napětí, tvaru a frekvence elektrického signálu na produktivitu .....	35
4.1.4 Modifikace sinusového průběhu .....	43
4.1.5 Analýza průběhu zvlákňovacího procesu .....	49

4.2	Eliminace tvorby vláken na stopce elektrody .....	64
4.2.1	Měření produktivity elektrody se zastíněnou stopkou .....	66
4.3	kulová elektroda .....	69
5	Skupina jednostupňových elektrod .....	72
6	Vícestupňové přeplavovací zvlákňovací elektrody .....	74
6.1	úvod.....	74
6.2	vliv počtu stupňů elektrody na produktivitu .....	74
6.3	Vliv vzdálenosti mezi stupni elektrody na produktivitu .....	77
6.3.1	Simulace elektrického pole .....	79
6.4	Dvoustupňová elektroda s individuálně přeplavovanými stupni .....	84
6.4.1	Konstrukce elektrody s individuálním přeplavováním.....	84
6.4.2	Experiment s individuálním přeplavováním.....	86
6.5	Vliv relativní vlhkosti na produktivitu vícestupňových.....	89
7	Závěr .....	92
7.1	Dosažené výsledky .....	92
7.2	Další směřování výzkumu.....	93
8	Reference .....	95
	Publikace autora.....	101
	Patenty autora .....	103
	Seznam příloh .....	104

## Seznam symbolů a použitých veličin

symbol	jednotka	popis
$A_k$	[kV]	amplituda konstatntního napětí
D	[mm]	průměr hlavy elektrody
f	[Hz]	frekvence signálu
$f_{max}$	[Hz]	limitní frekvence
CH1		kanál 1 na osciloskopu
CH2		kanál 2 na osciloskopu
CH3		kanál 3 na osciloskopu
$I_{trek}$	[V]	měřený ekvivalentní proud obvodem
P	[1]	poměr $T_k/T_{0,5}$
R	[mm]	poloměr zaoblení zvlákňovací plochy
T	[s]	perioda
$T_{0,5}$	[s]	půlperioda
$T_k$	[s]	doba konstatntního napětí
$U_{Amp}$	[kV]	amplituda signálu
$U_{gen}$	[V]	měřené napětí signálu z generátoru funkcí
$U_{RMS}$	[kV]	efektivní hodnota napětí na výstupu zesilovače
$U_{trek}$	[V]	měřené ekvivalentní výstupní napětí treku
$V_{pp}$	[V]	napětí špička-špička měřené osciloskopem
$V_{RMS}$	[V]	napětí efektivní měřené osciloskopem

# 1 Úvod

Výroba nanovláken z volné hladiny polymerního roztoku účinkem elektrického proudu, dále electrospinning, patří v současné době k nejproduktivnějším metodám, které se v praxi používají pro průmyslovou výrobu nanovláken. Nanovláčenné produkty nabízejí velký potenciál pro uplatnění v mnoha oborech lidské činnosti [1–11]. Tento obor je stále poměrně mladý a velmi dynamicky se vyvíjející a získané poznatky jsou již v praxi v určité míře využívány. Existuje celá řada nanovláčenných produktů, či zařízení pro jejich výrobu, které jsou již dostupné na trhu. Příkladem jsou dobře známé stroje Nanospider původně české společnosti Elmarco, [12, 13] které se uplatňují pro výrobu nanovláken určených pro různé aplikace světa. Jednou z nejčastějších průmyslových aplikací, kde je nanovláčenné využíváno je výroba filtračního materiálu s vysokou efektivitou záchytu částic o rozměrech desítek či stovek nanometrů. Další velmi zajímavou a důležitou oblastí, kde se využití nanovláken předpokládá, je tkáňové inženýrství, kde se pro výrobu nanovláčenných zpravidla využívají biodegradabilní materiály. Této oblasti jsou známé například nanovláčenné náplasti, které zabraňují prosakování střevní anastomózy a jsou již podrobovány in vitro a in vivo testům [14, 15].

Zmíněné aplikace využívají nanomateriál, který má plošnou strukturu. Jedná se zpravidla o materiál tvořený z podkladové netkané textilie, na kterou jsou nanovláčena nanosená a tvoří tak materiál typu sandwich.

Dalším nanovláčenným produktem, ve kterém se předpokládá vysoký potenciál, je nanovláčenná příze. Jedním takovým produktem je jádrová nanovláčenná příze vyvinutá na Technické univerzitě v Liberci [16, 17]. Tento materiál se uplatňuje zejména v oblasti výroby filtračních materiálů, jako jsou filtrační tkaniny, či svíčkové filtry [18]. Předpokládá se ale také jeho využití v medicíně v podobě chirurgických nití s léčivými inkorporovanými do nanovláčenných [19].

Pro všechny zmíněné aplikace je nutné vyvíjet a optimalizovat zařízení, která budou schopna vyrábět nanomateriál s požadovanou topologií a strukturou a to nejen pro fázi laboratorních testů, ale i pro budoucí průmyslové využití.

## 1.1 Cíl práce

Předložená práce se zabývá výzkumem, vývojem a konstrukcí zvlákňovacích elektrod používaných pro AC-electrospinning [20], které jsou nejdůležitější částí každého zařízení na výrobu nanovláken. Hlavním cílem je výzkum vlivu elektrických veličin a konstrukčních parametrů elektrody na proces AC-electrospinning a vývoj zvlákňovacích elektrod s vysokou produktivitou výroby nanovláken.

## 1.2 Metodika

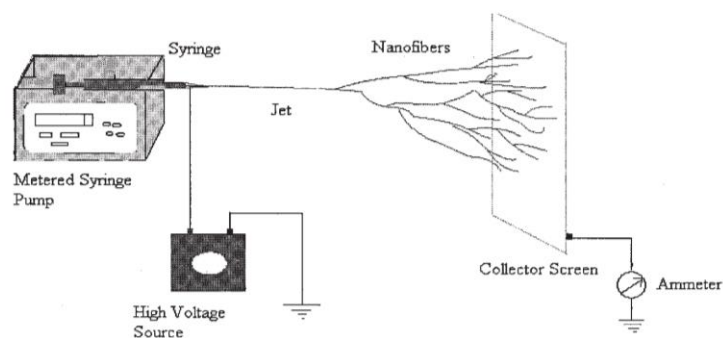
Při výzkumu budou propojeny numerické metody matematicko-fyzikálního modelování elektrického pole s využitím MKP, verifikační experimenty provedené na laboratorních zvlákňovacích zařízeních. Pro provádění simulací elektrického pole bude využíván software Autodesk Simulation Mechanical. Experimenty budou zaměřeny převážně na měření produktivity výroby nanovláken pro nové i stávající typy zvlákňovacích elektrod. Měření bude probíhat principem vážení vzorku nanovláken vyrobeného za určitý čas, z čehož bude určena produktivita v gramech za minutu (podrobněji v příloze 1). Ve všech případech bude jako vstupní materiál pro zvlákňování použit desetiprocentní roztok polymeru PVB Movital B60H v 96% etanolu (příloha 2). Jako zdroj elektrického napětí bude používán vysokonapěťový zesilovač TREK 50/12 kombinaci s generátorem vstupního signálu OWON AG1022 (příloha 3). Pro dodávku polymerního roztoku bude využívána zejména šneková pumpa vyvinutá na TUL [21] a také zubové čerpadlo od Micropumps [22], upravená pro provoz při vysokém napětí (příloha 4).

## 2 Technologie Electrospinning

Electrospinning je obecně metoda výroby nanovláken, která využívá účinky elektrického pole na hladinu polymerního roztoku. Jsou známé dvě základní metody, a to DC-electrospinning, který využívá účinků stejnosměrného elektrického proudu a AC-electrospinning, který využívá účinků střídavého elektrického proudu. Technologické zařízení pro electrospinning je nazýváno Spinner a jeho hlavním členem je tzv. zvlákňovací elektroda, na kterou je vždy připojen zdroj elektrického potenciálu (v případě DC-electrospinningu také kolektor). Zvlákňovacích elektrod existuje mnoho typů a jejich konstrukcí jsou dány technologické vlastnosti procesu zvlákňování a kvalita a topologie nanovlákněné struktury. Základní fyzikální veličina, která se u obou metod přímo podílí na zvlákňování, je intenzita elektrického pole, dále intenzita. Je přímo úměrná potenciálu elektrického pole a závislá na geometrii zvlákňovací elektrody. Například pro elektrodu ve tvaru drátu intenzita na jeho povrchu klesá s kvadrátem jeho průměru, respektive klesá s převrácenou hodnotou křivosti plochy drátu [23]. Při překonání kritické hodnoty intenzity dojde k narušení povrchového napětí zvlákňovaného roztoku polymeru a tvorbě tzv. Taylorových kuželů, ze kterých jsou následně tvořena nanovlákná [24, 25].

### 2.1 DC-electrospinning

DC-electrospinning je metoda zvlákňování, která využívá pro výrobu nanovláken stejnosměrný elektrický proud, respektive napětí. V principu se zvlákňovací zařízení musí vždy skládat ze zvlákňovací elektrody a také z kolektoru, který má oproti elektrodě rozdílný elektrický potenciál (obrázek 2.1). Hodnoty rozdílu potenciálu jsou zpravidla v řádu desítek kilovolt, přičemž v praxi často bývá elektroda nabitá opačným nábojem, než kolektor a rám zařízení je uzemněn. Kolektor zároveň slouží jako součást systému pro ukládání nanovlákněného materiálu. Zpravidla je přes jeho povrch převíjena netkaná textilie, na kterou jsou vyrobená nanovlákná nanášena. Takto vzniklý produkt je následně navíjen na zbožíový vál. [26]

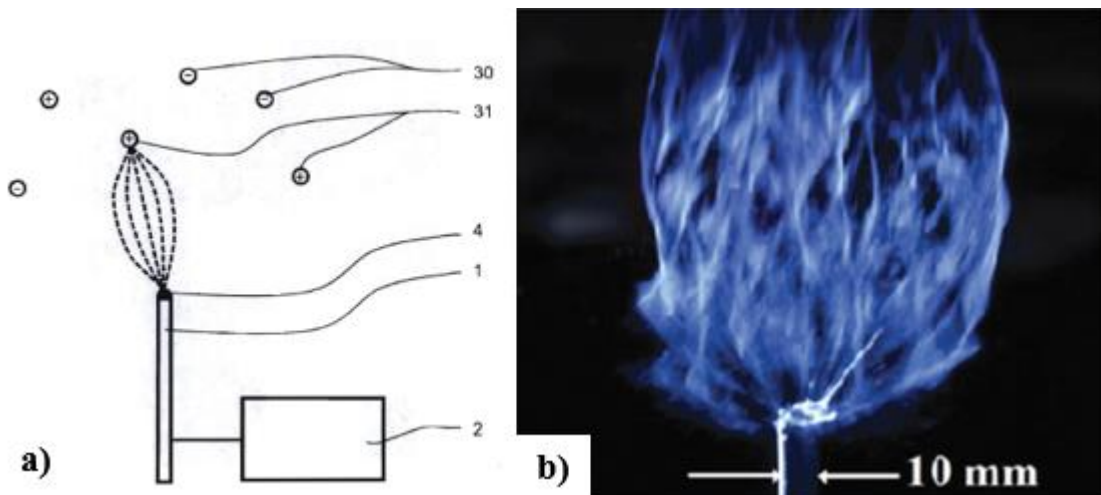


Obrázek 2.1 princip DC-electrospinningu [27]

## 2.2 AC-electrospinning

Tato metoda, která byla vyvinuta na Technické univerzitě v Liberci, využívá k tvorbě nanovláken střídavý elektrický proud, respektive napětí [20, 28, 29]. Na obrázku 2.2 a) je schematicky znázorněn základní princip metody. Na zvlákňovací elektrodu (1) je přivedeno střídavé napětí a elektrické pole se tvoří mezi samotnou elektrodou a ionty vzduchu (30, 31) Při technologii AC-electrospinningu není nutná přítomnost proti-elektrody, (tzv. kolektoru), která v tomto případě vzniká samovolně a opakovaně v bezprostřední blízkosti zvlákňovací elektrody. Hovoří se tak o tzv. virtuálním kolektoru, který je tvořen z elektricky nabitých nanovláknenných segmentů. Znaménka elektrických nábojů unášených svazky nanovláken vytvořených zvlákňovací elektrodou se rychle střídají. Svazky nanovláken jsou buď pozitivně, nebo negativně nabitě, přičemž jejich elektrický náboj odpovídá příslušné půlvině střídavého elektrického proudu. Působením elektrického pole dochází k destabilizaci volné hladiny polymerního roztoku, která vede k tvorbě polymerních trysek a jejich následnému dloužení na nanovláknena. Proces vzniku a zániku polymerních trysek odpovídá změně polarity elektrického pole. Nabitě nanovláknenné svazky jdoucí bezprostředně za sebou se přitahují a vytváří útvar, který nazýváme nanovláknennou vlečkou. Vzniklá vlákna se shlukují například do lineárního útvaru ve formě pruhu, který je v prostoru unášen elektrickým polem ve směru jeho gradientu. Ukázka výroby vláken je na obr. 2.2 b) Nanovláknena vzniklá tímto způsobem je tak možné ukládat libovolným způsobem. Je možné je nanášet na plošnou podkladovou textilií, jako v případě DC-electrospinningu, ale s výhodou je lze přímo transformovat do podoby lineárního útvaru, jakým je například příze, či přízi podobný útvar [20, 30].



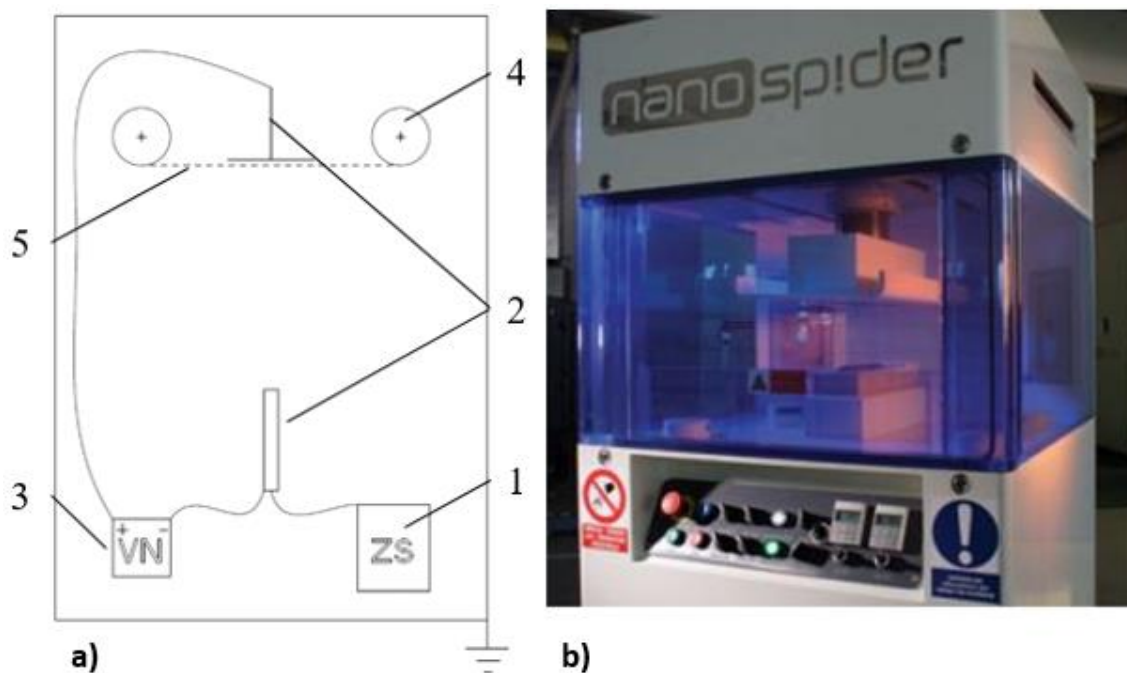


Obrázek 2.2 a) princip AC-electrospinningu [20], b) záznam výrobního procesu [30]

### 2.3 Spinner

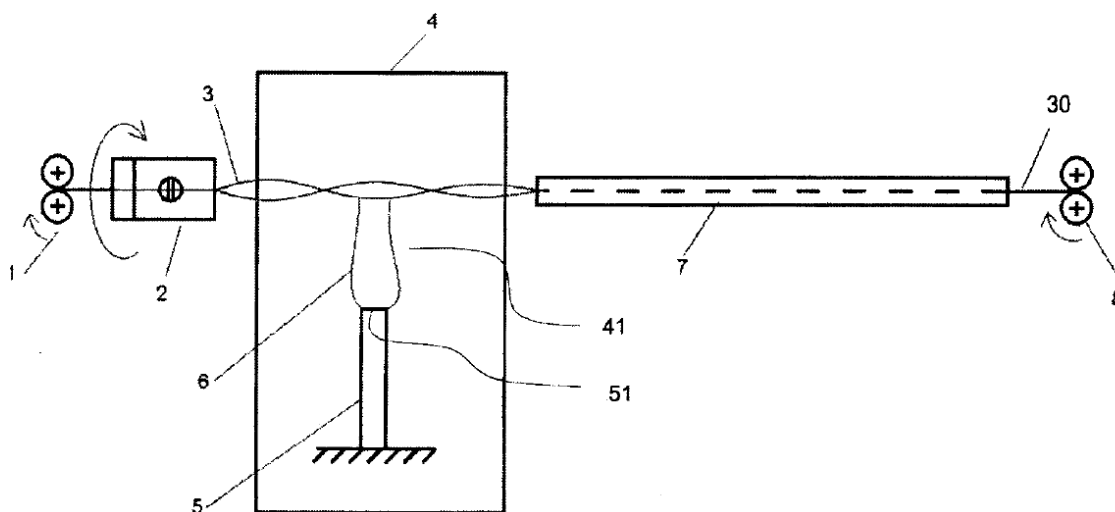
Spinner je technologické zařízení, které pro výrobu nanovláken jak metodou DC-electrospinning tak metodou AC-electrospinning. Podle toho se také hovoří o DC-spinneru nebo o AC-spinneru. Spinnery lze také rozdělit na laboratorní a průmyslové. Případně mohou mít různá přívzviska podle určené aplikace, například přízový spinner nebo membránový spinner.

Každý spinner se skládá z několika základních částí. Je to vždy systém pro dopravu polymerních roztoků, respektive tavenin, dále samotný systém zvlákňování účinkem elektrického proudu. U DC-spinneru je to elektroda a kolektor, u AC-spinneru jen elektroda. V obou případech je součástí zdroj vysokého napětí. Součástí je vždy také systém pro ukládání vyrobených nanovláken do podoby finálního produktu, který zpravidla bývá umístěn mimo aktivní zvlákňovací komoru a někdy bývá jako samostatný člen celé výrobní linky. U DC-spinneru, který je schematicky vyobrazen na obrázku 2.3 a) se zpravidla jedná o nanášení nanovláken na podkladovou netkanou textilii převíjenou z předlohy na zbožový vál přes elektricky nabitý kolektor, což je nutná podmínka, aby byla vlákna na textilii ukládána. Výsledným produktem je tedy dvouvrstvý sandwichový materiál. Na obrázku 2.3 b) je příklad laboratorní verze stroje Nanospider™ od společnosti Elmarco.



Obr. 2.3 a) Schéma DC-spinneru (1) systém zásobování polymeru, (2) zvláknovací systém (elektroda + kolektor), (3) Zdroj vysokého napětí, (4) Systém převíjení podkladové textilie, (5) podkladová textilie, b) laboratorní Nanospider

Na obr. 2.4 je schematicky zobrazen příklad AC-spinneru, který slouží pro výrobu jádrové nanopříze. V tomto typu spinneru obsahuje zvláknovací systém pouze elektrodu (5) a vyrobená nanovláknna se pohybují od elektrody směrem nahoru v souvislém proudu připomínajícím rukávec. Nanovláknna jsou následně zachytávána balónující přízí (3), což lze pozorovat v detailu na obr. 2.5 a). Příze je zároveň převíjena od odvíjecího ústrojí (1) k navíjecímu ústrojí (8). Vzniká tak jádrová nanovláknenná příze, jejíž příčný řez je zobrazen na obr. 2.5 b).



Obr. 2.4 Schéma AC-spinneru pro výrobu jádrové nanopříze [17]



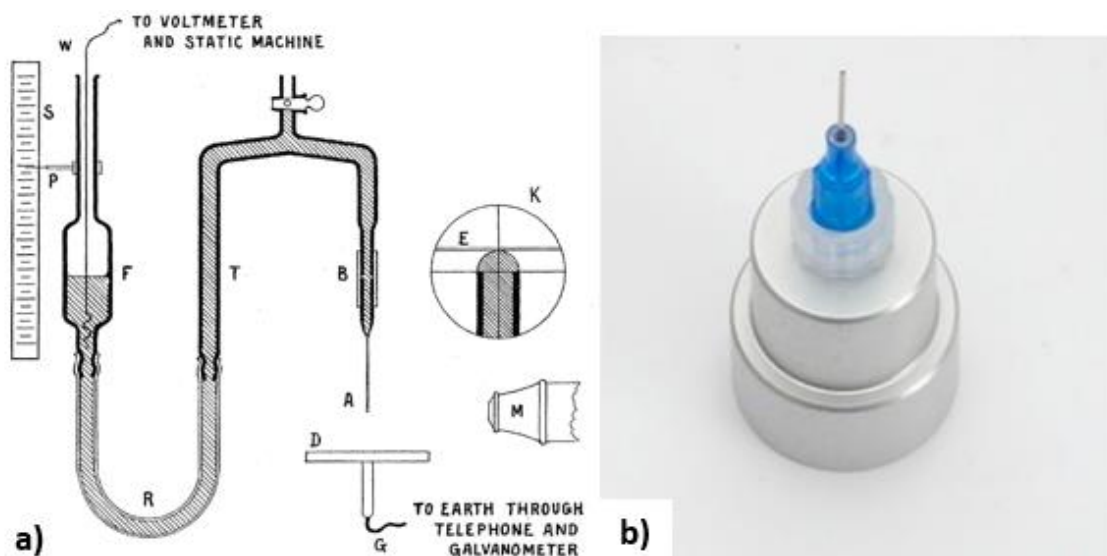
Obr. 2.5 a) Záznam nanášení nanovláken na balónující jádro [16], b) SEM snímek příčného řezu jádrové nanopříze [16]

Z principu nanášení nanovláken na balónující přízi vyplývá podmínka pro rozměrové vlastnosti nanovláknenného rukávce. Aby byla nanovláknna spolehlivě nanášena na přízi, musí být rukávec maximálně tak široký, aby zaujímal prostor v okolí maximálního poloměru balónu, kde je také maximální obvodová rychlost příze. V místech s minimálním poloměrem balónu je zachytávání nanovláken nestabilní [16]. Z toho důvodu není pro tuto technologii vhodné použít zvlákňovací systémy, respektive elektrody, které slouží pro výrobu plošných nanovláknenných materiálů. Předložená práce se proto zabývá výhradně elektrodami určenými pro zařízení na výrobu jádrové nanovláknenné příze. Jedná se o tzv. tyčové přeplavovací elektrody a budou detailně popsány v další kapitole.

## 3 Zvlákňovací elektrody

### 3.1 Zvlákňovací elektrody pro DC-electrospinning

V oblasti DC-electrospinningu byl již proveden rozsáhlý výzkum a byly vyvinuty mnohé typy zvlákňovacích elektrod, nabývajících různých tvarů a principů. Pozornost bude zaměřena na některé nejdůležitější typy. Při pohledu do historie lze vypožorovat, že DC-electrospinning a výzkum elektrod k jeho provozu není nijak nová záležitost. Již na začátku dvacátého století byly podány první patenty na rozprašování kapalin účinkem elektrického proudu [31–33]. Jedny z prvních experimentů s účinky elektrického proudu na povrch kapaliny byly provedeny v roce 1914 [34], kdy byl pozorován vznik kapalinné trysky. Jako elektroda byla použita jehla, kterou lze vidět ve schématu experimentu na obr. 3.1 a). Zde se sice nejednalo o přímou snahu o výrobu nanovláken, přesto tyto experimenty lze považovat za základ technologie DC-electrospinning a jehlu jako jednu z prvních zvlákňovacích elektrod. V současné době jsou jehlové zvlákňovací elektrody na trhu běžně dostupné a nabízí je celá řada výrobců. Na obr. 3.1 b) je zobrazen příklad jehlové elektrody, kterou dodává společnost Bionicia.



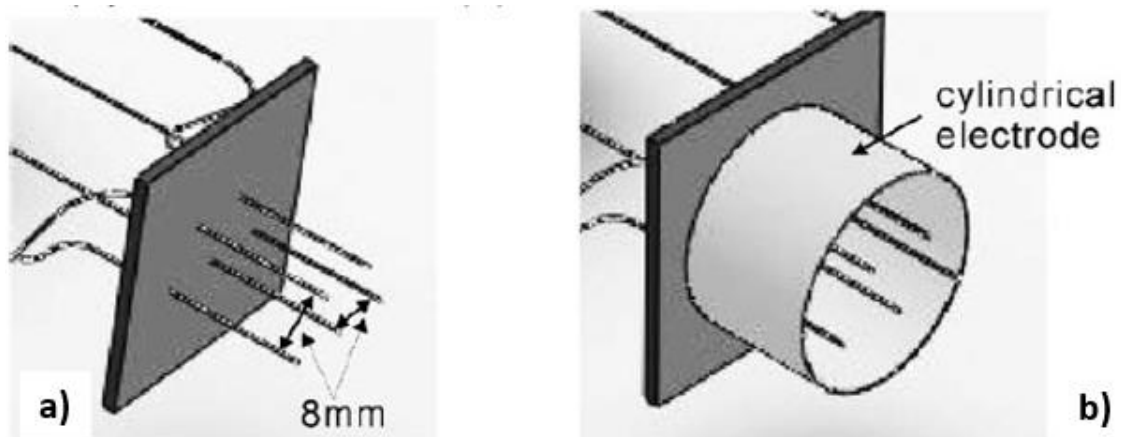
Obr. 3.1 a) Schéma experimentu [34], b) Příklad novodobé zvlákňovací jehly [35]

Ve snaze zefektivnit výrobní proces byly vyvíjeny vícetryskové jehlové elektrody, jejich podstatou je umístění více jehel vedle sebe v jedné či více řadách, případně v kruhovém uspořádání. Na obr. 3.2 jsou vyobrazeny příklady vícetryskových elektrod, které dodává společnost TONG LI TECH.



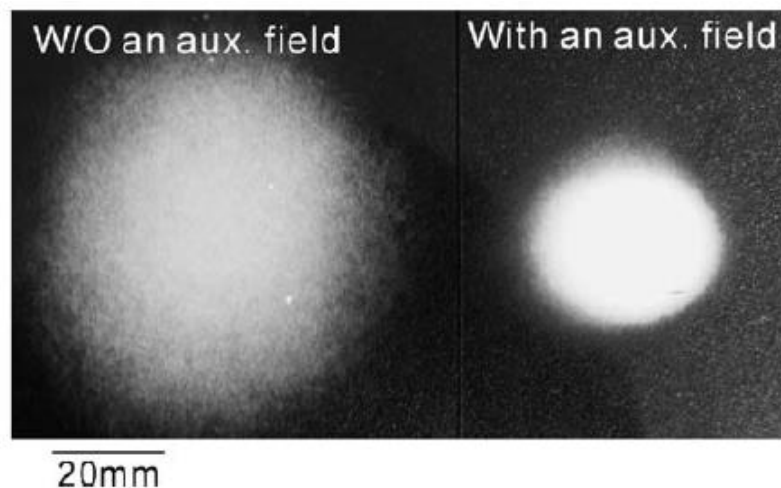
Obr. 3.2 Vícetryskové elektrody [36]

Výzkumníky z Korejského institutu pro strojírenství a materiály byla představena elektroda (obr. 3.3), která vychází z kruhové vícetryskové elektrody, kde je prostor kolem trysek ohraničen válcovou částí, nabitou na stejný potenciál jako trysky. Funkcí této elektrody je, že díky válcové části dochází ke stabilizaci proudu vyráběných nanovláken a nanosený vzorek dosahuje menší velikosti, než v případě tryskové elektrody bez válcové části (obr. 3.4). Zdroj však neuvádí, jaký má tato úprava elektrody vliv na produktivitu. [37]



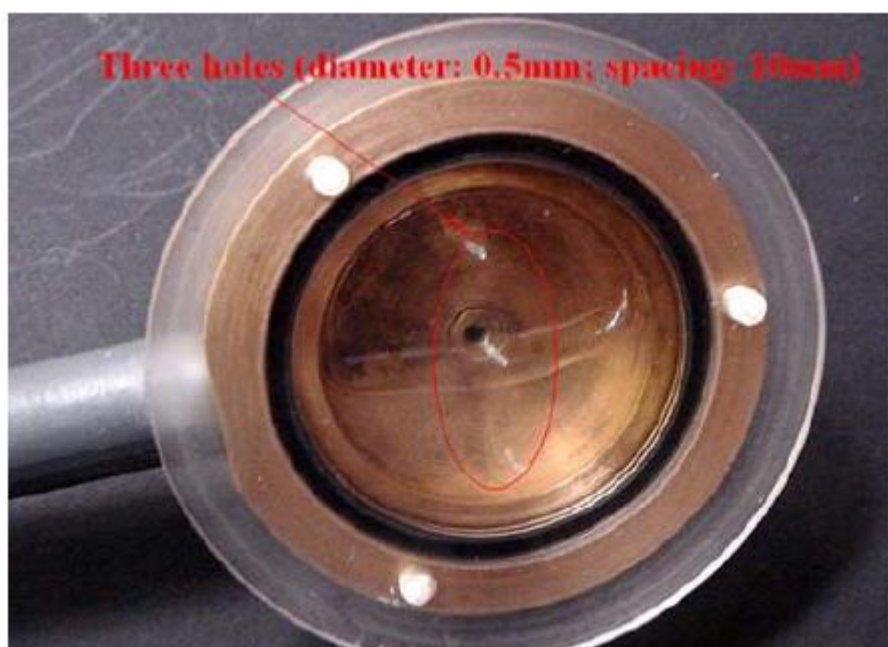
Obr 3.3 a) Vícetrysková elektroda, b) Vícetrysková stabilizační elektroda [37]





Obr 3.4 porovnání nanesených struktur [37]

Zajímavé řešení vícetryskové elektrody, zobrazené na obr. 3.5, bylo představeno v roce 2009 [38]. Jedná se o kruhovou elektrodu opatřenou třemi otvory, kterými proudí polymerní roztok. Nejedná se tedy o klasické uspořádání s jehlami. Autoři uvádí, že výhodou takové elektrody oproti jehlové je menší pravděpodobnost ucpávání trysek a také vyšší produktivita. Dále uvádí, že je velmi snadné doplnit elektrodu o více otvorů, případně zvětšit její průměr a tím ještě zvýšit produktivitu. V porovnání s polem jehlových elektrod je tak toto uspořádání jednodušší na výrobu i údržbu [38].

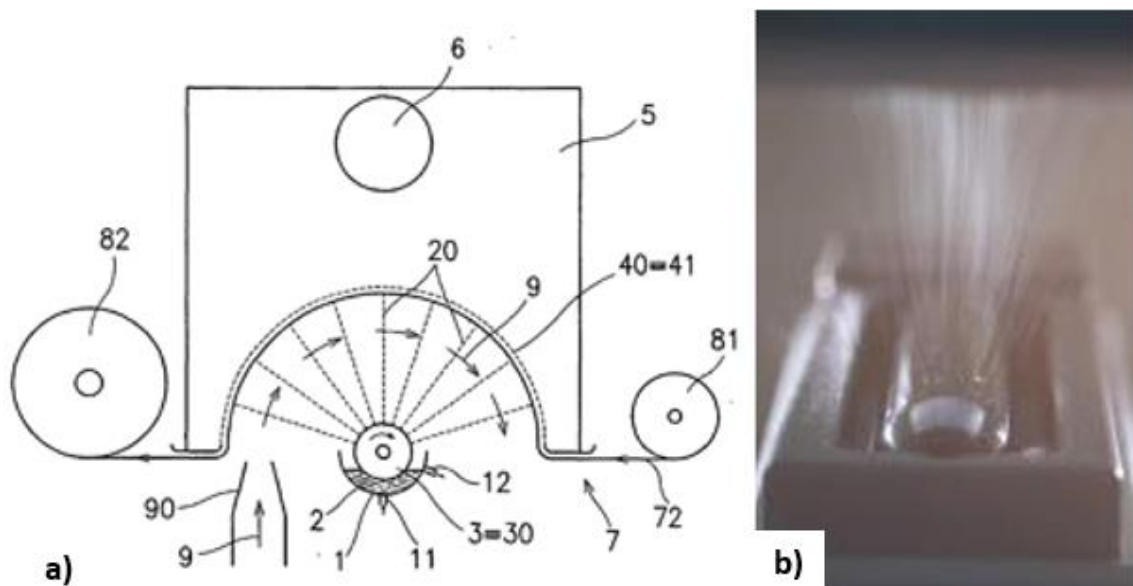


Obr. 3.5 Kruhová třítrysková elektroda [38]

Přes všechny snahy o zvýšení produktivity tryskových elektrod stále zůstávají hluboko pod možností masivní průmyslové výroby nanovláken a slouží výhradně pro výrobu

nanovláken ve strojích s nízkou produktivitou. Stále však zastupují určitý podíl ve světové výrobě nanovláken, zejména proto, že oproti jiným výkonnějším systémům nejsou tryskové elektrody patentově chráněny.

Zásadní průlom přišel v roce 2003, kdy tým profesora Jirsáka z Technické univerzity v Liberci dokázal, že je možné zvlákňovat nejen z trysky, ale také z volné hladiny a vyvinul zařízení, které to umožňuje. Na obrázku 3.6 a) je schéma principu zařízení. Podstatnou částí je elektroda, tvořená rotujícím válečkem (3), který je z části ponořen do polymerního roztoku (2) a v důsledku rotace je tento roztok vynášen na celý povrch válečku. Po přivedení napětí na váleček dojde ke zvlákňování a vyrobená nanovláknina jsou nanášena na netkanou textilií (72) převíjenou přes kovový perforovaný kolektor (40), který je nabitý opačným nábojem oproti elektrodě. Podkladová textilie je na povrchu kolektoru přidržována podtlakem. Na obrázku 3.6 b) je zobrazen detail válečku při výrobě nanovláken. Lze pozorovat velké množství vyráběných nanovláken.

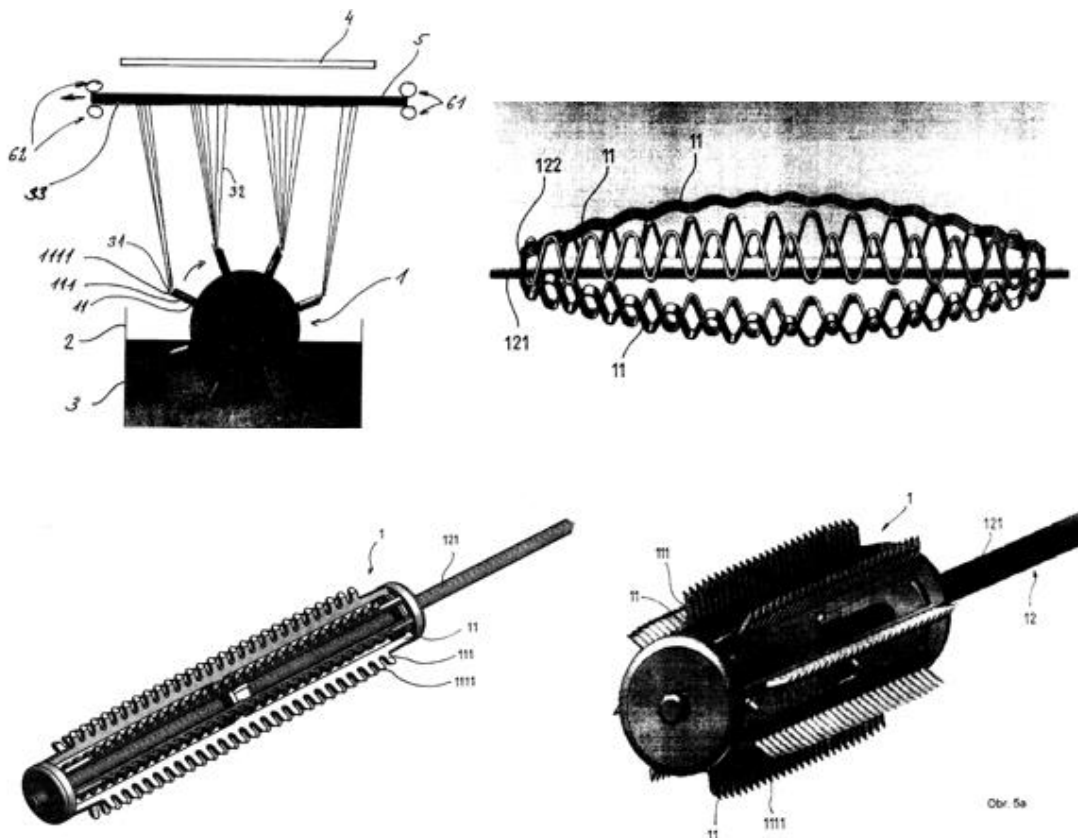


Obr. 3.6 a) Schéma zařízení pro zvlákňování z volné hladiny [26], b) Snímek válečku během výrobního procesu [39].

S příchodem tohoto vynálezu nastartoval celosvětově masivní zájem o electrospinning a nanovláknenné produkty a to nejen v rámci vědecké komunity, ale zejména v průmyslové praxi.

Ve snaze zvýšit produktivitu a také rovnoměrnost vrstvy nanovláken nanesených na podkladovou textilií vyvíjela společnost Elmarco další typy elektrod, které vycházely z principu rotujícího válečku. Na obrázku 3.7 je zobrazena rotační elektroda opatřená lamelami,

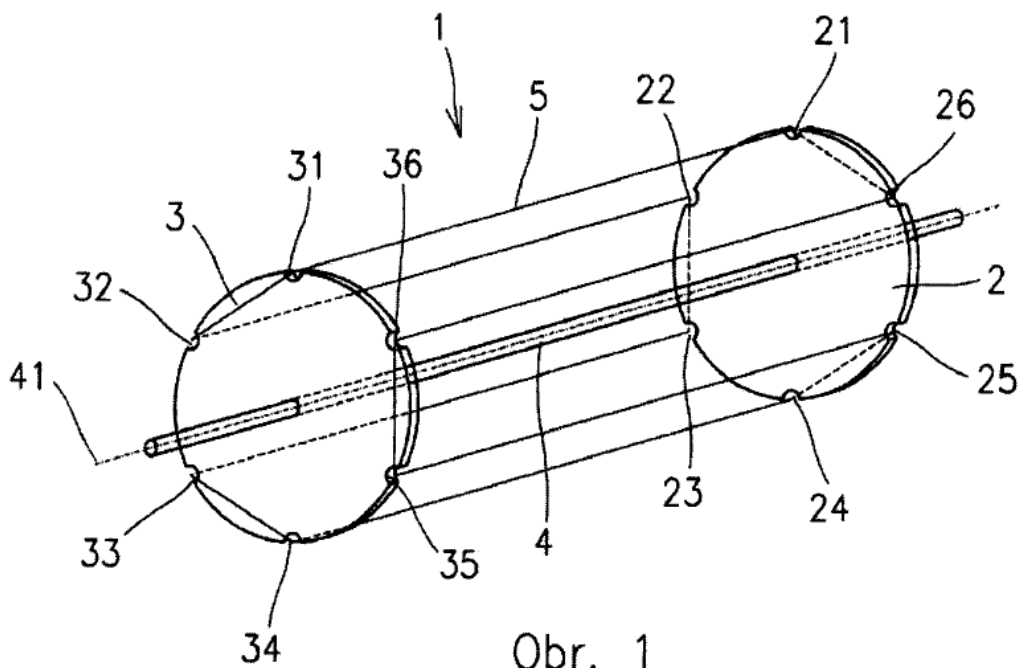
kteřé mohou být tvořeny více způsoby. Mohou to být například plechy s výstupky, zvlněné plechy, nebo také zvlněné tuhé dráty. Všechny varianty lamel jsou navrženy tak, aby na jejich povrchu byla maximální možná intenzita elektrického pole a bylo tak dosaženo maximální produktivity [40].



Obr 3.7 Lamelová elektroda [40]

V roce 2006 postoupila společnost Elmarco ve vývoji rotačních elektrod dále a představila rotační elektrodu vyobrazenou na obrázku 3.8. Elektroda je tvořena dvěma čely na společné hřídeli, mezi kterými je nataženo několik drátů po obvodu elektrody, uložených rovnoběžně s osou rotace. Podstatou je, že čela elektrody jsou tvořena z elektricky nevodivého materiálu a zvláknovací části jsou spojeny vodivě. Tato konstrukce je v porovnání s válečkem výhodnější v tom, že vyrobená nanovláknenná vrstva je rovnoměrnější po celé délce a je také možné vyrábět větší šíře. Rovněž intenzita elektrického pole je na drátech velmi vysoká a dochází tedy k velké produkci nanovláken [41].

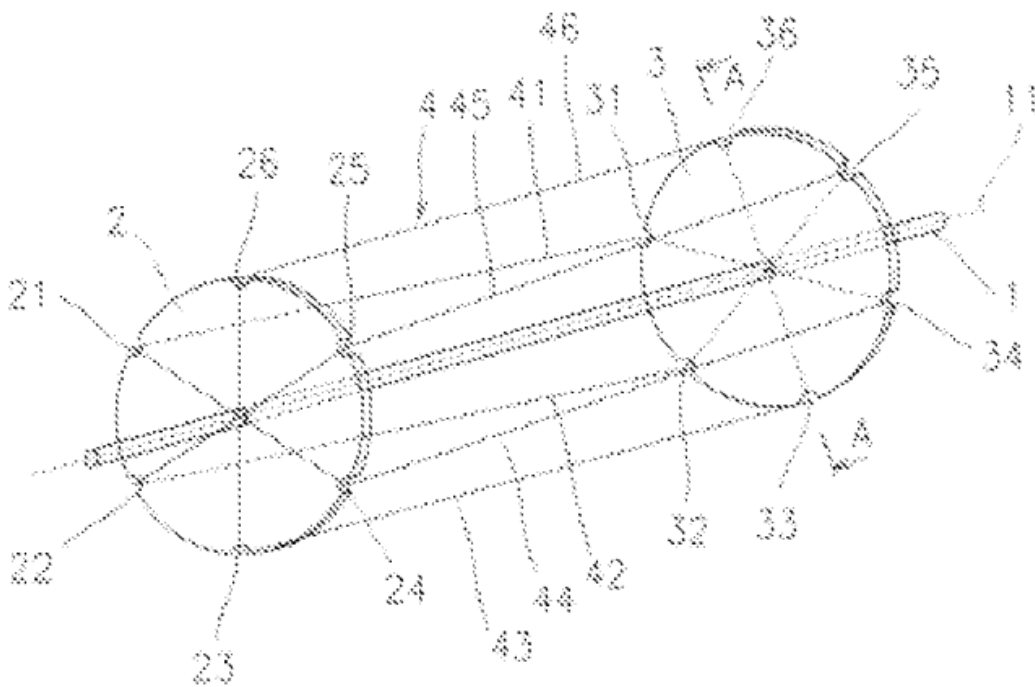




Obr. 1

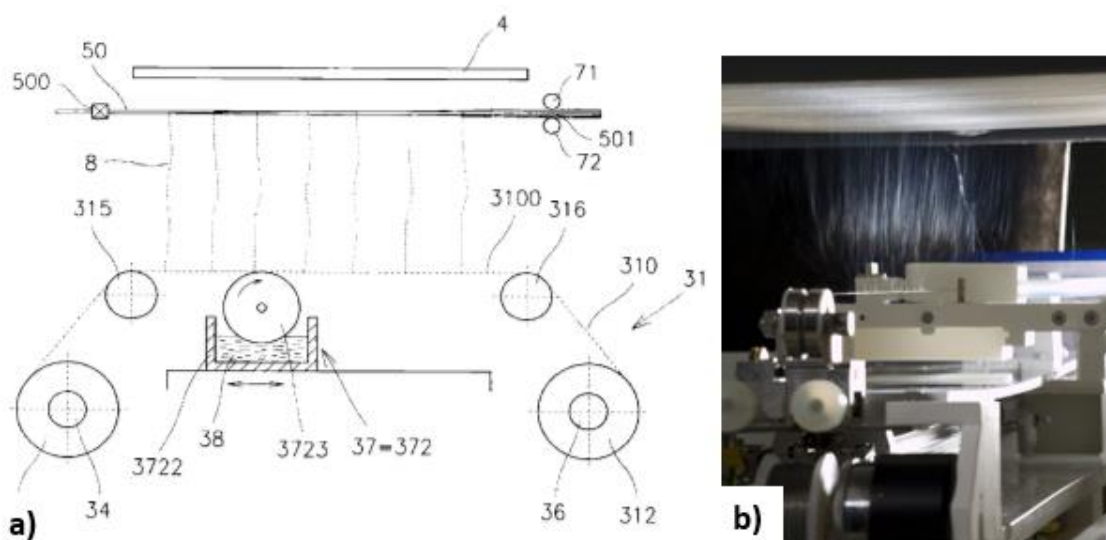
Obr. 3.8 Rotační elektroda drátová [41]

V roce 2009 představila společnost Elmarco inovaci rotační drátové elektrody, která je zobrazená na obr. 3.9. Podstata inovace spočívá v tom, že dráty jsou mimoběžné s osou rotace zvláknovací elektrody. V důsledku mimoběžnosti vystupuje zvláknovací drát z roztoku postupně, takže nedochází k rozstříkávání ani při délkách zvláknovací elektrody přes jeden metr, k čemuž u předchozí varianty elektrody docházelo, jak uvádí v patentovém spise [42].



Obr 3.9 Rotační zvláknovací elektroda drátová s mimoběžnými dráty [42]

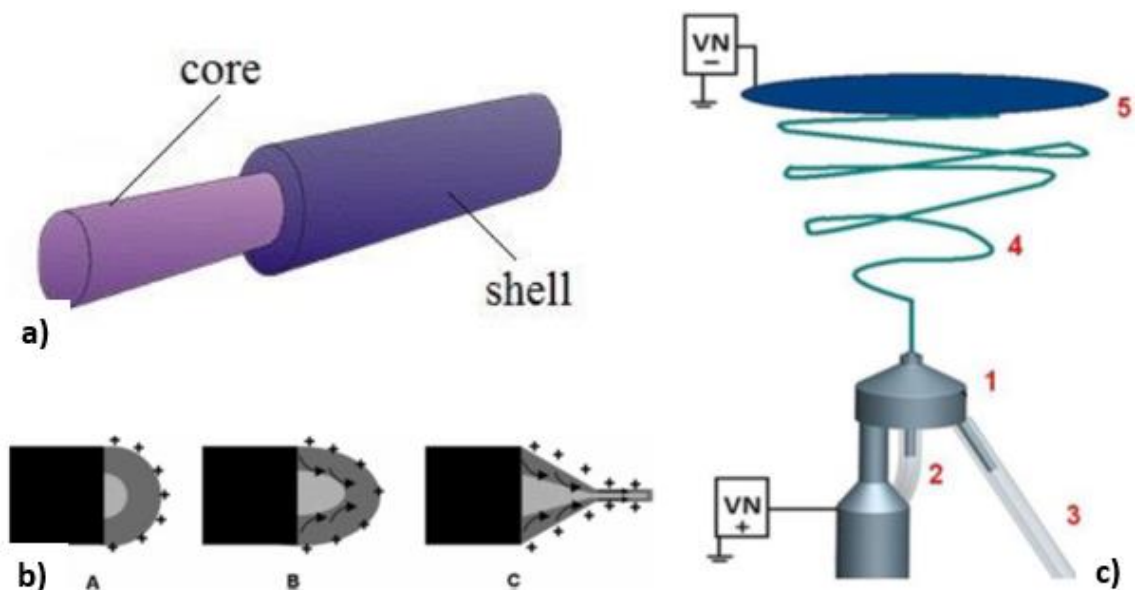
Přelomovým vynálezem v oblasti DC-electrospinningu byl spinner se strunovou elektrodou, kterou vyvinula také společnost Elmarco v roce 2007 [43]. Na obr. 3.10 a) je zobrazeno schéma zařízení se strunovou elektrodou. Princip spočívá v nanášení polymerního roztoku (38) pohyblivým vozíkem (37) na zvlákňovací strunu (310). Nanášecí vozík koná přímočarý vratný pohyb a nanáší tak polymerní roztok po celé délce struny. Struna je současně převíjena řádově nižší rychlostí z jedné strany na druhou, aby se eliminovalo dlouhodobé opotřebení struny v případě, kdy by byla statická. Vyrobena nanovláknna jsou jako v předchozích případech standardně nanášena na podkladovou textilií (50). Na obrázku 3.10 b) lze pozorovat strunovou elektrodu během výroby. Z principu je zřejmé, že v místě, kde se nachází vozík, je struna vozíkem zakryta a zde ke tvorbě nanovláken nedochází a vzniká tak prázdné místo. Tento nedostatek je v praxi řešen větším počtem strun ve zvlákňovací zóně, kdy se vozíky na jednotlivých strunách pohybují vůči sobě v různých fázích. Tímto je zajištěna větší homogenita vyrobené vrstvy [43].



Obr 3.10 Strunová elektroda a) Schéma principu zařízení se strunovou elektrodou [43]  
b) strunová elektroda při procesu zvlákňování [13]

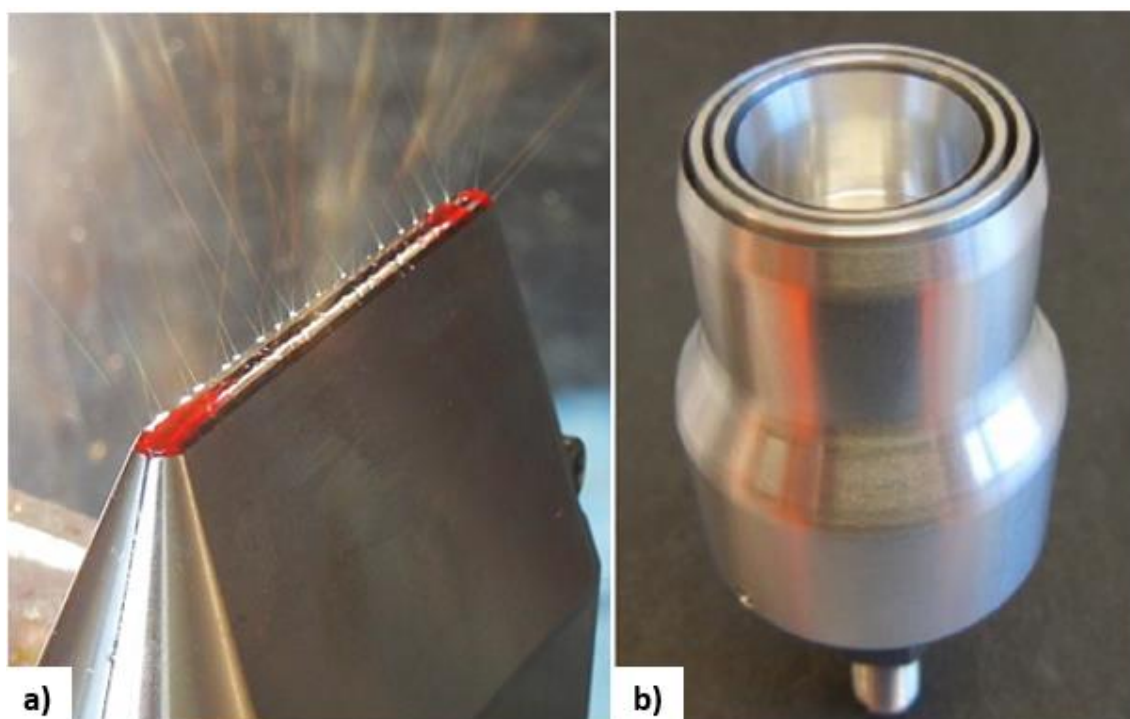
Strunová elektroda velmi rychle zcela nahradila všechny předchozí varianty rotujících elektrod a společnost Elmarco již stroje s těmito elektrodami nedodává. V jejím portfoliu lze nalézt již jen stroje se strunovými elektrodami, a to ve variantách s různými počty strun na jednu zvlákňovací komoru, které vyplývají zejména z požadavků zákazníka na daný produkt.

Speciální typem elektrody je tzv. koaxiální elektroda, která slouží k výrobě bi-komponentních koaxiálních nanovláken. Jsou to nanovlákná, která se skládají z jádra a obalu (obr. 3.11 a), přičemž obal je vždy tvořen polymerem, který lze zvláknňovat technologií DC-electrospinning. V jádru pak může být jakýkoliv jiný materiál, který nemusí být zvláknitelný a může obsahovat různé přídavné látky, jako jsou například léčiva. Pokusy o jejich výrobu započaly velmi brzy po tom, co se electrospinning rozšířil do širšího povědomí a celá řada výzkumníků se zabývá výrobou funkčních koaxiálních nanovláken s různými typy materiálů. [44–50]. Základní princip tvorby bi-komponentního koaxiálního nanovlákná je znázorněn na obr. 3.11 b) a spočívá v tom, že koaxiální jehlou jsou vytlačovány dva roztoky najednou k ústí trysky, přičemž se vytváří soustředná dvojice kapek, kdy vrchní roztok překrývá roztok spodní. Při nabití kapky vysokým napětím (standardním principem electrospinningu), dojde k postupnému vytváření nanovlákná ze zvláknitelného plášťového polymerního roztoku, přičemž dochází ke vtahování nezvláknitelného jádrového roztoku do středu nanovlákná a vznikne tak požadované koaxiální nanovlákná. Na obrázku 3.11 je zobrazeno experimentální jehlové ústrojí na výrobu bi-komponentních koaxiálních nanovláken.



Obr. 3.11 a) Bi-komponentní koaxiální nanovlákná, b) princip tvorby bi-komponentního koaxiálního nanovlákná z bikomponentního materiálu, c) schéma experimentálního ústrojí na výrobu bi-komponentních koaxiálních nanovláken: 1) koaxiální jehlová tryska, 2) přívod jádrového roztoku, 3) přívod plášťového zvláknitelného polymerního roztoku, 4) vytvořená nanovlákná, 5) kolektor [48]

Také v případě koaxiálního zvlákňování byly snahy o zvýšení produktivity. Na Technické univerzitě v Liberci vyvinuta bezjehlová koaxiální elektroda. V takovém případě je elektroda tvořena třemi komorami oddělenými tenkými přepážkami. Prostřední komorou proudí jádrový roztok a krajními proudí roztok plášťový, který při optimálním poměru dávkování překryje roztok z prostření komory. Na obrázku 3.12 jsou zobrazeny konstrukční varianty koaxiální elektrody. Koaxiální elektroda může nabývat dvou typů. Prvním je, že komory jsou tvořeny soustavou rovnoběžných desek (3.12 a)). Druhý případ je koaxiální elektroda kruhová, kdy jsou komory vzájemně soustředné (3.12 b)). [48]

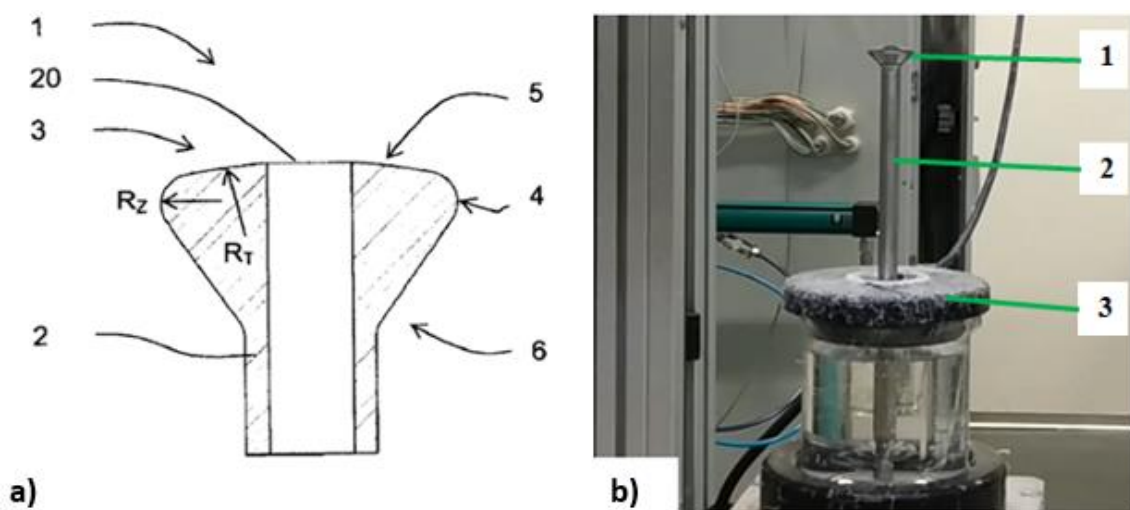


Obr. 3.12 Koaxiální elektroda [48], a) lineární koaxiální elektroda, b) kruhová koaxiální elektroda

### 3.2 Zvlákňovací elektrody pro AC-electrospinning

Jedním z typů elektrod používaných pro AC-electrospinning je elektroda přeplavovací. Problematika přeplavovacích zvlákňovacích elektrod pro AC-electrospinning nebyla doposud dostatečně prozkoumána. Celosvětově nebyla doposud věnována dostatečná pozornost a vzhledem k novosti tématu je současná literatura k této problematice omezena. Dostupné zdroje k tomuto tématu jsou zejména tyto [51–55]. Na obrázku 3.13 a) je schéma příkladu přeplavovací elektrody používané pro zvlákňování metodou AC-electrospinning. Tato elektroda byla vyvinuta na Technické univerzitě v Liberci a je chráněna patentem [52]. Přívodem polymerního roztoku (2) proudí polymerní roztok směrem

vzhůru na čelo elektrody (3). Dále se působením gravitace roztéká po celé ploše a přetéká přes zvláknovací plochu (4), na které vzniká dominantní množství vláken, přičemž není zvlákněn veškerý protékající roztok. Na tuto plochu plynule navazuje plocha odváděcí (6), po níž nezvlákněný roztok dále odtéká. O takové elektrodě hovoříme jako o elektrodě přeplavovací, neboť celý její povrch je roztokem přeplavován, což je velmi důležité pro stabilitu AC-electrospinningu a je to jedním klíčových z význaků vynálezu. V případě, kdy by elektroda nebyla přeplavována, a všechen přivedený roztok byl zvlákněn, by docházelo k zanášení zvláknovací plochy nanovláknny, přitahovanými elektrodou a došlo by k postupnému ukončení procesu. [52].

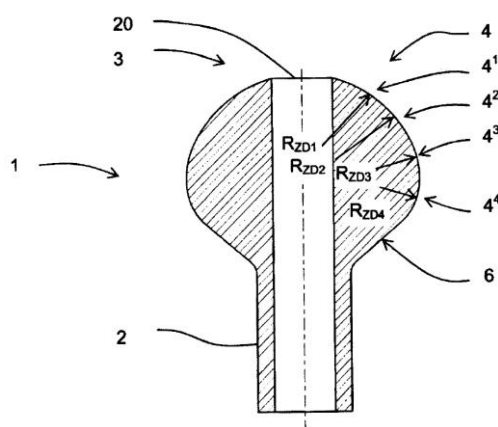


Obrázek 3.13 a) Schéma přeplavovací zvláknovací elektrody: (2) přívod, (5) čelo elektrody, (6) odváděcí plocha, (4) zvláknovací plocha [52]; b) Fotografie reálné elektrody: (1) hlava elektrody, (2) stopka elektrody, (3) nádoba s polymerním roztokem

Na obrázku 3.13 b) je zobrazena reálná zvláknovací elektroda používaná při praktických experimentech. Pro další práci s touto elektrodou a jejími dalšími modifikacemi bude nadále používán následující rozdělení jejich částí. Část 3 je nádoba se zásobou polymerního roztoku, který je ke zvláknovací ploše čerpán šnekovou pumpou popsanou v patentu [21]. Nádoba je vždy zakryta víkem, v němž je vsunuta stopka elektrody (2), která reprezentuje dominantní část odváděcí plochy. Stopka je zakončena patentovaným tvarem elektrody popsaném výše. Toto zakončení (1) bude dále nazýváno jako hlava elektrody, přičemž může být tvořena větším počtem zvláknovacích ploch. V takovém případě se jedná o tzv. vícestupňovou hlavu, respektive vícestupňovou elektrodu, blíže popsanou v kap. 3.2.2

### 3.2.1 Kulová přeplavovací zvlákňovací elektroda

Speciálním typem zvlákňovací elektrody, která je představena v patentu [52], je tzv. kulová elektroda, schematicky zobrazená na obrázku 3.13. Její výjimečnost spočívá v tom, že vhodnou volbou velikostí poloměrů  $R_{zD1}$ ,  $R_{zD2}$ ,  $R_{zD3}$ ,  $R_{zD4}$ , (obr 3.14) lze docílit prakticky rovnoměrného rozložení intenzity elektrického pole po celém zvlákňovacím povrchu elektrody [52, 53]. Dalším důsledkem je, že čelo elektrody (obr. 3.13 a), (5)) se prakticky stává zvlákňovací plochou. Tím je zvlákňovací povrch oproti elektrodě kuželové větší.

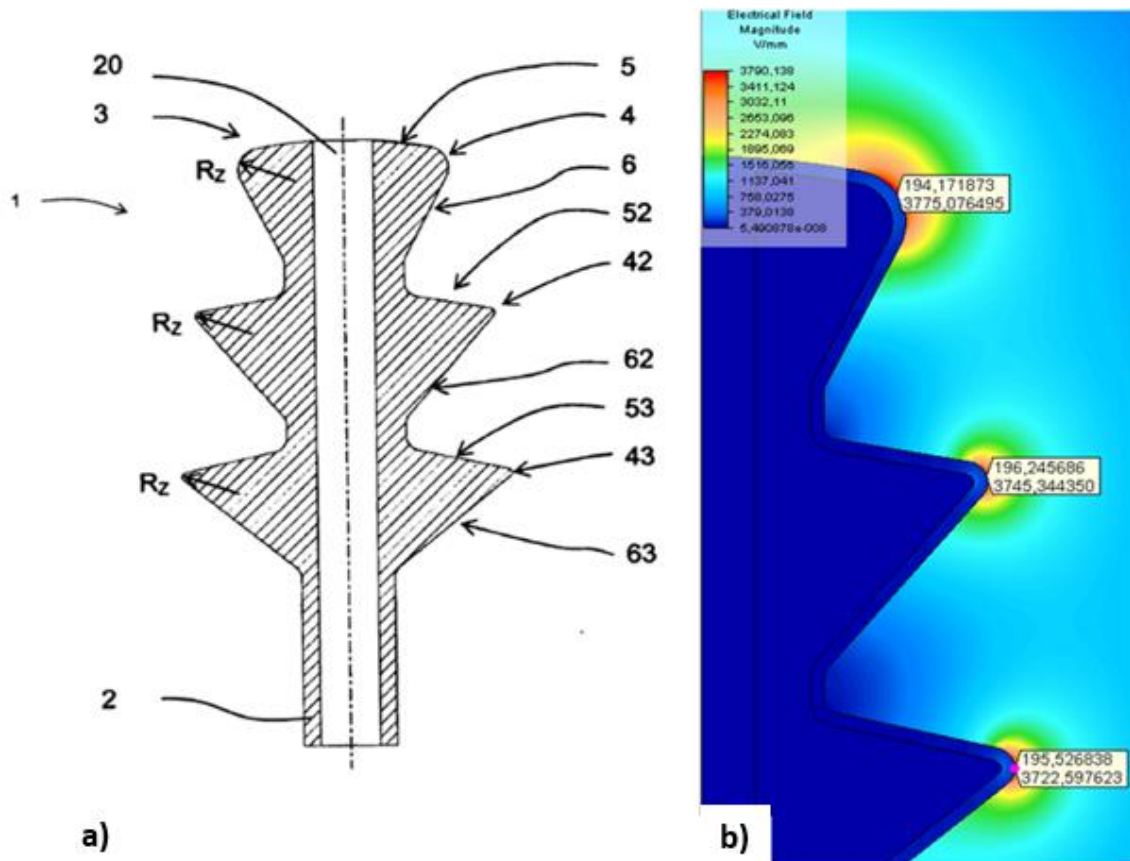


Obrázek 3.14 schéma kulové přeplavovací zvlákňovací elektrody, (2) přívod, (6) odváděcí plocha, (4) zvlákňovací plocha [52]

### 3.2.2 Vícestupňová zvlákňovací elektroda

Dalším speciální typem elektrody je elektroda vícestupňová, schematicky zobrazená na obrázku 3.15 a), jejíž tvar je taktéž chráněn patentem [52]. Tato elektroda je tvořena větším počtem stupňů základního tvaru elektrody popsáném v úvodu kapitoly. Každý individuální stupeň je složen z dopravních a zvlákňovacích ploch, které na sebe plynule navazují a tedy princip přeplavování a zvlákňování se na každém stupni opakuje ve vztahu k základnímu tvaru. Vhodnou volbou křivostí jednotlivých zvlákňovacích ploch lze zajistit stejné maximální hodnoty intenzity na jednotlivých stupních elektrody [51, 52]. Taková elektroda byla představena v diplomové práci [51], kde byla takto optimalizována pro tři stupně elektrody. Na obrázku 3.15, b) lze pozorovat rozložení intenzity elektrického pole po optimalizovanou třístupňovou elektrodu. Tato práce také uvádí, že produktivita třístupňové elektrody je při shodné intenzitě téměř dvojnásobná oproti elektrodě jednostupňové.



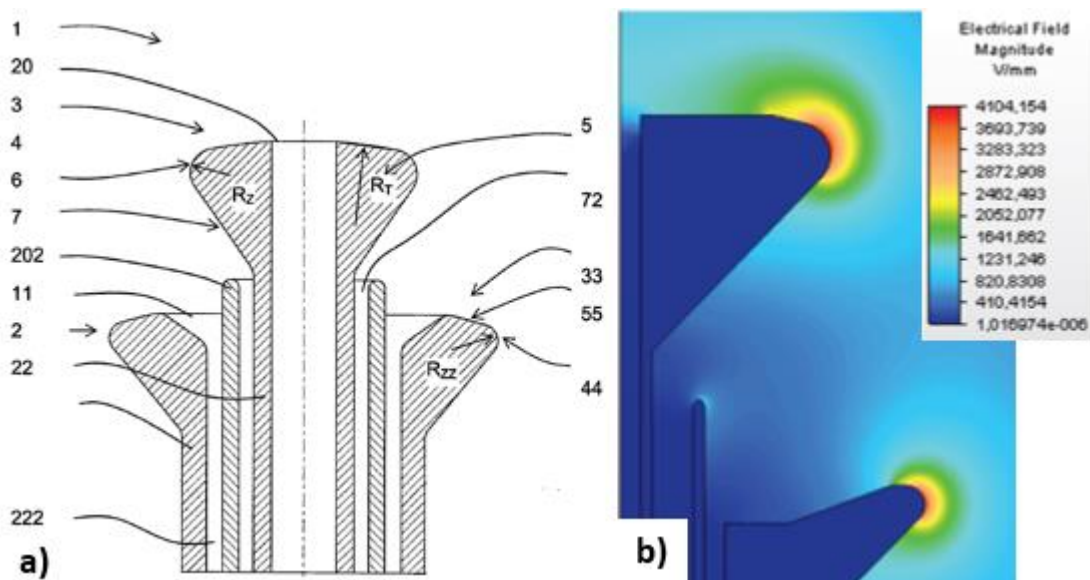


Obrázek 3.15 a) schéma víceúrovňové přelapovací zvlákňovací elektrody, b) Rozložení intenzity na povrchu optimalizované tříúrovňové elektrody [51]

### 3.2.3 Přelapovací elektrody pro specifické aplikace

Existují také speciální typy zvlákňovacích elektrod pro AC-electrospinning, které slouží pro výrobu nanovláken a nanovlákných struktur se specifickými vlastnostmi a jsou rovněž patentovány Technickou univerzitou v Liberci [52]. Na obrázku 3,16 a) je vyobrazeno schéma elektrody pro výrobu směšové nanovlákněné struktury, která byla představena na konferenci Nanocon 2018 [56]. Použitím této elektrody je možné vyrábět nanovlákná ze dvou polymerních roztoků najednou a vytvářet tak bikomponentní nanovlákněný materiál. Elektroda je tvořena třemi základními prvky a to vnitřní elektrodou (5) se zvlákňovací plochou (4), vnější elektrodou se zvlákňovací plochou (44) a vymezovací trubkou (7), která slouží k oddělení jednotlivých polymerních roztoků. Ústím (22) vystupuje jeden z roztoků na čelo (3) vnitřní elektrody a přetéká přes zvlákňovací plochu (4) a odváděcí plochu (6) do komory (72), která vzniká mezi vnitřní elektrodou a vymezovací trubkou a je odváděn do sběrné nádoby čerpacího systému. Druhý z roztoků vytéká ústím (202) a přetéká přes čelo (33), zvlákňovací plochu (44) a odváděcí plochu na trubce (22) také do sběrné nádoby. Po přivedení napětí pak vznikají nanovlákná na obou

zvlákňovacích plochách (4,44), přičemž na každé z nich z jiného polymerní roztoku. Na obrázku 3.16 b) je zobrazeno rozložení intenzity elektrického pole, které potvrzuje, že na obou zvlákňovacích plochách jsou nejvyšší hodnoty intenzity elektrického pole. Také lze vypořádat, že na vrchu vymežovací trubky je intenzita velmi malá. Toto je žádoucí, neboť v případě vysoké hodnoty by zde docházelo ke tvorbě nanovláken, což by mohlo zapříčinit nestabilitu celkové výroby, neboť zde není část plochy přeplavována ani jedním z roztoků. Experimenty prokázaly, že lze dlouhodobě zvlákňování provozovat bez ztráty stability procesu při použití jednoho typu roztoku pro obě zvlákňovací plochy (Byl použit roztok PVB v etanolu a také PVA ve vodě). Bylo však také zjištěno, že při současném použití PVA a PVB došlo ke ztrátě stability, neboť docházelo k vysrážení jednoho z roztoků. Z experimentů vyplynulo, že pro tvorbu bikomponentní nanovlákněné struktury je nutné využívat roztoky polymerů se stejným systémem rozpouštědel. [56]

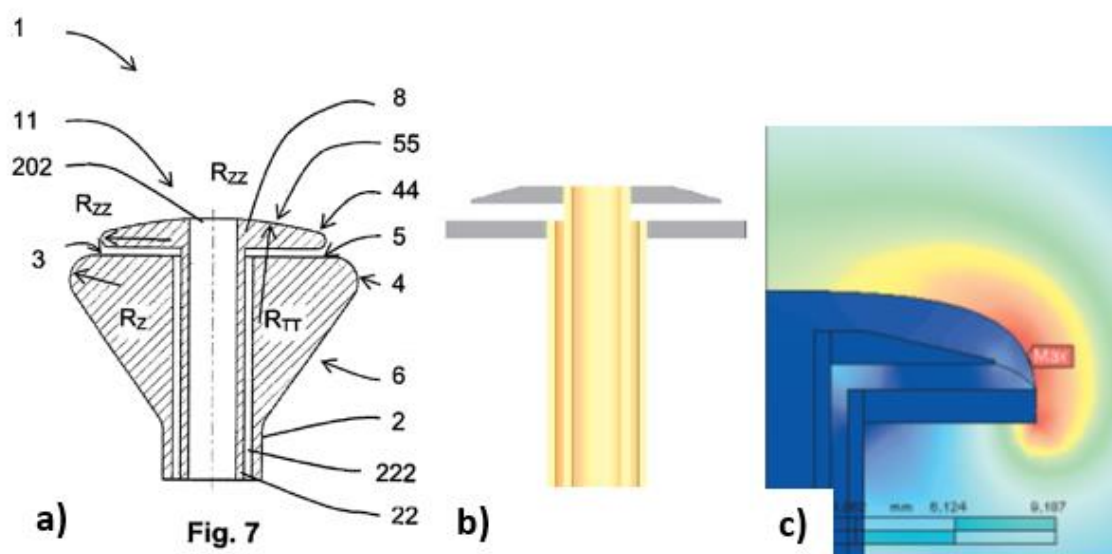


Obrázek 3.16 Elektroda pro kontinuální výrobu bikomponentního nanovlákněného materiálu; a) schéma elektrody [52], b) rozložení elektrického pole v okolí elektrody [56]

Dalším speciálním typem elektrody je elektroda určená pro výrobu koaxiálních nanovláken. Myšlenka vychází z principu koaxiální elektrody pro DC-electrospinning uvedené v kapitole 3.1. Na obrázku 3.17 a) je vyobrazeno schéma elektrody. I zde je využíván princip, kdy je zvlákňováno ze dvou hladin, které současně přeplavují elektrodu. Plášťový roztok vytéká ústím (202) na čelo (55) a přetéká přes zvlákňovací plochu (44). Jádrový roztok vytéká komorou (22) na čelo elektrody (3). Společně ve dvou vrstvách přetékají přes zvlákňovací plochu (4) a odváděcí plochu (6) do sběrné nádoby. I u této elektrody



jsou tedy dvě teoretické zvláknovací plochy, jedna pro zvláknitelný roztok a druhá pro oba roztoky, což by mohlo znamenat, že část vyrobených nanovláken nemusí být koaxiálních. Použití této elektrody pro AC-electrospinning však nebylo doposud nikde dokumentováno a nelze tedy potvrdit její funkčnost. Na konferenci Nanocon 2016 [57] byla prezentována elektroda velmi podobné konstrukce (obr. 3.17 b)), která však byla experimentálně testována pro DC-electrospinning, kdy byla ověřena její funkčnost. Při pohledu na rozložení intenzity elektrického pole pro reálný tvar elektrody použité při experimentech [57], uvedeném na obrázku 3.17 c) lze pozorovat, že při pokrytí elektrody roztokem se maximální hodnoty intenzity nacházejí v oblasti, která by odpovídala zvláknovací ploše, tedy společně pro oba roztoky. Autoři však neuvádějí, zda byla ověřena koaxialita vyrobených nanovláken. Tato uvedená elektroda by vhodnou úpravou, tedy přidáním odváděcí plochy, mohla splňovat podmínky pro přeplavovací koaxiální elektrodu pro AC-electrospinning. Výzkum takové elektrody nebyl doposud proveden.



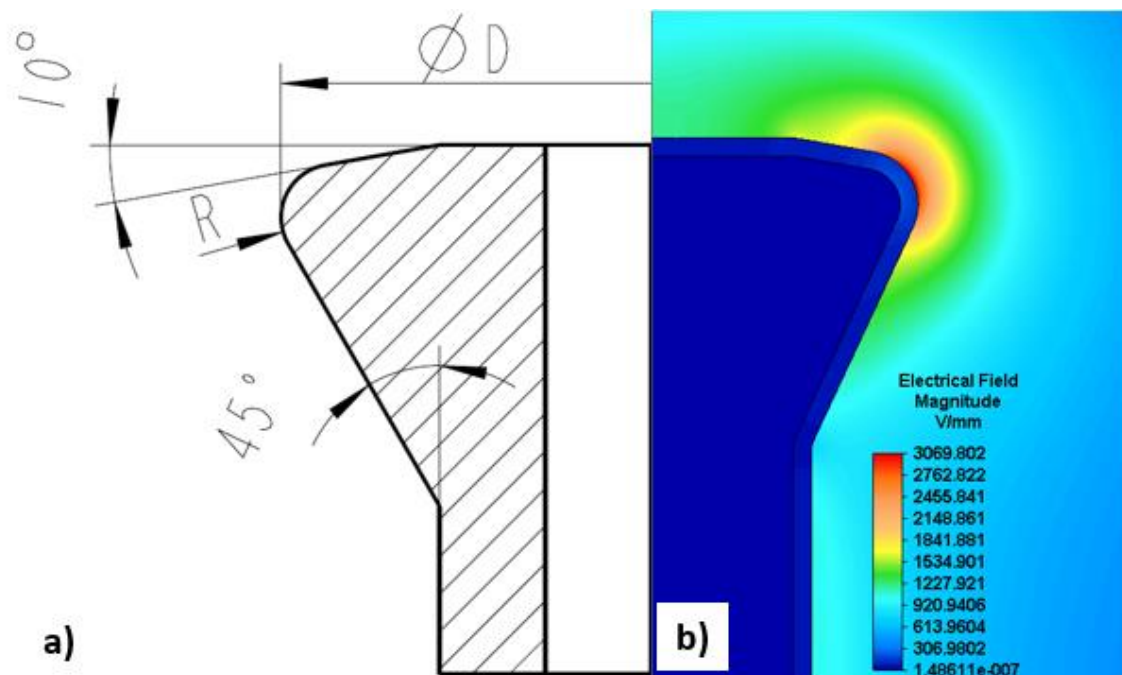
Obrázek 3.17 Elektroda pro výrobu koaxiálních nanovláken pro AC-electrospinning a) schéma elektrody [52], b) rozložení elektrického pole v okolí elektrody [57]

## 4 Jednostupňová přeplavovací elektroda

### 4.1 Kuželová elektroda

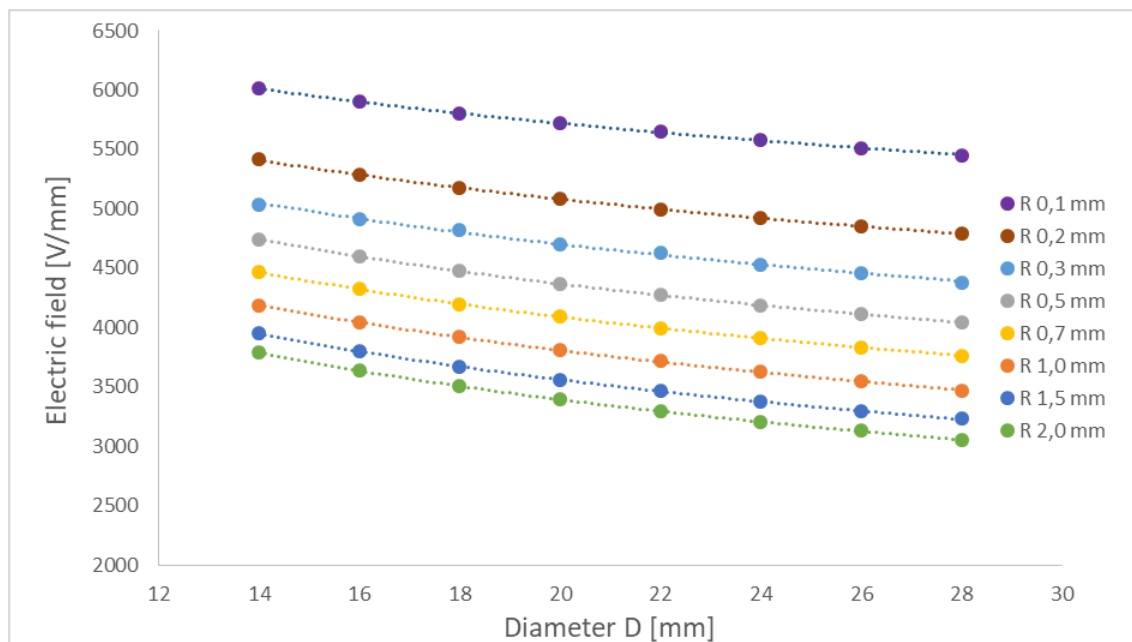
#### 4.1.1 Simulace

Reálná elektroda má zpravidla kuželový tvar, jenž je dán konstrukčními rozměry uvedenými ve schématu na obrázku 4.1 a). Některé z nich budou dále posuzovány z hlediska jejich vlivu na produktivitu výroby nanovláken. V diplomové práci „Zařízení na výrobu jádrové příze“ [51], byla představena původní varianta, u které bylo čelo elektrody tvořeno kulovou úsečí o určitém poloměru. Provedené simulace ukázaly, že pro velikost poloměru čela blíží se limitně k nekonečné hodnotě má na intenzitu na zvlákňovací ploše zanedbatelný vliv [51]. Proto byla navržena upravená konstrukce, kdy bylo čelo elektrody upraveno dle schématu na obrázku 4.1 a). Pro tuto variantu byly provedeny simulace rozložení intenzity elektrického pole v závislosti na změně konstrukčních parametrů  $R$  a  $D$  dle výpočtového modelu v příloze 5. Na obrázku 4.1 b) je zobrazeno rozložení intenzity elektrického pole v okolí jednostupňové elektrody. Z obrázku je patrné, že největší hodnoty intenzity se nacházejí v oblasti zvlákňovací plochy, kde dochází ke tvorbě nanovláken.

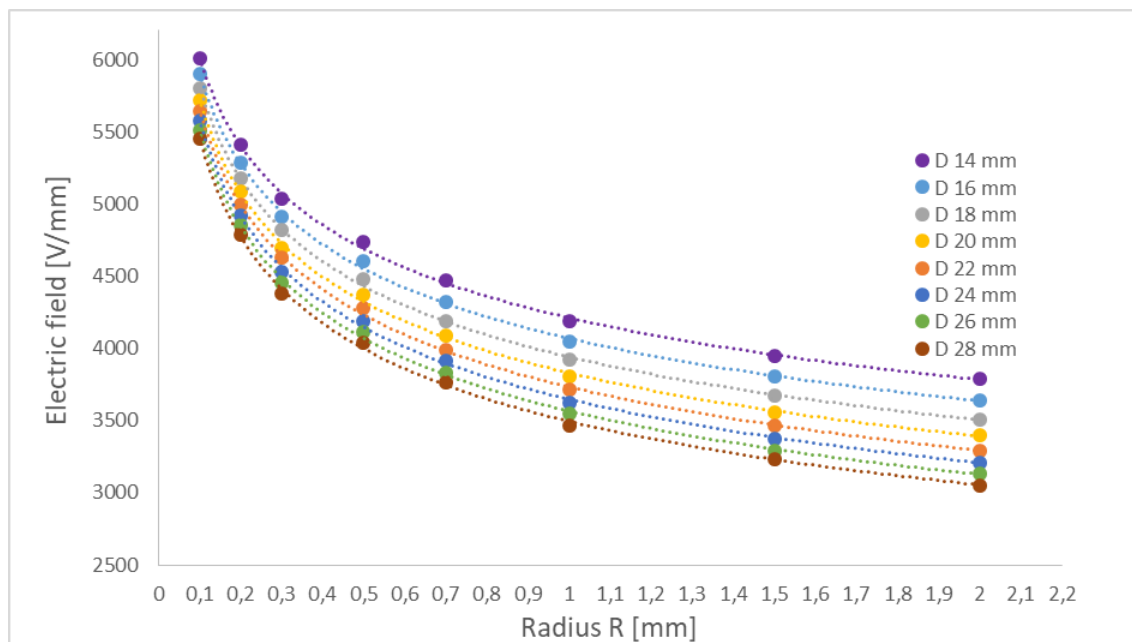


Obrázek 4.1 a) řez elektrodou s konstrukčními parametry, b) rozložení intenzity elektrického pole v okolí elektrody.

Na obrázcích 4.2 a 4.3 jsou vyobrazeny grafy zjištěných závislostí intenzity na některých parametrech. Ze závislostí vyplývá, že intenzita na zvlákňovacím povrchu s velikostí průměru  $D$  a poloměru  $R$  nelineárně klesá. Pro simulace byl použit výpočtový model, uvedený v příloze 5.



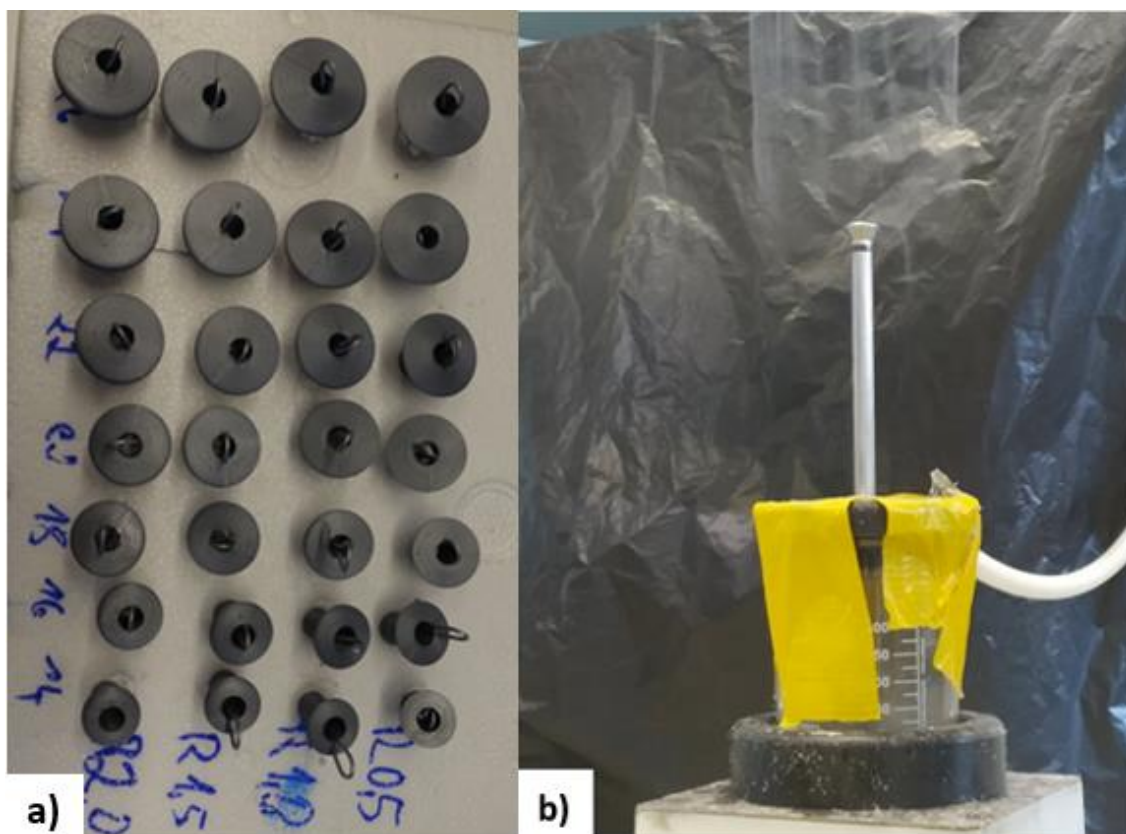
Obrázek 4.2 Závislost intenzity elektrického pole na průměru elektrody



Obrázek 4.3 Závislost intenzity elektrického pole na poloměru zaoblění

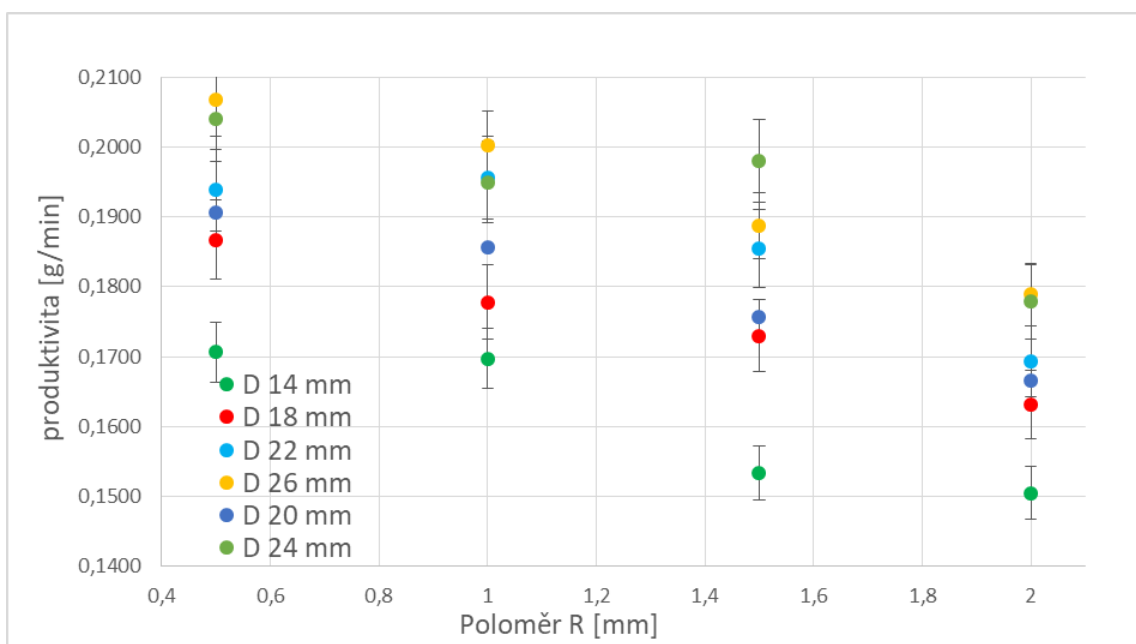
#### 4.1.2 Vliv geometrie hlavy elektrody na produktivitu

V návaznosti na simulace elektrického pole byla na jednostupňové kuželové elektrodě provedena měření produktivity. Byla vyhodnocována produktivita výroby v závislosti na změně napětí, poloměru zvláknovací plochy R a průměru elektrody D (rozměry dle obr. 4.1, kap. 4.1.1). Byla vyrobena sada kuželových hlav elektrody pro různé průměry D a poloměry R. Konkrétně pro průměry D od 14 mm do 26 mm s rozestupem 2 mm. Elektrody o stejné škále průměrů byly vyrobeny s poloměrem R o hodnotách 0,5 mm, 1,0 mm, 1,5 mm a 2 mm, celkem tedy 28 různých hlav. Na obrázku 4.4 a je sada výměnných hlav elektrody zobrazena. Pro každou z těchto kuželových hlav byla experimentálně měřena produktivita pro sinusový průběh signálu na elektrodě amplitudě 40 kV, při relativní vlhkosti ve zvláknovací komoře 31 % a teplotě 24 °C. Dávkování probíhalo při otáčkách šnekové pumpy 600 ot/min. Závislost průtoku na otáčkách pumpy je uvedena v příloze 4. Záznam jednoho z experimentu je vyobrazen na obrázku 4.4 b).

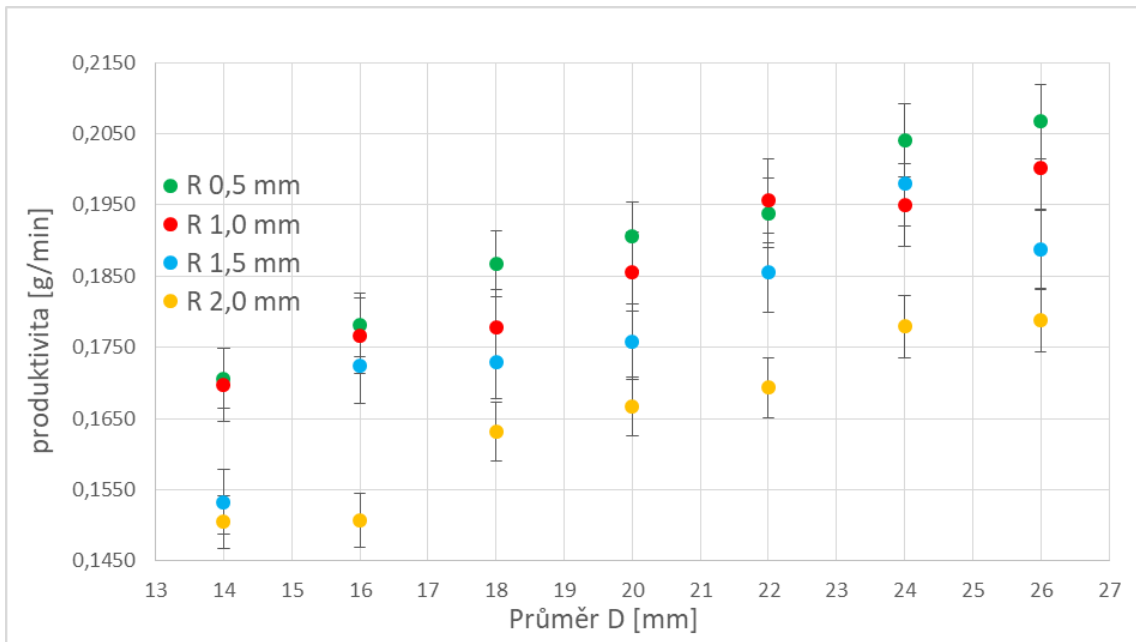


Obrázek 4.4 a) sada výměnných hlav, b) proces zvláknování - elektroda průměr 14 mm, poloměr 1,5 mm, napětí 28,5 kV

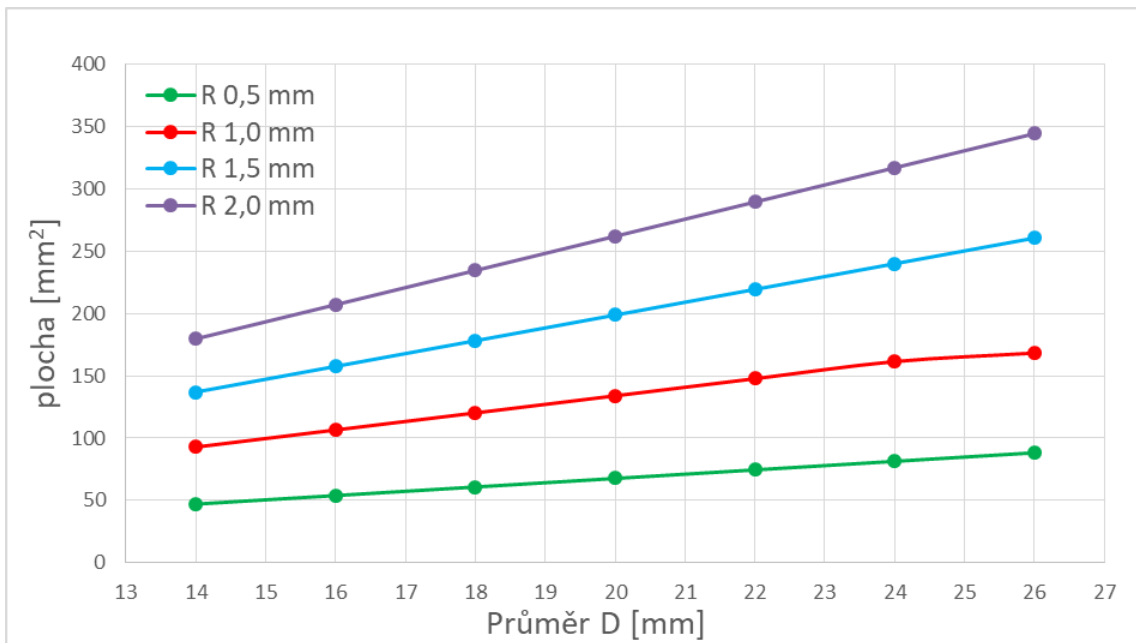
Na obrázcích 4.5 a 4.6 jsou uvedeny jednotlivé naměřené závislosti. Ze závislostí vyplývá, že s rostoucím poloměrem R při konstantním průměru D produktivita mírně klesá (obr. 4.5) a s rostoucím průměrem D při konstantním poloměru R produktivita roste (obr. 4.6). Při pohledu na výsledky simulací uvedené v minulé kapitole lze v případě závislosti intenzity na poloměru R pozorovat rovněž klesající trend. V obou případech jsou trendy závislosti na velikosti poloměru klesající. V případě závislosti na průměru D však tuto souvislost nelze nalézt. Produktivita v závislosti na velikosti průměru D na rozdíl od intenzity roste. Vysvětlením by mohl být vliv dvou společných faktorů. Prvním je, že při zvyšování průměru D roste velikost zvlákňovací plochy elektrody, což ukazuje graf na obrázku 4.7 a tím tedy roste počet Taylorových kuželů na zvlákňovací ploše a je vyráběno více nanovláken. Druhým je fakt, že při všech měřeních byly použity stejné otáčky šnekové pumpy, čímž byl průtok polymerního roztoku na zvlákňovací ploše stále stejný. V takovém případě bude při zvětšování plochy změnou průměru elektrody, kterou polymerní roztok pokrývá, tloušťka polymerní hladiny klesat. Bylo tak zjištěno, že s tloušťkou polymerní hladiny na elektrodě produktivita klesá. Na obrázku 4.8 je zobrazena závislost produktivity na otáčkách šnekové pumpy, z níž vyplývá, že s otáčkami, respektive s průtokem produktivita klesá (závislost průtoku na otáčkách je uvedena v příloze 4.1). Lze předpokládat, že s průtokem roste tloušťka polymerní vrstvy na zvlákňovací ploše. Oba faktory tedy mají pravděpodobně větší vliv na produktivitu než intenzita elektrického pole.



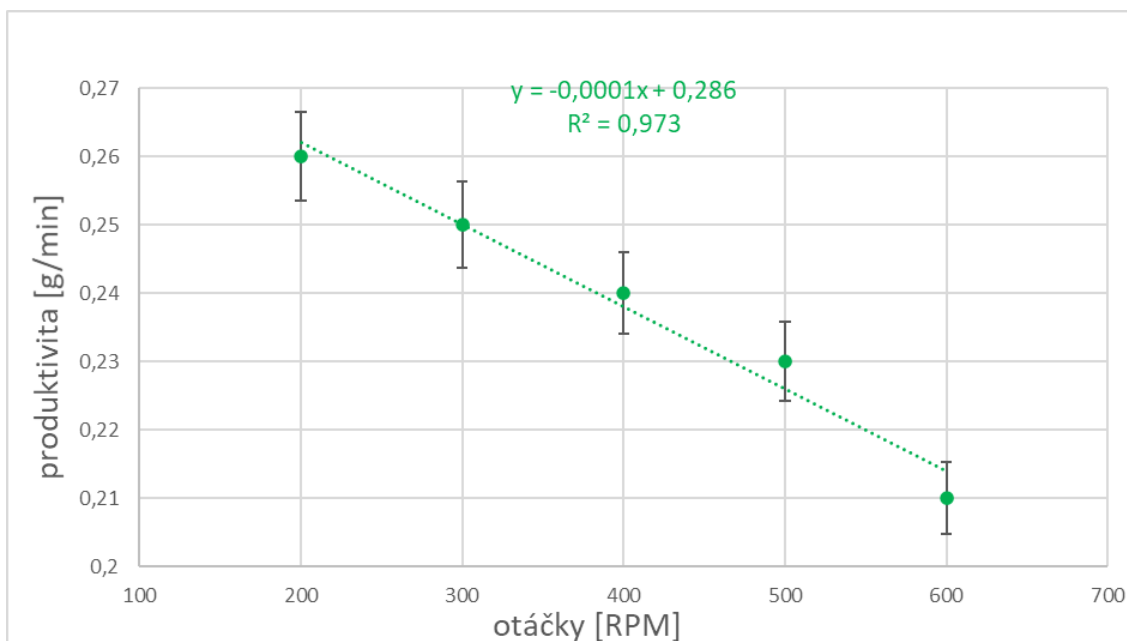
Obrázek. 4.5 Závislost produktivity na poloměru R



Obrázek 4.6 Závislost produktivity na průměru D



Obrázek 4.7 závislost velikosti zvlákňovací plochy na průměru D



Obrázek 4.8 závislost produktivity na otáčkách šnekové pumpy

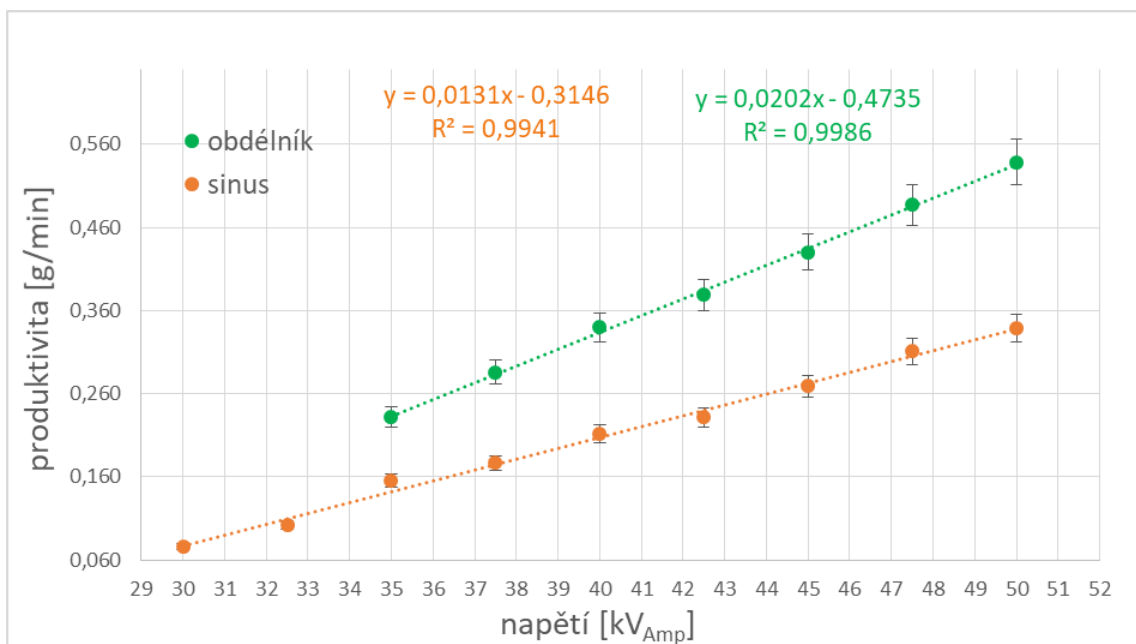
#### 4.1.3 Vliv napětí, tvaru a frekvence elektrického signálu na produktivitu

Tato kapitola se věnuje zkoumání vlivu napětí, frekvence a tvaru průběhu elektrického signálu přivedeného na jednostupňovou zvlákňovací elektrodu na produktivitu výroby nanovláken a také na strukturu nanovláken. Byly použity dva typy průběhů elektrického napětí, sinus a obdélník se střídou 1:1. Experimenty byly provedeny na elektrodě s průměrem 22 milimetrů. Pro přivedení signálu k elektrodě byla použita soustava generátoru Owon a zesilovače TREK 50/12, která je blíže popsána v příloze 3.

V první části byla u obou zmíněných průběhů pozornost zaměřena na zkoumání vlivu velikosti napětí na produktivitu v rozsahu amplitud napětí 30 až 50 kV pro sinus a 35 až 50 kV pro obdélník. Na obrázcích 4.9 a 4.10 jsou zobrazeny závislosti produktivity napětí pro oba průběhy. V obou případech z grafů vyplývá, že produktivita s napětím lineárně roste. Z grafů také vyplývá, že závislost pro obdélníkový průběh roste s větší směrnicí. Na obrázku 4.9 je produktivita vynesena v závislosti na velikosti amplitudy a na obrázku 4.10 je vynesena v závislosti na velikosti efektivního napětí. Z grafů je patrné, že je-li produktivita vynesena v závislosti na amplitudě, jeví se použití obdélníkového průběhu jako efektivnější a naopak, je-li vynesena v závislosti na napětí efektivním, jeví se jako produktivnější sinus. Je potřeba vzít v potaz, že efektivní hodnota je ekvivalentní hodnota stejnosměrnému napětí o stejné hodnotě, kdy sinusový průběh vykoná stejnou práci. Pro AC-electrospinning však není tato hodnota určující, neboť zde hraje roli zejména velikost

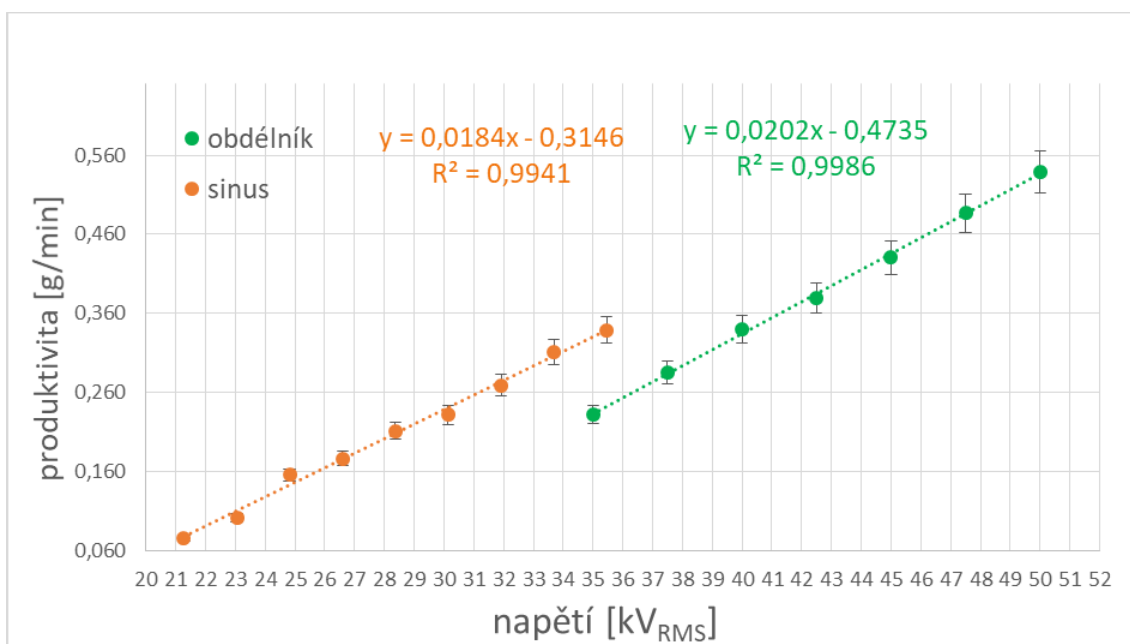


kritického napětí, které je třeba dosáhnout, aby ke zvlákňování docházelo, čehož nelze dosáhnout po celou dobu průběhu funkce sinus. Dále také z hlediska využitelnosti použitého zdroje je důležitý limit amplitudy, který poskytuje. Proto budou dále ve zbytku práce až na výjimku v kapitole 4.1.4 všechny hodnoty produktivity porovnávány v závislosti na amplitudě napětí. Lze tedy konstatovat, že při použití obdélníkového průběhu lze při stejné amplitudě dosáhnout vyšší produktivity než u funkce sinus. Ukazuje se však, že při obdélníkovém signálu vznikají silnější vlákna, což se může projevit zdánlivě vyšší produktivitou. Na obrázku 4.11 jsou zobrazeny relativní četnosti pro sinus a obdélník při frekvenci 50 Hz a napětí 40 kV. Tyto experimenty byly provedeny v rámci diplomové práce [58]. Výsledky ukazují, že při funkci sinus je modus průměrů 500 nanometrů a u obdélníku 700 nanometrů. Nevýhodou také je, že při použití obdélníkového průběhu, dochází vlivem téměř skokové změny polarity ke vzniku proudových špiček, které snižují bezpečnost zařízení, neboť mohou způsobovat indukování náboje do částí zařízení či samotné obsluhy, což je třeba zohlednit v konstrukci stroje. Na obrázku 4.12 jsou zobrazeny záznamy elektrických signálů zaznamenaných osciloskopem během experimentů. Z obrázku je patrné, že u obdélníkového průběhu dochází ke vzniku proudových špiček (CH3, zelená). U funkce sinus je patrné, že zvyšováním napětí roste i nejvyšší hodnota proudu. U obdélníku je nejvyšší hodnota proudu pro jakékoliv napětí na nastavené limitní hodnotě proudu na zdroji (10 mA) nebo velmi blízko. Z výše uvedených hledisek se jeví obdélníkový průběh jako málo vhodný.

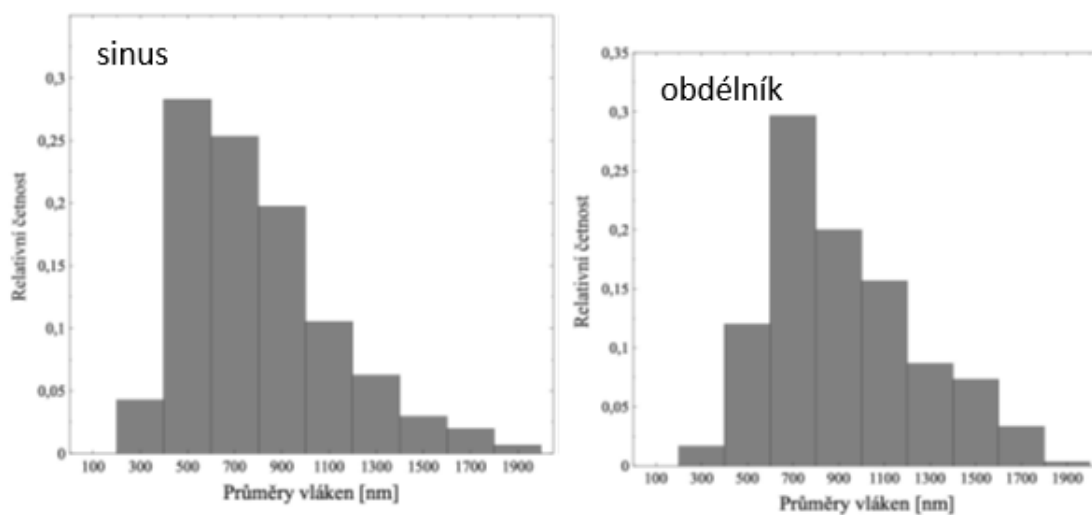


Obrázek 4.9 závislost produktivity na napětí pro hodnoty amplitudy



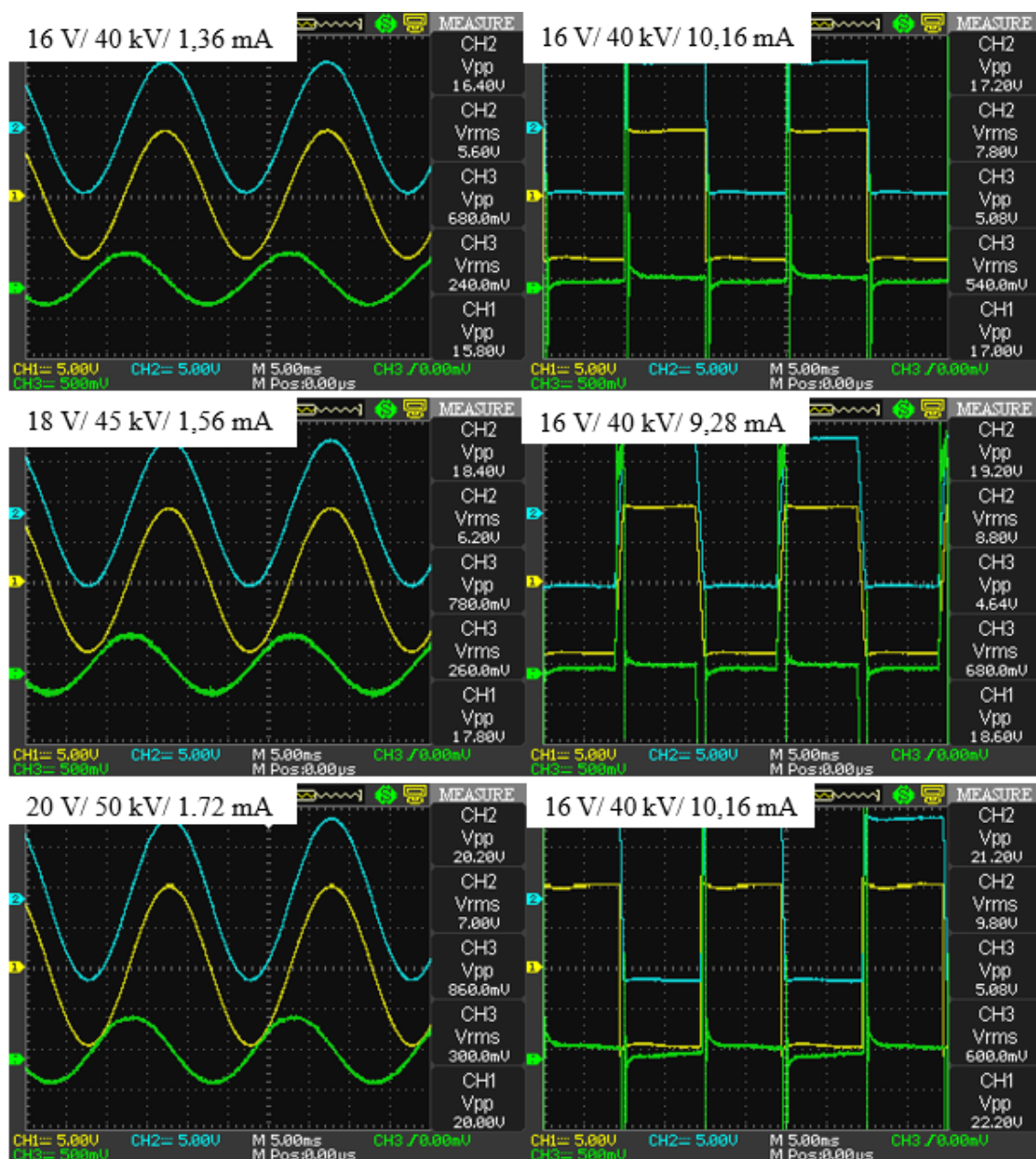


Obrázek 4.10 závislost produktivity na napětí pro efektivní hodnotu



Roztok PVB	VN signál	Výběrová směrodatná odchylka [nm]	Výběrový průměr [nm]	95% interval spolehlivosti střední hodnoty průměru [nm]	Modus kategoriální proměnné [nm]	Medián [nm]
PVB 10 %	Sinus	323	793	(757; 829)	500	714
	Obdélník	362	943	(902; 984)	700	860

Obrázek 4.11 relativní četnosti průměrů vláken [58]



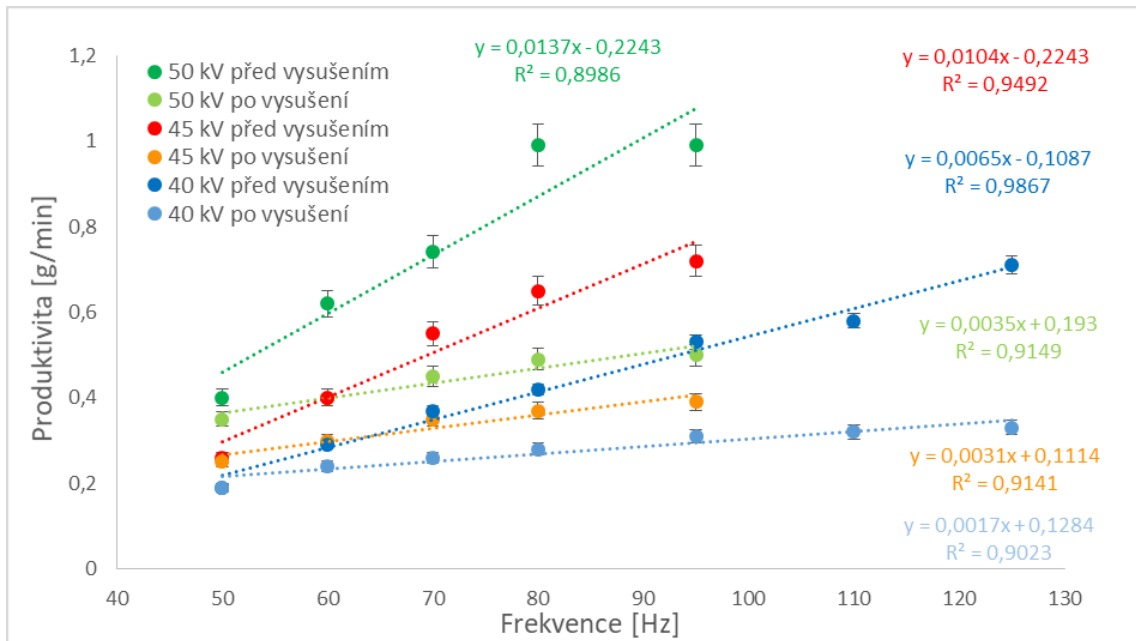
Obrázek 4.12 záznamy elektrických signálů vlevo pro sinus, vpravo pro obdélník, popisky: napětí generátoru peak to peak/ amplituda napětí na elektrodě/ hodnota proudu peak to peak

Dále byla pozornost zaměřena na vliv frekvence elektrického napětí na produktivitu. Každá závislost na frekvenci pro sinusový průběh byla měřena pro tři různá napětí o amplitudách 40 kV, 45 kV a 50 kV a pro obdélníkový průběh při napětích 40 kV a 45 kV. Relativní vlhkost ve zvláknovací komoře byla 40 %, teplota 25 °C

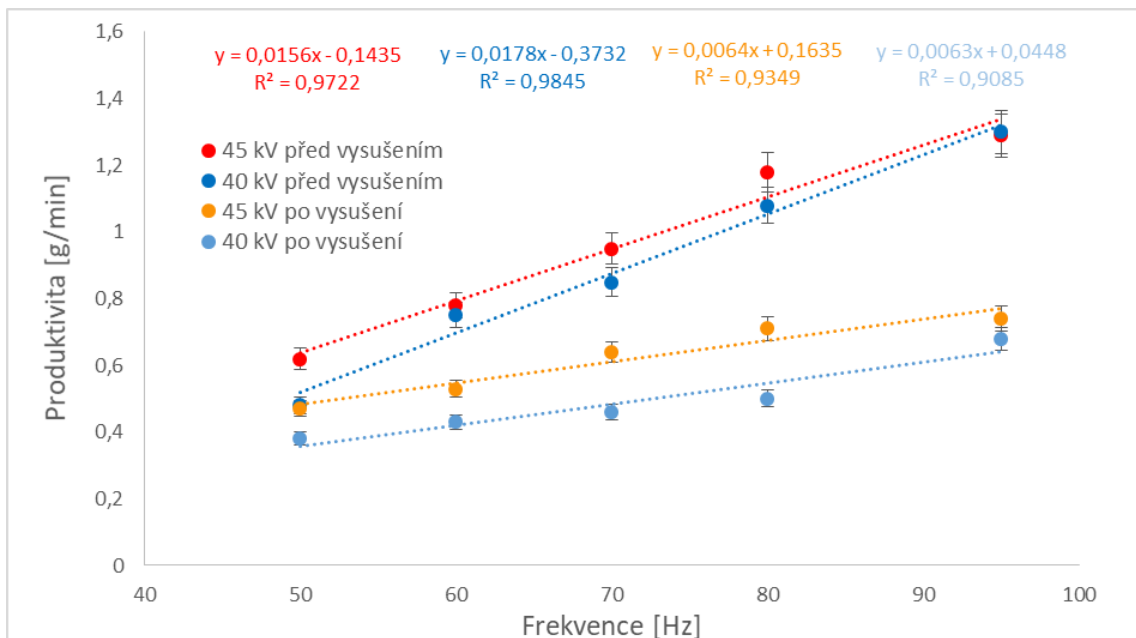
Graf na obrázku 4.13 ukazuje závislosti produktivity na frekvenci pro různá napětí sinusového průběhu. Z grafu je patrné, že s rostoucí frekvencí produktivita roste, avšak zvyšuje se také rozdíl mezi hodnotami produktivity před vysušením a po vysušení. Při

frekvenci 125 Hz a napětí 40 kV byla velikost produktivity po vyschnutí vláken méně než poloviční oproti původní hodnotě. U vyšších napětí je rozdíl ještě vyšší. Například při frekvenci 95 Hz je u napětí 40 kV rozdíl mezi hodnotami, 0,22 g/min, což odpovídá 41,5 procentům původní hodnoty, u napětí 45 kV je rozdíl 0,33 g/min (45,8 %) a při napětí 50 kV 0,49 g/min (49,5 %). Z toho vyplývá, že při vyšších frekvencích obsahuje vyrobená nanovlákněná struktura určité množství rozpouštědla, které, jak se ukázalo ze snímků pořízených mikroskopem, může negativně ovlivnit výslednou strukturu. Snímky jsou uvedeny v příloze 6. U frekvencí vyšších než 95 Hz pro napětí 45 kV a 50 kV již nebylo měření produktivity vyhodnoceno, jelikož přímo ve vyráběných vzorcích byly zřetelné kapky, či přímo celé pruhy nezvlákněného roztoku. Taktéž na SEM snímcích je pozorovatelné, že struktura pro tyto parametry vykazuje značné defekty. Vyhodnocení kvality výsledné struktury je uvedeno dále. Graf na obrázku 4.14 ukazuje závislosti produktivity na frekvenci u obdélníkového průběhu. V grafu lze pozorovat podobné chování jako u sinusového průběhu, to jest, že s rostoucí frekvencí roste produktivita ale také rozdíl mezi hodnotou před vysušením a po vysušení. U vyšších frekvencí a napětí, než jsou uvedeny v grafu, také docházelo ke tvorbě kapek nezvlákněného roztoku, které znehodnocovaly vzorek. V tabulce 4.1 je uvedeno vyhodnocení kvality nanovlákněné struktury pro průběh sinus. Kvalita byla rozdělena do čtyř skupin a to dobrá, méně dobrá, špatná a velmi špatná. Na obrázcích 4.15 až 4.18 jsou uvedeny příklady jednotlivých kvalit nanovlákněných struktur s příslušným popisem. Jejich kvalita a použitelnost byla konzultována s odborníky z Katedry netkaných textilií a nanovlákněných materiálů. Jedná se však o subjektivní hodnocení vycházející z dlouhodobé praxe. Závěrem lze konstatovat, že byly experimentálně nalezeny vhodné kombinace napětí a frekvence, při kterých je kvalita vyrobené nanovlákněné struktury dostatečně kvalitní. Vzhledem k produktivitě jako nejvhodnější kombinace vychází frekvence 70 Hz při napětí 50 kV, kdy bylo dosaženo produktivity  $(0,45 \pm 0,02)$  g/min. Bylo zjištěno, že s rostoucí frekvencí roste podíl zbytkového rozpouštědla obsaženého ve vyrobených vzorcích, které při kombinace frekvencí a napětí nacházejících se nad funkcí danou vztahem 4.1 značně znehodnocují nanovlákněnou strukturu. Možné vysvětlení tohoto jevu lze nalézt při studiu teorie tvorby Taylorova kuželu, vysvětlené v disertační práci [59]. V první fázi tvorby Taylorova kužele dochází k deformování hladiny polymerního roztoku až do maximální ostrosti kužele, kdy dojde k uvolnění určitého množství rozpouštědla a dojde ke krátkému vytvoření vodivého kanálu a částečnému vybití náboje. Tento proces se opakuje, dokud hustota a viskozita roztoku není optimální, aby mohlo dojít ke tvorbě kapalinné trysky a zformování

Taylorova kužele. Tento proces vyžaduje určitý čas, který v případě AC-electrospinningu musí být menší než púlperioda signálu. Roztok proto musí být optimálně připraven, aby bylo toto kritérium splněno. Proto zřejmě pro vyšší frekvence není roztok optimální a ve velké míře dochází v některých místech polymerní hladiny k rozprašování rozpouštědla a nikoliv ke tvorbě vláken.



Obrázek 4.13 Závislost produktivity na frekvenci pro sinusový průběh

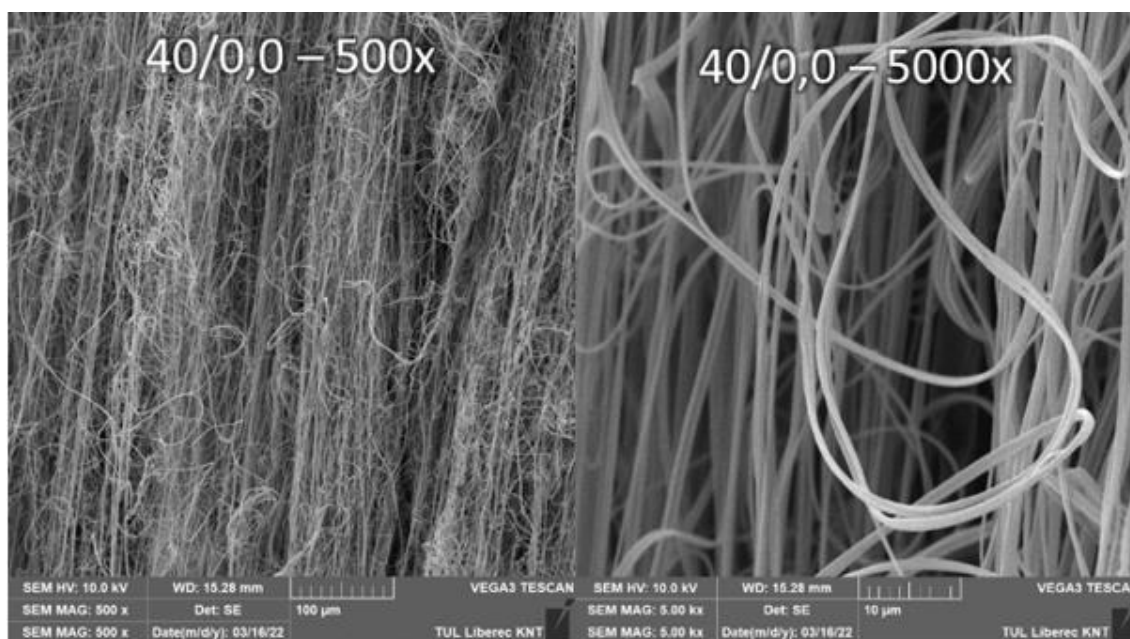


Obrázek 4.14 Závislost produktivity na frekvenci pro obdélníkový průběh

Tabulka 4.1 Vyhodnocení kvality nanovlákněné struktury, průběh sinus

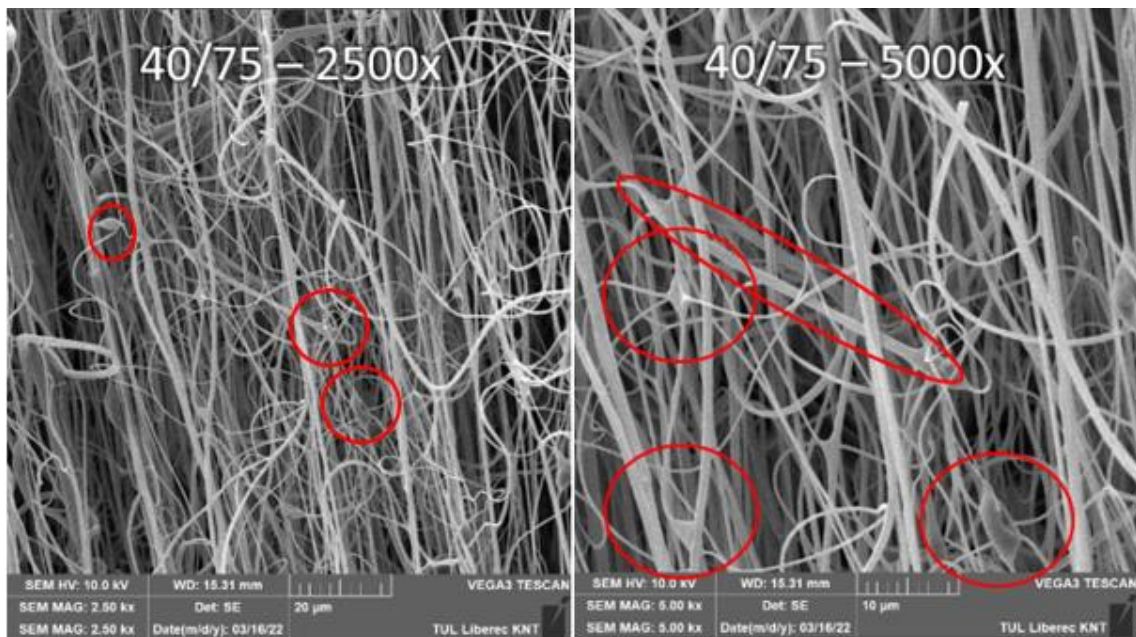
napětí [kV <sub>amp</sub> ]	frekvence [Hz]									
	50	60	65	70	75	80	90	100	110	120
40,0	dobrá	dobrá	dobrá	dobrá	méně dobrá	méně dobrá	špatná	špatná	špatná	velmi špatná
45,0	dobrá	dobrá	méně dobrá	méně dobrá	méně dobrá	špatná	špatná	špatná	velmi špatná	velmi špatná
50,0	dobrá	dobrá	méně dobrá	méně dobrá	špatná	špatná	špatná	špatná	velmi špatná	velmi špatná

- **Dobrá** – standardní nanovlákněná struktura bez defektů (obr 4.14)
- **Méně dobrá** – nanovlákněná struktura s nevýznamným množstvím defektů – drobné kapky či nevýznamná přítomnost mikrovláken (obr. 4.15). Struktura je stále dobře využitelná.
- **Špatná** – nanovlákněná struktura s větším množstvím defektů - Značně veliké kapky, větší přítomnost mikrovláken. (obr 4.16). Použití je diskutabilní.
- **Velmi špatná** – Veliké množství defektů - značný podíl mikrovláken, velké množství kapek, u některých vzorků vlákna slepená do celistvé fólie (obr. 4,17). Použití je pro určené aplikace pravděpodobně vyloučené.

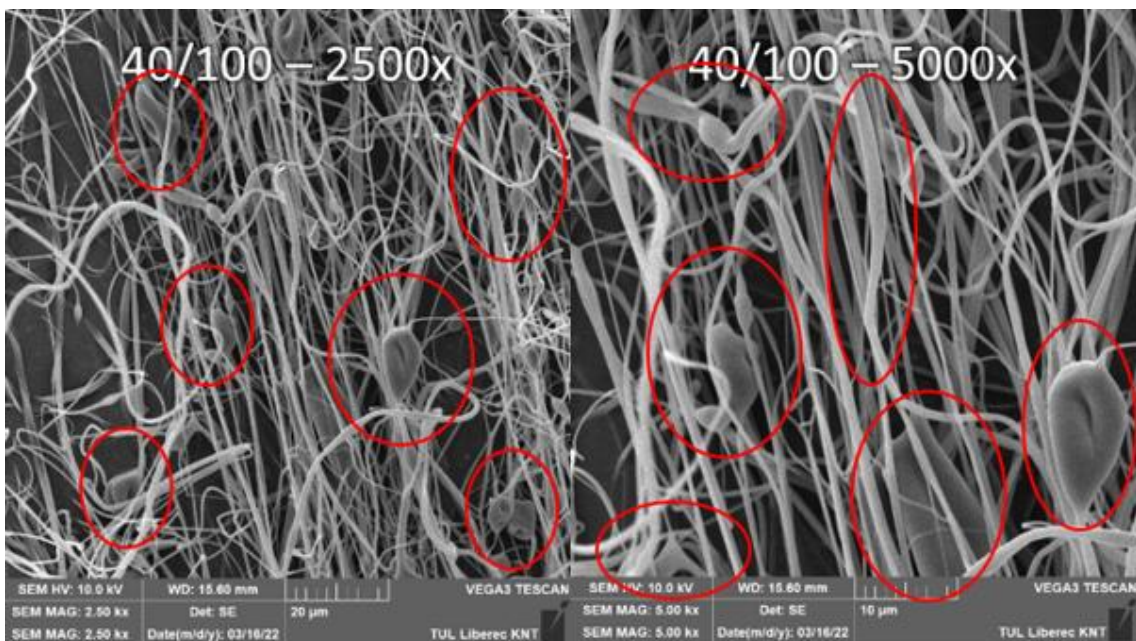


Obrázek 4.15 dobrá kvalita nanovlákněné struktury

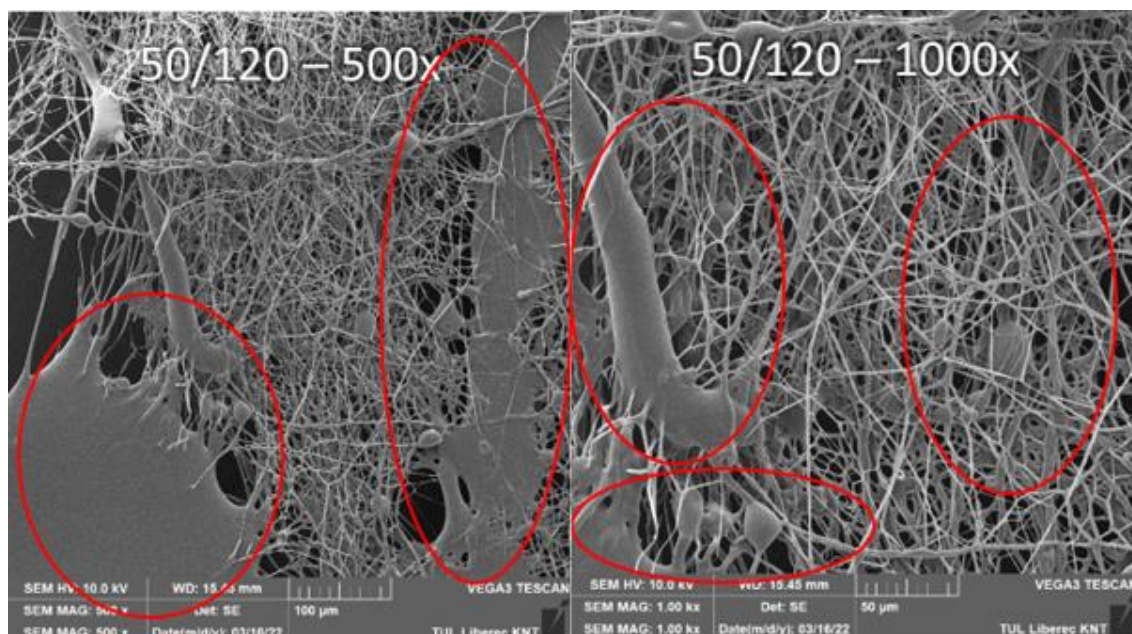




Obrázek 4.16 méně dobrá kvalita nanovláknenné struktury



Obrázek 4.17 špatná kvalita nanovláknenné struktury



Obrázek 4.18 velmi špatná kvalita nanovláknenné struktury

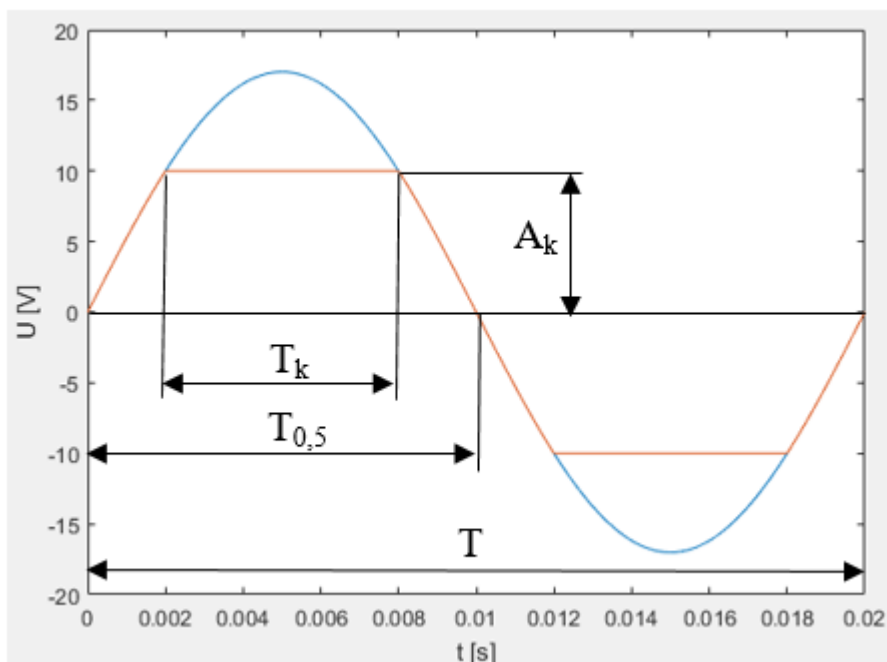
#### 4.1.4 Modifikace sinusového průběhu

V návaznosti na experimenty s obdélníkovým průběhem (kap. 4.1.3), pro který byla sice produktivita nejvyšší, ale docházelo ke vzniku proudových špiček, byla snaha nalézt jiný průběh, který by se produktivitou přibližoval obdélníku, ale byly by eliminovány proudové špičky. Byl navržen průběh modifikované funkce sinus, u které byla po určitou dobu omezena jeho část na konstantní hodnotu. Na obrázku 4.19 je příklad modifikovaného průběhu vstupního signálu pro zesilovač s vyznačenými důležitými hodnotami. Experimenty byly provedeny pro tři různá napětí a to 40 kV, 45 kV, 50 kV. Pro každou hodnotu amplitudy byla doba trvání konstantní části  $T_k$  postupně měněna od 0 s do  $T_{0,5}$  s a pro každý takový průběh byla měřena produktivita. Pro potřeby zobrazení závislosti byl zaveden poměr doby konstantní části a půlperrody dle vztahu 4.2.

$$P = T_k/T_{0,5} \dots \text{poměr [1]} \quad (4.2)$$

$T_k$  ... doba trvání konstantní části [s]

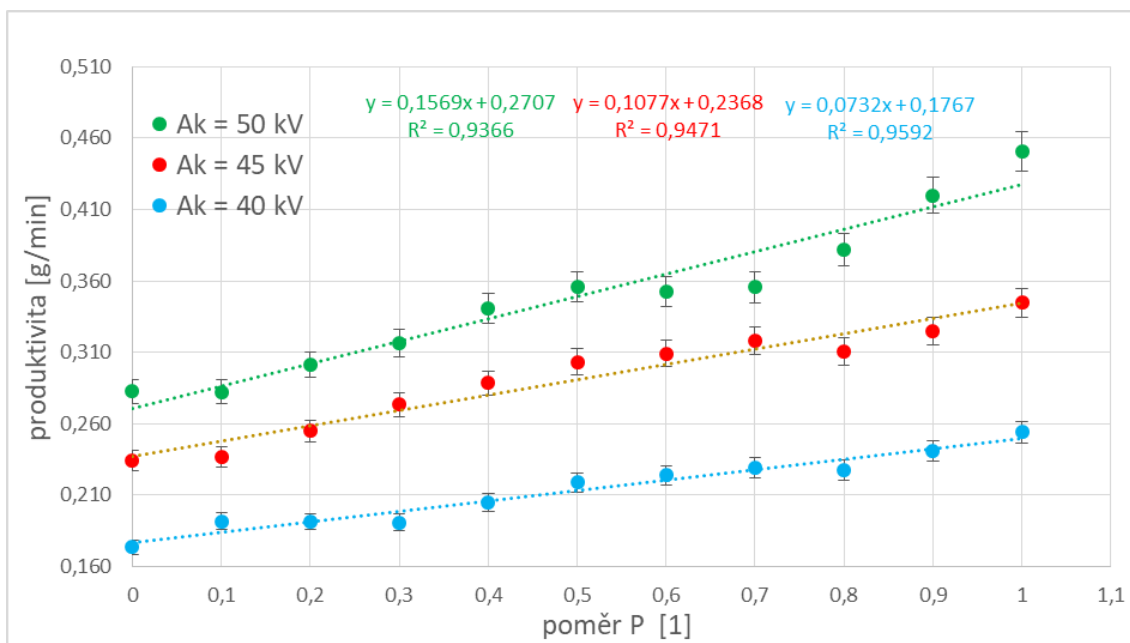
$T_{0,5}$  ... doba trvání půlperrody [s]



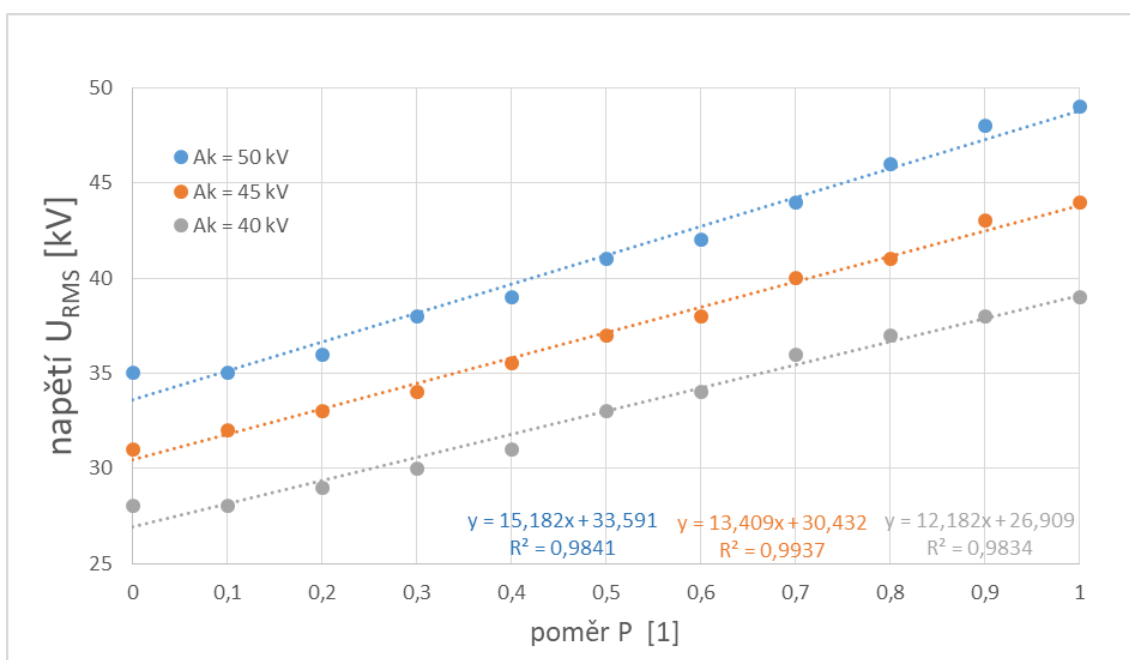
Obrázek 4.19 průběh vstupního signálu pro zesilovač, modrá křivka – původní teoretický průběh sinus, červená křivka – upravený průběh s konstantní částí,  $A_k$  – amplituda konstantní části,  $T_k$  – doba trvání konstantní části,  $T$  – doba periody signálu,  $T_{0,5}$  – půlperioba

V grafu na obrázku 4.20 jsou uvedeny závislosti produktivity na poměru  $P$  pro všechny tři použité amplitudy  $A_k$ . Z grafů plyne, že s rostoucím poměrem produktivita roste. V grafu na obrázku 4.21 je zobrazena závislost změřené efektivní hodnoty napětí na elektrodě na poměru  $P$  pro všechny tři amplitudy signálu a v grafu na obrázku 4.22 jsou v závislosti na efektivní hodnotě vyneseny hodnoty produktivity pro jednotlivé amplitudy. V grafu na obrázku 4.23 jsou zobrazeny závislosti osciloskopem změřené efektivní hodnoty elektrického proudu na poměru  $P$  a na obrázku 4.24 je porovnání závislostí efektivní hodnoty proudu a hodnoty špičkové (peak to peak). Je patrné, že hodnoty špičkové s poměrem  $P$  nelineárně rostou až do maximální hodnoty, proudu, na který byl zesilovač omezen (cca 10 mA), což odpovídá poměru  $P = 1$ , tudíž obdélníkovému průběhu. Také efektivní hodnoty nelineárně rostou. Z porovnání je však patrné, že zejména pro poměry blízko hodnotě 1,0 je rozdíl mezi efektivní a špičkovou hodnotou velký a také v těchto případech dochází ke tvorbě proudových špiček. Vznik proudových špiček lze pozorovat na snímcích z osciloskopu na obrázku 4.25. Ze snímků je patrné, že při poměru 0,8 již dochází ke vzniku větších proudových špiček. Pro poměry 0,9 a 1,0 jsou proudové špičky velmi vysoké a použití takového signálu by již nebylo přínosné. Ze snímků tedy plyne, že takto modifikovaný signál je použitelný do hodnoty poměru  $P = 0,7$  kdy bylo při amplitudě 50 kV dosaženo produktivity  $(0,36 \pm 0,02)$  g/min.

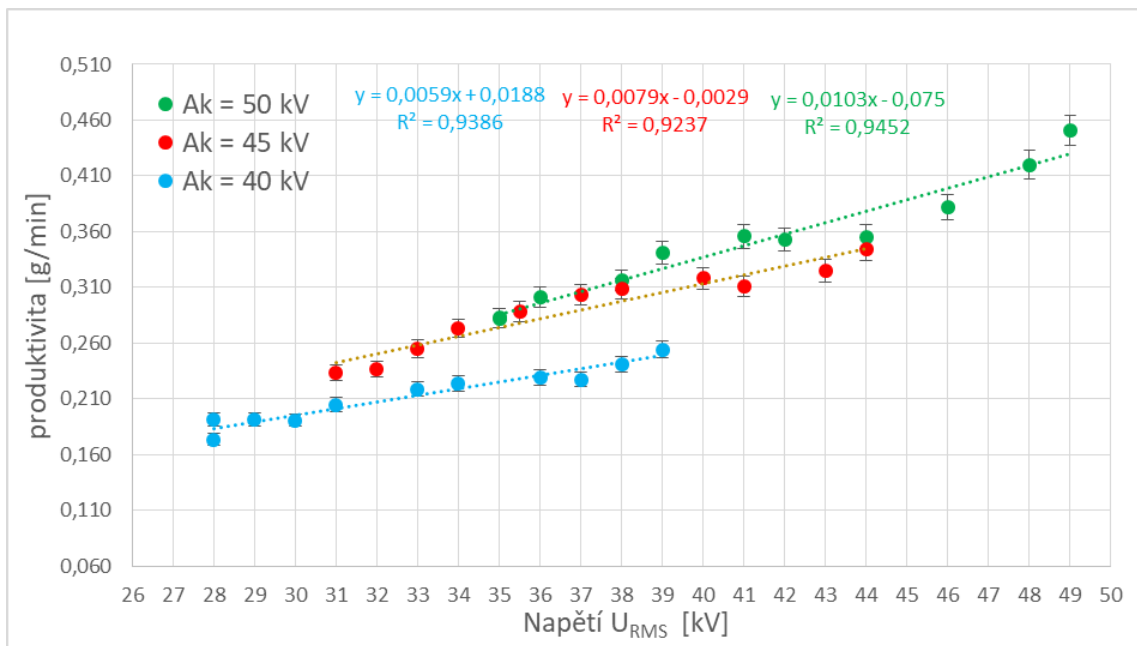




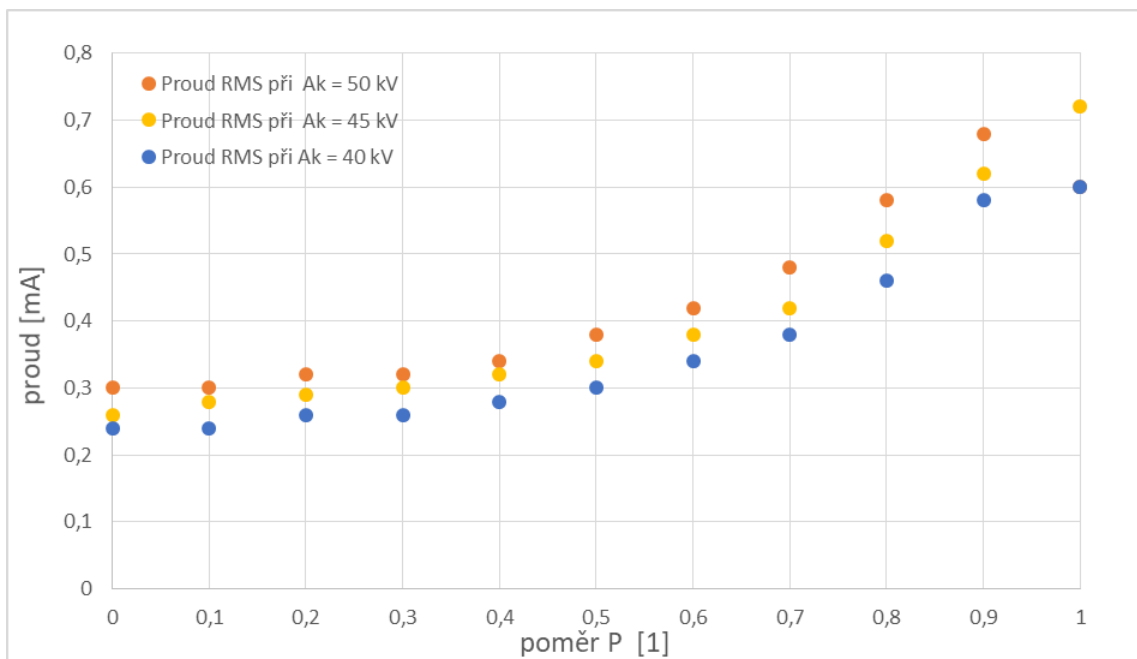
Obrázek 4.20 závislost produktivity na poměru P pro různé amplitudy signálu



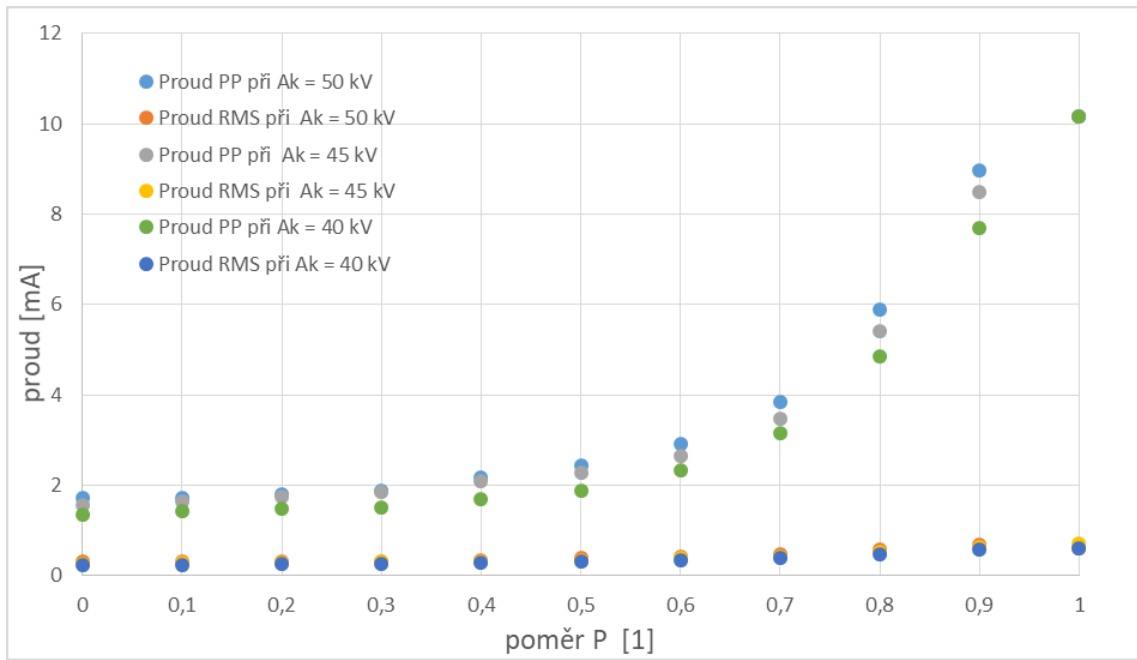
Obrázek 4.21 závislost efektivní hodnoty napětí na poměru P pro různé amplitudy signálu



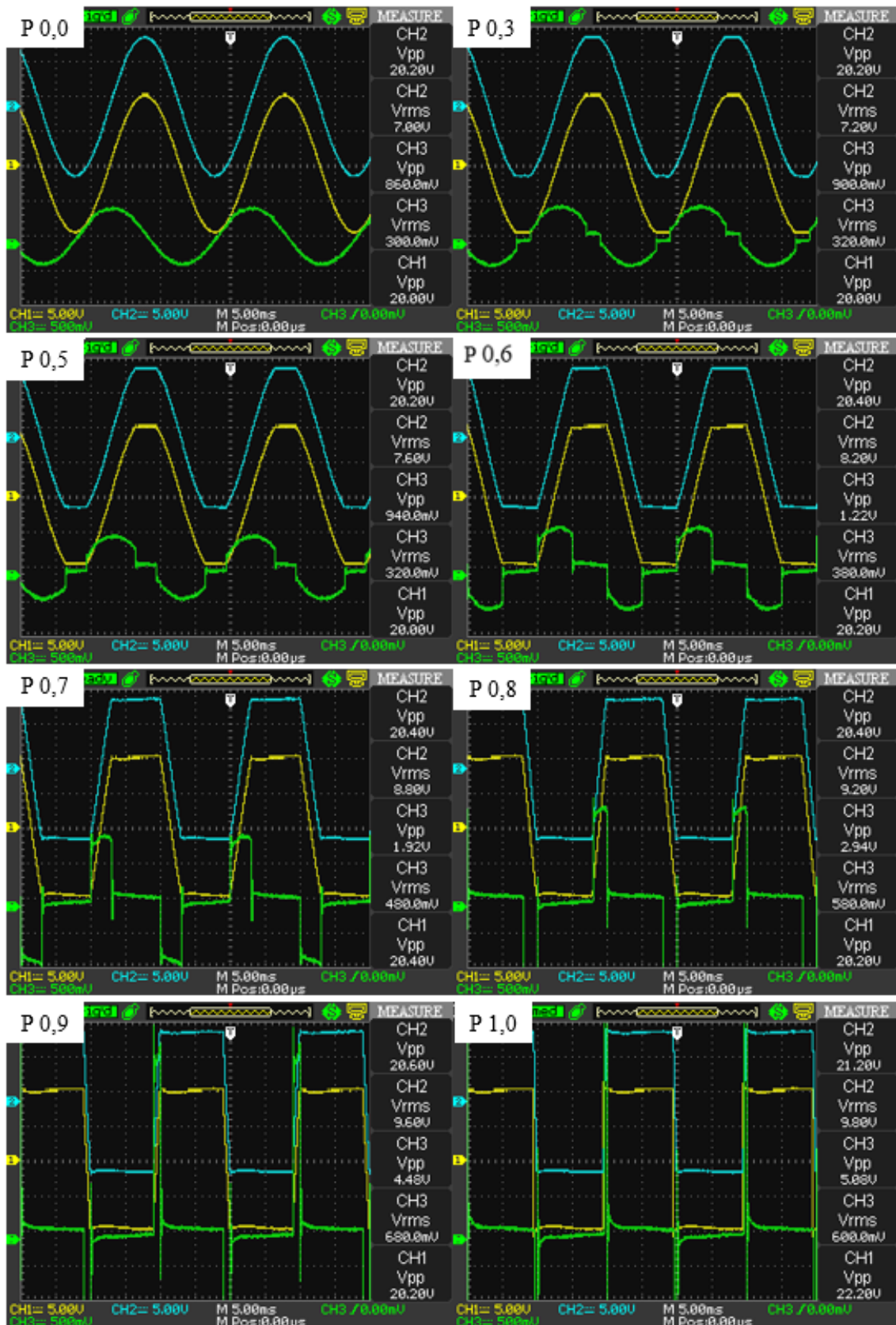
Obrázek 4.22 závislost produktivity na efektivní hodnotě napětí



Obrázek 4.23 závislost efektivní hodnoty proudu na poměru P



Obrázek 4.24 porovnání efektivní hodnoty proudu a špičkové hodnoty proudu v závislosti na poměru P



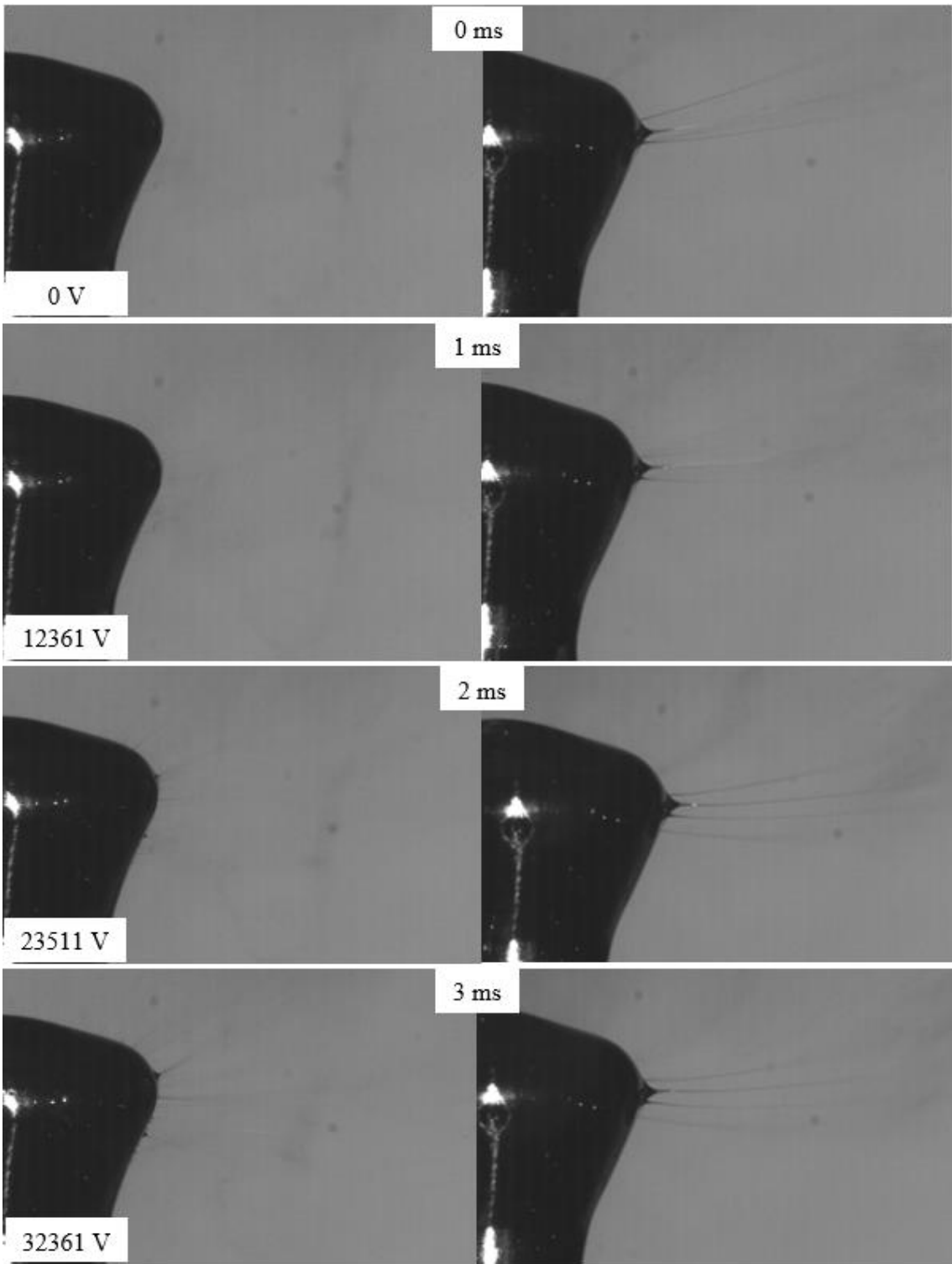
Obrázek 4.25 záznamy napětí a proudu při zvláknování pro vybrané poměry P

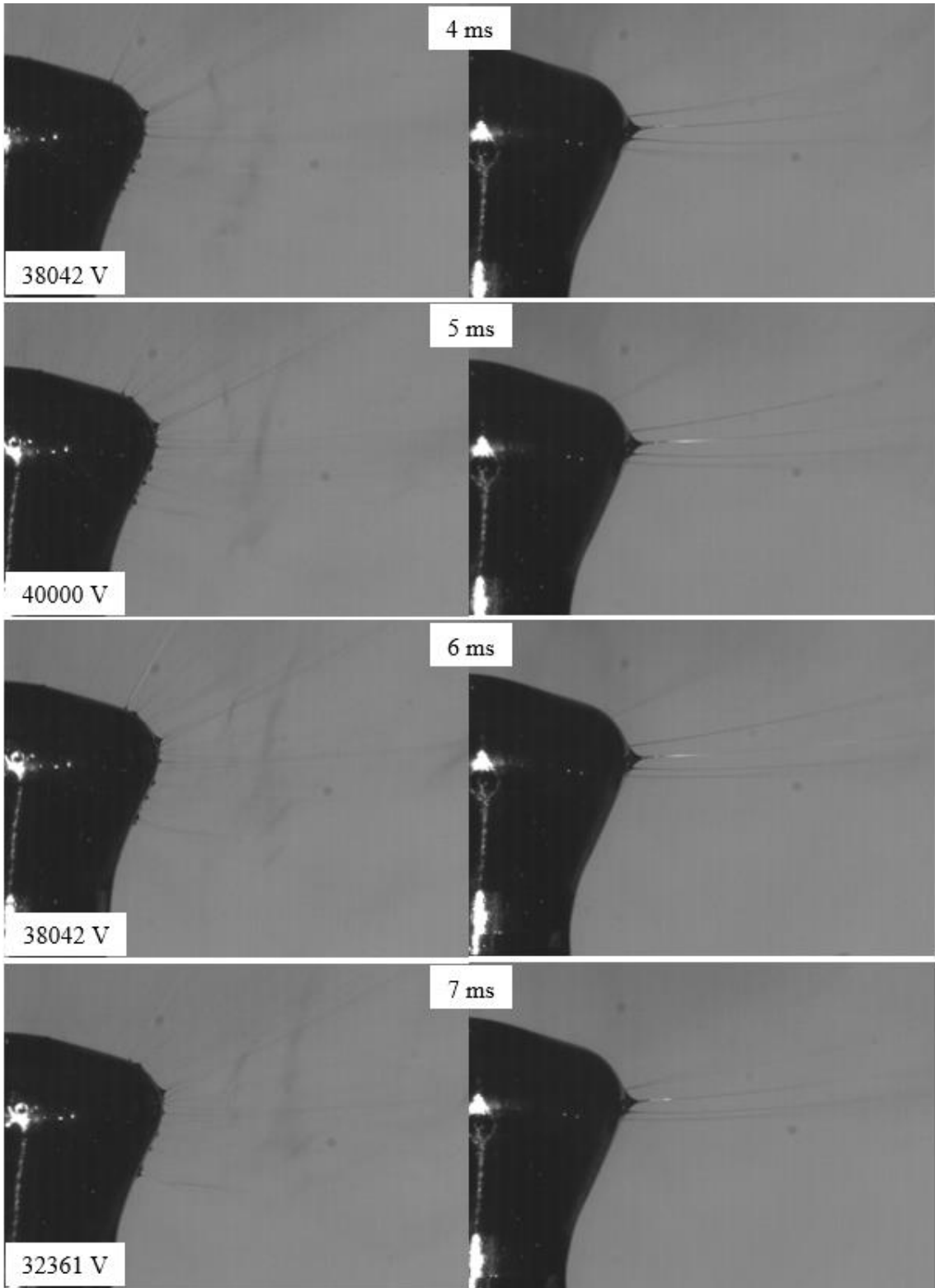
#### 4.1.5 Analýza průběhu zvlákňovacího procesu

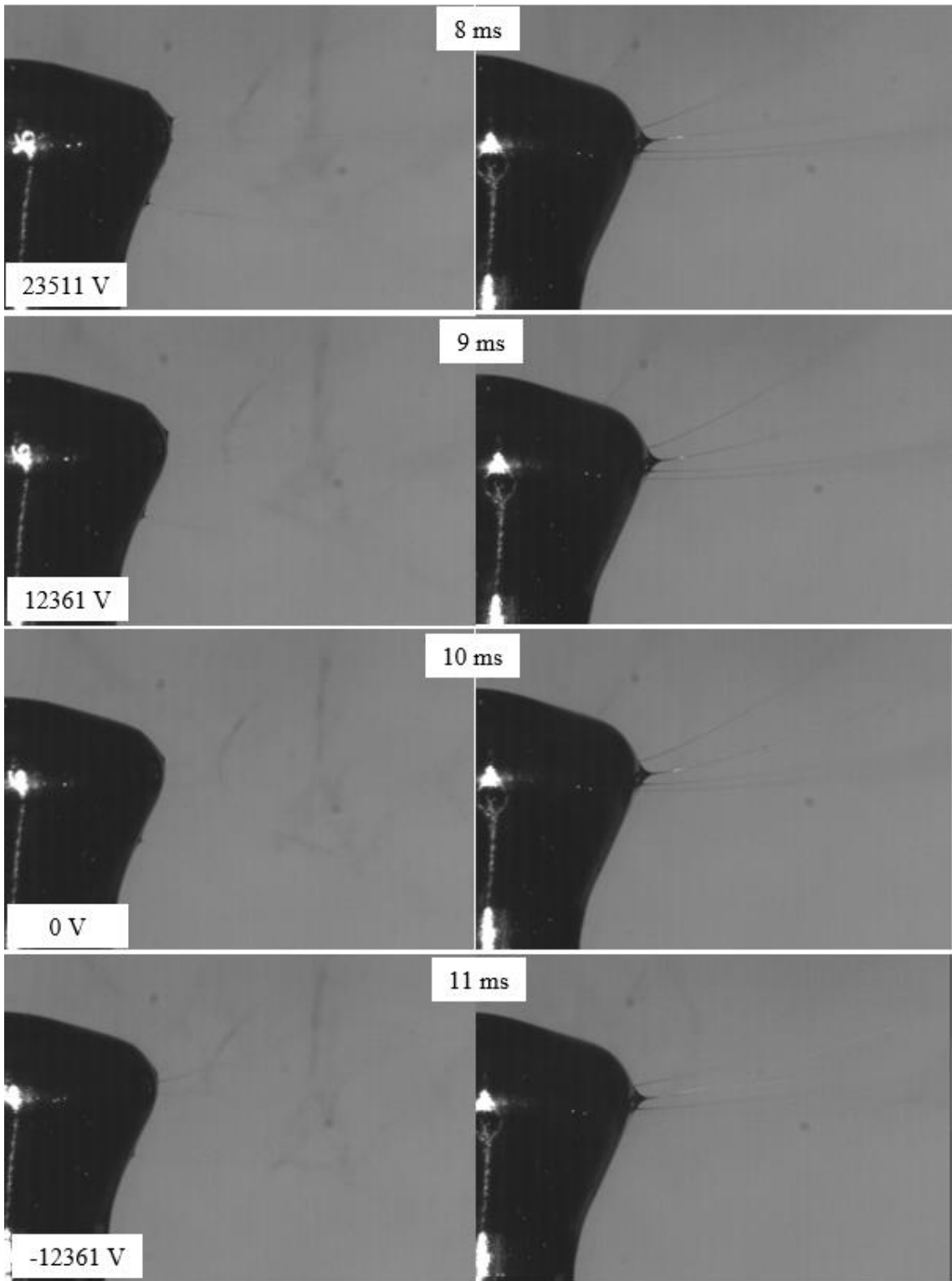
##### Chování zvlákňovacího procesu v průběhu jedné periody elektrického signálu

Pozornost byla zaměřena také na samotný průběh tvorby Taylorových kuželů a vzniklých nanovláken. Proces zvlákňování byl pozorován prostřednictvím vysokorychlostní kamery. Podrobnosti o kameře a parametry záznamu jsou uvedeny v příloze 6. Na obrázku 4.26 je zobrazena sekvence snímků průběhu tvorby nanovláken na elektrodě pro jednu celou periodu signálu o frekvenci 50 Hz, tedy 20 milisekund. V levém sloupci je sekvence snímků pro signál sinus, přičemž je vždy v rohu snímku uvedeno aktuální napětí na elektrodě. V pravém sloupci je sekvence snímků pro signál ve tvaru obdélníku, přičemž v čase 0 ms dochází ke změně polarity z hodnoty -40 kV na hodnotu +40 kV, která je po dobu první půlperiody stále stejná, tedy až do času 10 ms, kde opět dochází ke změně polarity z hodnoty +40 kV na hodnotu -40 kV, která je stejná až do času 20 ms. Záznamy byly pořízeny rychlostí 1000 snímků za sekundu.

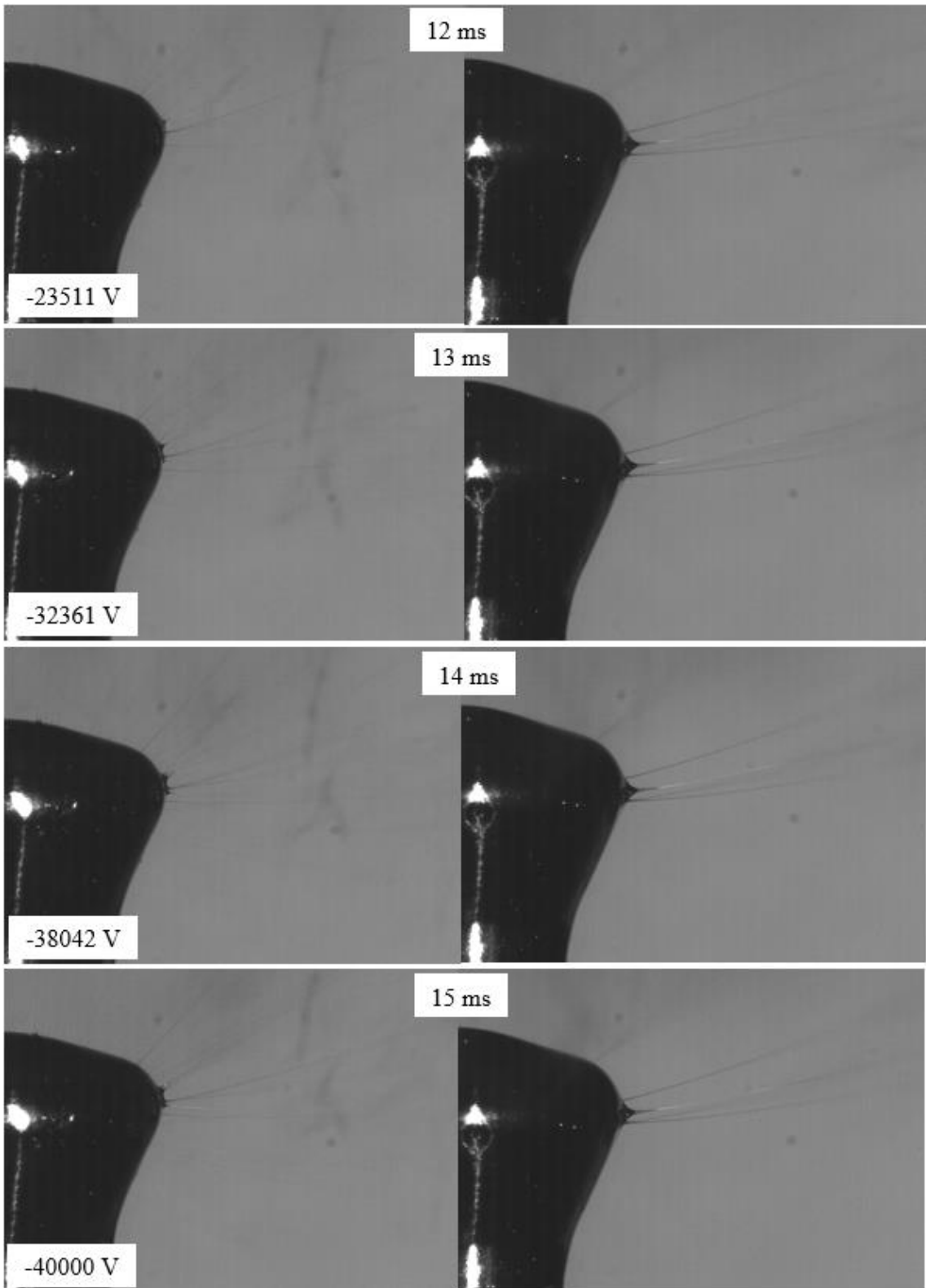
Ze snímků lze pozorovat rozdílné chování procesů v závislosti na typu použitého průběhu napětí. Při použití funkce sinus dochází ke tvorbě Taylorových kuželů na větší ploše, než při použití funkce obdélník. Toto zjištění je velmi zajímavé, neboť i přesto poskytuje obdélník vyšší produktivitu při stejné amplitudě. Také lze pozorovat, že v případě funkce sinus začínají kužely vznikat až od určitého času, konkrétně od času 2 ms a jejich počet a velikost se postupně zvyšuje až do hodnoty maximální, která odpovídá amplitudě signálu a poté velikost a počet kuželů opět klesá až do úplného vymizení v čase cca 8 ms. U obdélníkového průběhu toto pozorováno není. Kužely jsou vytvářeny stále po celou dobu periody signálu a nemizí. V případě použití funkce obdélník tedy dochází ke zvlákňování o přibližně celkem 8 ms déle na jedné periodě oproti funkci sinus, což činí 40 % času.

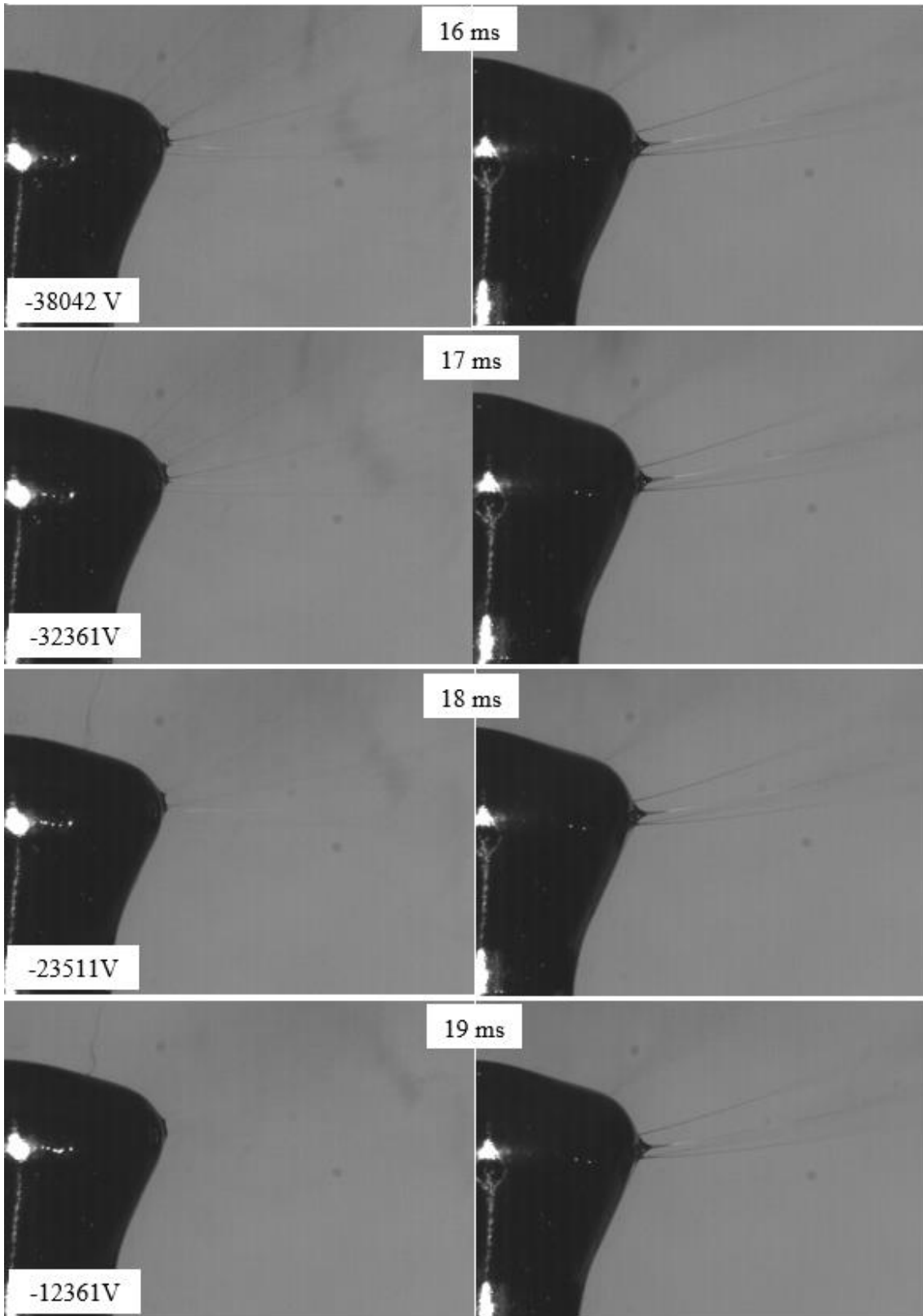


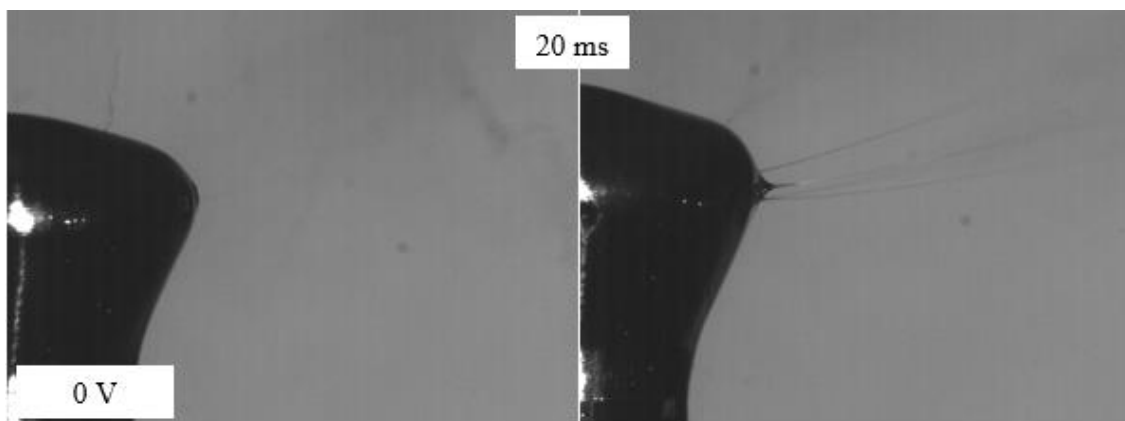












Obrázek 4.26 Sekvence snímků pravé poloviny zvlákňovací elektrody při AC zvlákňovacím procesu ze záznamů z vysokorychlostní kamery, Levý sloupec: sinusový tvar vlny, Pravý sloupec: obdélníkový tvar vlny. PVB,  $f=50$  Hz.

### Vývoj zvlákňování od počátku procesu do jeho stabilizace

K výše uvedené analýze je nutné doplnit, že vybraná perioda signálu, pro kterou byl proces zkoumán, není první periodou po sepnutí zdroje. Jedná se o dobu, kdy je již proces zcela stabilizován. Na počátku zvlákňovacího procesu, tedy ihned po sepnutí zdroje a přivedení napětí na elektrodu, se proces chová odlišně. Následující část kapitoly pojednává právě o analýze procesu zvlákňování od jeho počátku až do stabilizované části. Zvlákňovací proces byl vysokorychlostní kamerou pozorován pro průběh sinus i obdélník, přičemž pro průběh sinus byla použita frekvence 1000 snímků za sekundu a pro průběh obdélník 20000 snímků za sekundu. Sekvence snímků zachycujících celý proces pro oba průběhy jsou vzhledem k rozsáhlosti uvedeny v příloze 6. V obrázcích je vždy uveden čas snímku, který uplynul od přivedení napětí na elektrodu, okamžité napětí na elektrodě a číslo periody signálu, ve kterém se aktuálně proces nachází. V tabulkách 4.2 a 4.3 jsou uvedena vyhodnocení pozorovaných dějů pro oba průběhy, přičemž  $U_t$  je okamžité napětí na elektrodě a  $N_p$  je číslo periody signálu. Je nutné zmínit, že počáteční hodnota napětí generovaného signálu není vždy hodnotou nulovou, neboť generátor vytváří signál ve smyčce a ve chvíli jeho spuštění se na výstupu objeví napětí odpovídající náhodnému času v rámci periody signálu a dále již generuje signál dle zvolené funkce. Proto je vždy první perioda signálu neúplná a v tabulce je označena jako perioda 0. V případě funkce sinus byl počáteční čas definován od času, kdy průběh nabýval první nulové hodnoty. V případě funkce obdélník byl definován v čase spuštění zdroje napětí.

Tabulka 4.2 Vyhodnocení pozorování průběhu zvláknování pro funkci sinus

čas [ms]	$U_t$ [kV]	$N_p$ [1]	popis děje	
-6	0	x	Počátek záznamu (snímek není uveden)	
-2	-22,3	0	Spuštění zdroje napětí. (snímek není uveden)	
0	0,0	1	Definovaný počátek času, nulové napětí, žádný pozorovaný jev	
5	40,0	1	amplitudové napětí, žádný pozorovaný jev	
15	-40,0	1	záporné amplitudové napětí, žádný pozorovaný jev	
40	0,0	3	pozorováno mírné deformování hladiny	
45	40,0	3		
48	23,5	3	začíná pomalá tvorba Taylorova kužele na pravé straně - kapalina se začíná deformovat do tvaru „výstupku“. Na levé straně vzniká první tryska v zákrytu elektrodou.	
55	-40,0	3	tryska na levé straně postupně mizí.	„Výstupek“ na pravé straně se postupně zvětšuje
56	-38,0	3		
57	-32,4	3		
58	-23,5	3		Nastává málo patrné postupné zmenšení „výstupku“
59	-12,4	3		
60	0,0	4		
61	12,4	4	Drobný výskyt trysek na levé straně	Nastává málo patrné postupné zmenšení „výstupku“
62	23,5	4		
63	32,4	4	větší četnost trysek na levé straně	„Výstupek“ se opět zvětšuje a zplošťuje
65	40,0	4	Trysky na levé straně jsou plně vyvinuty a je jich větší množství.	
66	38,0	4	Počet a velikost trysek na levé straně se snižuje.	„Výstupek na pravé straně stále mírně roste.
68	23,5	4		
70	0,0	4	Na levé straně již nejsou trysky, hladina je deformovaná do tvaru malého „výstupku“	Na levé straně dochází k postupnému vytváření Taylorových kuželů a následných trysek, „výstupek“ má maximální velikost
75	-40,0	4	Opět dochází k postupnému vytváření trysek na levé straně až do plného vyvinutí.	
80	0,0	5		
82	23,5	5		
83	32,4	5		
85	40,0	5		
90	0,0	5	tvorba trysek opět ustala. Dále se proces tvorby trysek periodicky opakuje. Tedy pro každou následující periodu dochází od nulové hodnoty až do hodnoty amplitudy k postupné tvorbě trysek, respektive k jejich postupnému zániku do následující nulové hodnoty. Dále bude děj sledován v delším časovém horizontu.	
115	-40,0	6	V tomto úseku je pozorována postupná změna tvaru polymerní hladiny, dochází k vymizení výstupků a postupné stabilizaci hladiny. Je patrné, že se výstupky pohybují vlivem přeplavování kapaliny. Trysky se vytvářejí v místě postupně zanikajícího „výstupku“, které se v krajní fázi nacházejí i	
135	-40,0	7		
155	-40,0	8		
175	-40,0	9		
185	40,0	10		

195	-40,0	10	mimo oblast zvláknovací plochy definované poloměrem zaoblení elektrody R.
235	-40,0	12	Pokračuje stabilizace tvaru polymerní hladiny, výstupky zcela vymizely a kužely se nesystematicky tvoří na veliké ploše, a to jak na zvláknovací, tak i na příváděcí a odváděcí. Hladina se postupně formuje až do tvaru, který plně kopíruje geometrii elektrody
265	40,0	14	
285	40,0	15	
325	40,0	17	
355	-40,0	18	
380	0,0	20	
382	23,5	20	Hladina je plně stabilizována. Ke tvorbě kuželů již probíhá výhradně na zvláknovací ploše a dochází k postupnému vytváření, respektive zániku trysek v průběhu periody signálu, tedy od nulové hodnoty napětí až do hodnoty amplitudy a opět do hodnoty nulové. Dále se již tento děj periodicky opakuje a odpovídá ději popsanému v textu výše a ilustrovanému obrázkem 4.12
384	38,0	20	
385	40,0	20	
387	32,4	20	
390	0,0	20	

Tabulka 4.2 Vyhodnocení pozorování průběhu zvláknování pro funkci obdélník

čas [ms]	$U_t$ [kV]	$N_p$ [1]	popis děje	
-0,55	0,0	0	počátek záznamu, hladina roztoku kopíruje tvar elektrody	
0	0,0	0	čas spuštění generátoru napětí. Nejsou pozorovány změny.	
0,05	7,5	0	Napětí roste. Nejsou pozorovány změny.	
0,25	30,0	0		
0,45	40,0	0	Napětí na elektrodě je na hodnotě amplitudy signálu. Žádné změny	
7,45	40,0	0	Je pozorováno mírné deformování hladiny roztoku	
10,7	-40,0	1	Dochází ke tvorbě první trysky na levé části elektrody. Tryska se vytváří v zákrytu.	
14,45	-40,0	1		
17,95	-40,0	1		
25,55	40,0	1	Na levé straně elektrody dochází k mírnému deformování hladiny do podoby „výstupku“	Na pravé straně elektrody dochází ke značnému deformování hladiny do podoby „výstupku“
29,45	-40,0	2	„Výstupek na levé straně se postupně zvětšuje.	
32,45	-40,0	2		
34,45	-40,0	2		
34,7	-40,0	2		
34,95	-40,0	2		
35,2	-40,0	2		
35,45	-40,0	2		
35,7	-40,0	2		
43,45	40,0	2		
46,2	40,0	2		
46,7	40,0	2	Výstupek na levé straně se stále zvětšuje. V zákrytu výstupku se tvoří jiná tryška	
54,2	-40,0	3		
57,45	-40,0	3		
78,45	-40,0	4		
			Tryska na pravé straně je plně vyvinuta. Jsou pozorovány i výstupky a trysky v zákrytu i před pozorovaným místem.	
			Tryska (také trysky v zákrytu) je již plně vytvořena stále z jednoho místa.	

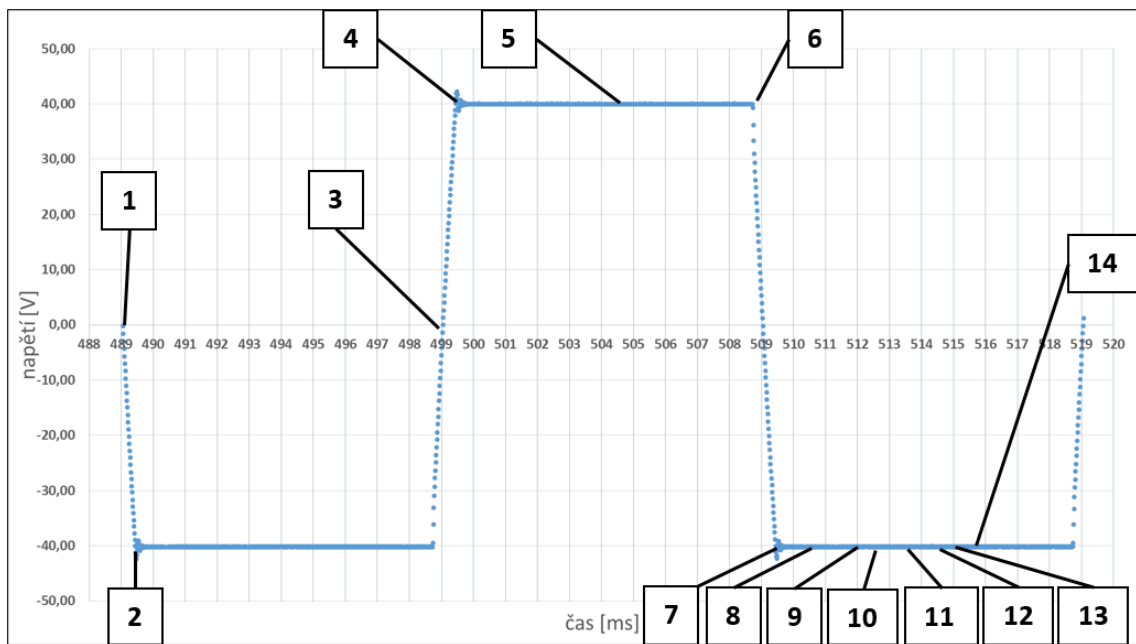
84,95	40,0	4	Na levé straně v pozorovaném místě dochází ke tvorbě Taylorova kužele
88,45	40,0	4	Tryska na levé straně je již vytvořena.
108,5	40,0	5	Trysky na obou stranách, respektive pravděpodobně na celém obvodu elektrody se posouvají směrem dolu spolu s přepalovaným roztokem. Jejich velikost (vydatnost) se postupně zmenšuje
150,7	-40,0	8	
151,2	-40,0	8	
151,7	-40,0	8	
152	-40,0	8	
152,2	-40,0	8	
152,5	-40,0	8	
188	40,0	9	
221,5	40,0	11	
237	-40,0	12	
253,7	-40,0	13	Trysky postupně zanikají až do úplného vymizení. Na zvlákňovací ploše (v místě tvorby již zaniklých trysek) dochází k novému deformování hladiny, tvorbě výstupků a následné tvorbě Taylorova kužele a nových trysek.
259,5	40,0	13	
263	40,0	13	
263,5	40,0	13	
264,5	40,0	13	
269,5	-40,0	14	
317	-40,0	16	
414,5	-40,0	21	Nově vzniklé trysky se opět pohybují směrem dolu vlivem přepalování roztoku až do úplného vymizení a dochází k opětovné tvorbě nových trysek na zvlákňovací ploše. Tento děj se dále cyklicky opakuje.
419,5	40,0	21	
471,2	-40,0	24	
474	-40,0	24	
474,5	-40,0	24	
475	-40,0	24	
507	40,0	25	
515,5	-40,0	26	
671,7	-40,0	34	

Z popisů pozorování uvedených v tabulkách vyplývají určité rozdíly v chování procesu AC-electrospinning mezi oběma použitými signály. V případě funkce sinus dochází ke tvorbě první větší skupiny trysek v průběhu čtvrté periody, tedy v rozmezí časů 60 až 80 milisekund. U obdélníku dochází ke tvorbě prvních trysek již během druhé periody od času přibližně 35 milisekund. V obou případech dochází v první fázi k destabilizaci hladiny vlivem působícího elektrického napětí a tvorby „výstupku“, který je pozorovaný na obou stranách elektrody, respektive se pravděpodobně nachází po celém obvodu elektrody a tvoří tak prsteneček. Z tohoto prstence dochází k prvotní tvorbě Taylorových kuželů a trysek. V případě funkce sinus dochází ke stabilizaci hladiny roztoku v oblasti 18. periody, tedy v čase přibližně 350 milisekund, poté již hladina kopíruje tvar elektrody a trysky

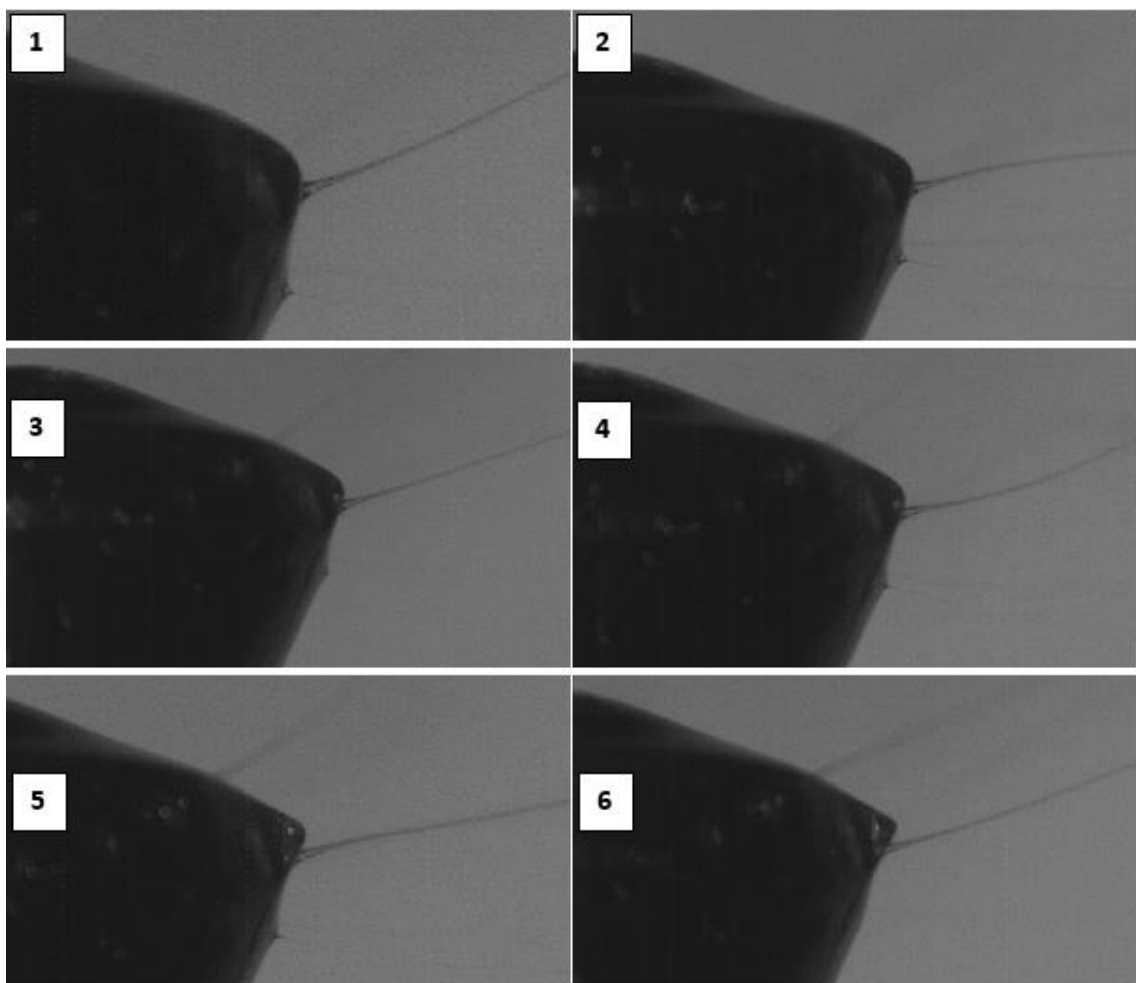
jsou vytvářeny výhradně na zvlákňovací ploše. Dokud hladina není stabilizována, vytvářejí se trysky na větší ploše než po stabilizaci, což může souviset s křivostí deformované hladiny, respektive s velikostí intenzity elektrického pole. Na deformované hladině je pravděpodobně křivost dostačující k tomu, aby hodnota intenzity přesahovala kritickou mez pro vznik Taylorových kuželů. U obdélníku je stabilizace hladiny pozorována prakticky již po vymizení prvotního prstence v oblasti čtvrté periody. Je pozorován zásadní rozdíl mezi oběma signály. V případě funkce sinus se při pozorování v myšleném řezu elektrodou tvoří veliká skupina trysek po celé délce zvlákňovací plochy, přičemž v případě funkce obdélník se vytvoří pouze jediná tryska. Jak již bylo zmíněno v textu výše a uvedeno v obrázku 4.26, v případě funkce sinus trysky periodicky vznikají a zanikají podle periody signálu. U obdélníku během jedné periody tryska nezaniká. Vytvoří se na zvlákňovací ploše a pohybuje se směrem dolů, tedy mimo zvlákňovací plochu, společně s přepřavovanou hladinou roztoku. Po určité době však také zanikne, přičemž v přibližně stejnou dobu se na zvlákňovací ploše vytvoří tryska nová. Tento děj se následně cyklicky opakuje v průběhu celé doby zvlákňování.

### **Vznik polymerní trysky**

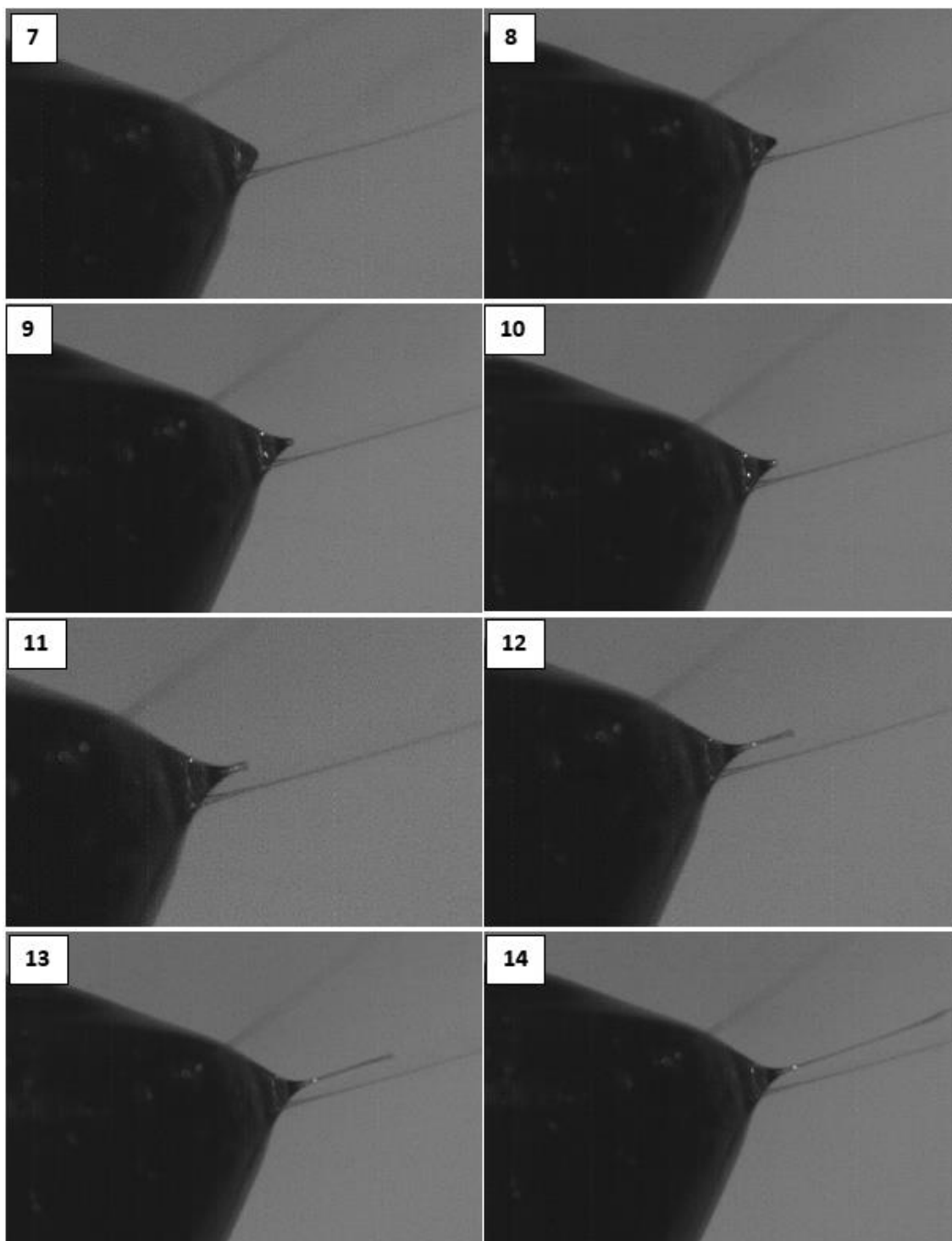
Při experimentu s buzením funkcí obdélník byl v rozmezí časů 489 ms a 520 ms zaznamenán postupný vznik polymerní trysky. Na obrázku 4.27 je vyobrazen konkrétní průběh napětí na elektrodě v tomto časovém úseku z vyznačenými časy, kdy byly snímky pořízeny. Na obrázku 4.28 je vyobrazena sekvence snímků zaznamenávající vznik trysky, přičemž čísla snímků odpovídají jednotlivým časům uvedeným v obrázku 4.27. V první fázi dochází k deformaci hladiny do tvaru kužele až do maximální ostrosti v čase přibližně 510,45 ms (snímek 8). Dále je pozorován postupný vznik polymerní trysky až do plného vytvoření a vzniku tzv. bičující nestability. Zajímavým zjištěním je, že k vývoji trysky od viditelné deformace hladiny do plného vytvoření dochází za delší dobu, než je jedna perioda signálu. Celý pozorovaný děj probíhal po dobu 31 milisekund, přičemž k závěrečné fázi vývoje trysky došlo během 3,2 ms. Během celé doby se dvakrát změnila polarita signálu, což nemělo na vývoj trysky pozorovatelný vliv.



Obrázek 4.27 časový úsek tvorby trysky a hodnoty napětí



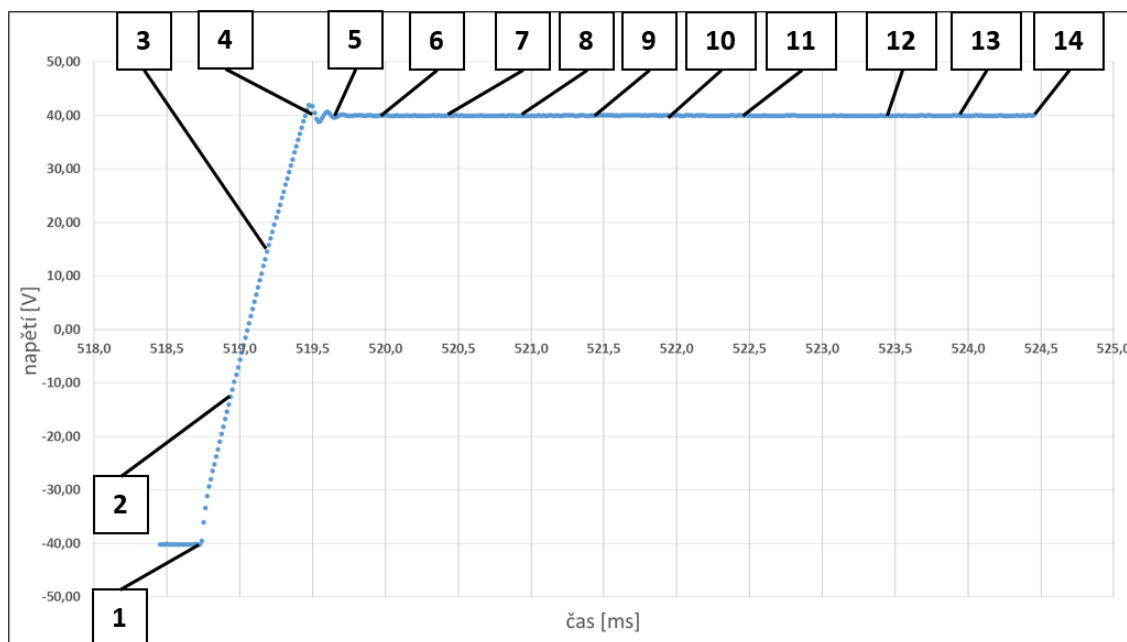




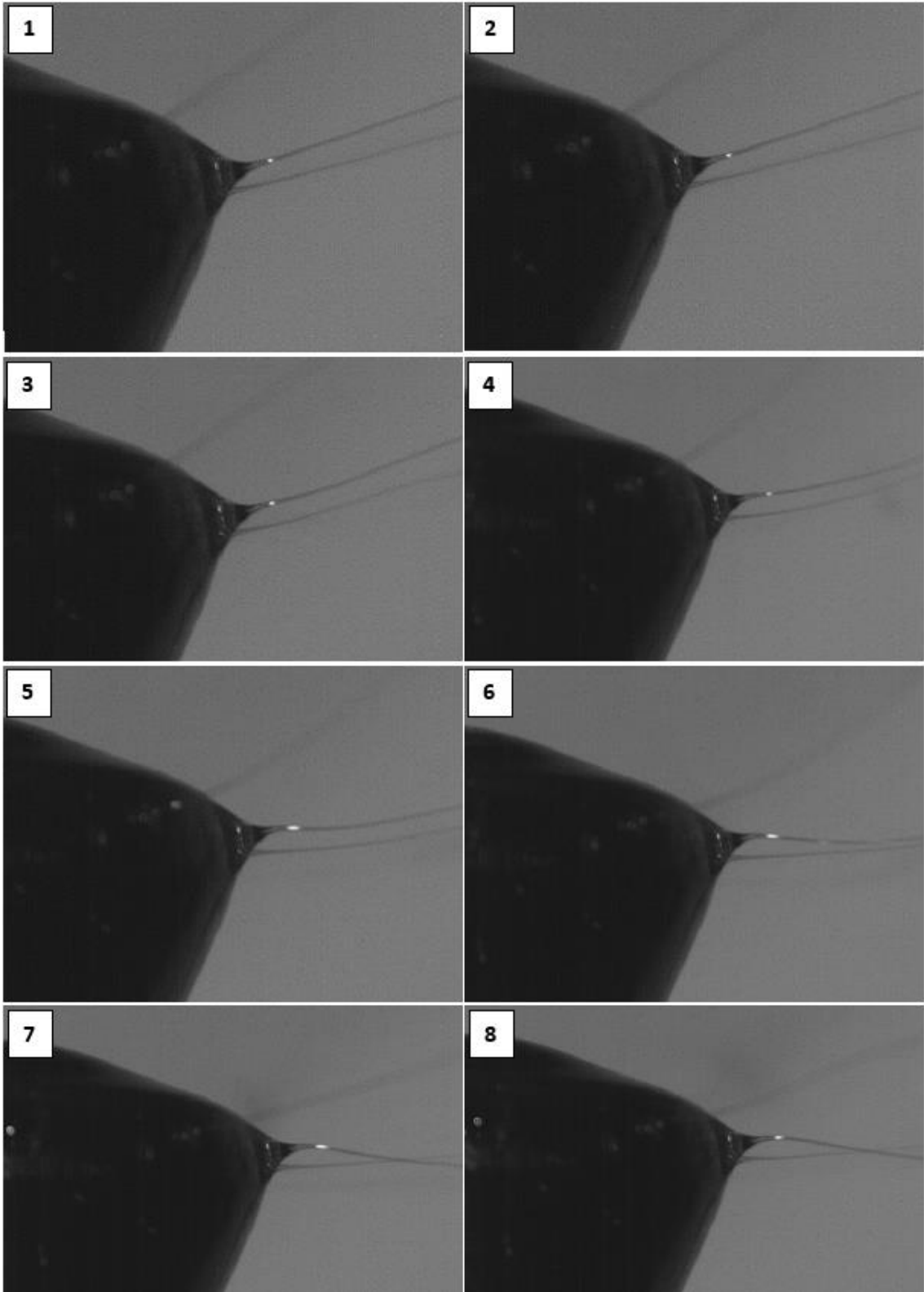
Obrázek 4.28 časový vývoj polymerní trysky: 1) 489,05 ms; 2) 489,45 ms; 3) 489,05 ms; 4) 499,45 ms; 5) 504,45 ms; 6) 508,75 ms; 7) 509,45 ms; 8) 510,45 ms; 9) 512,0 ms; 10) 512,45 ms; 11) 513,45 ms; 12) 514,45 ms; 13) 515,0 ms; 14) 515,65 ms

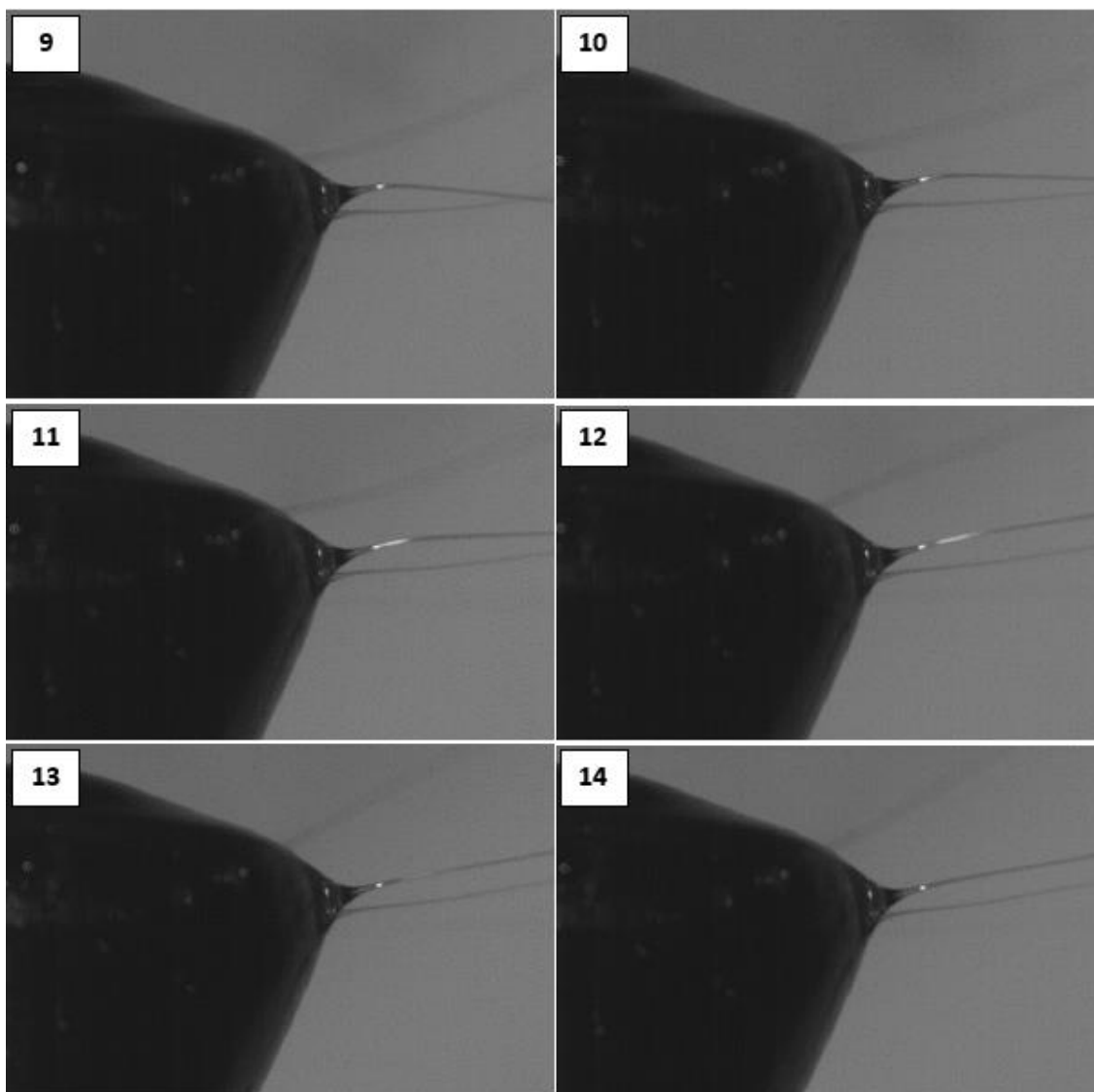
## Chování polymerní trysky během změny polaroty napětí na elektrodě

Dále bylo při použití signálu obdélník sledováno chování polymerní trysky při změně polaroty napěťového signálu na elektrodě. Byl vybrán časový úsek 518,45 ms až 524,45 ms, který je uveden na obrázku 4.29, kde jsou také vyznačeny jednotlivé časy, respektive hodnoty napětí na elektrodě pro každý jednotlivý snímek. Sekvence snímků je zobrazena v obrázku 4.30, přičemž číselné označení každého snímku odpovídá číslům v obrázku 4.29. Ze snímků je patrné, že mezi časy 1 a 4 kdy dochází ke změně polaroty, nedochází na polymerní trysce k výrazným změnám. Změny jsou pozorovány až od času 4, přičemž do této doby má tryska téměř přímkový tvar. Mezi časy 4 až 8 dochází k mírnému „propadnutí“ trysky, kdy začne nabývat prohnutého tvaru. Od času 9 dále je pozorováno opětovné narovnání trysky do původního přímkového tvaru. Pravděpodobně dochází k tomu, že vlivem změny polaroty ztrácí na velmi krátkou dobu tryska výkon a dochází k jejímu zmenšování a vlivem působení gravitace dochází k jejímu prohnutí. Tento jev je velmi zajímavý a naskýtá prostor pro jeho další studování. Zejména je zajímavé, že k němu dochází až za dobou změny polaroty.



Obrázek 4.29 sledovaný časový úsek při změně polaroty a příslušné hodnoty napětí



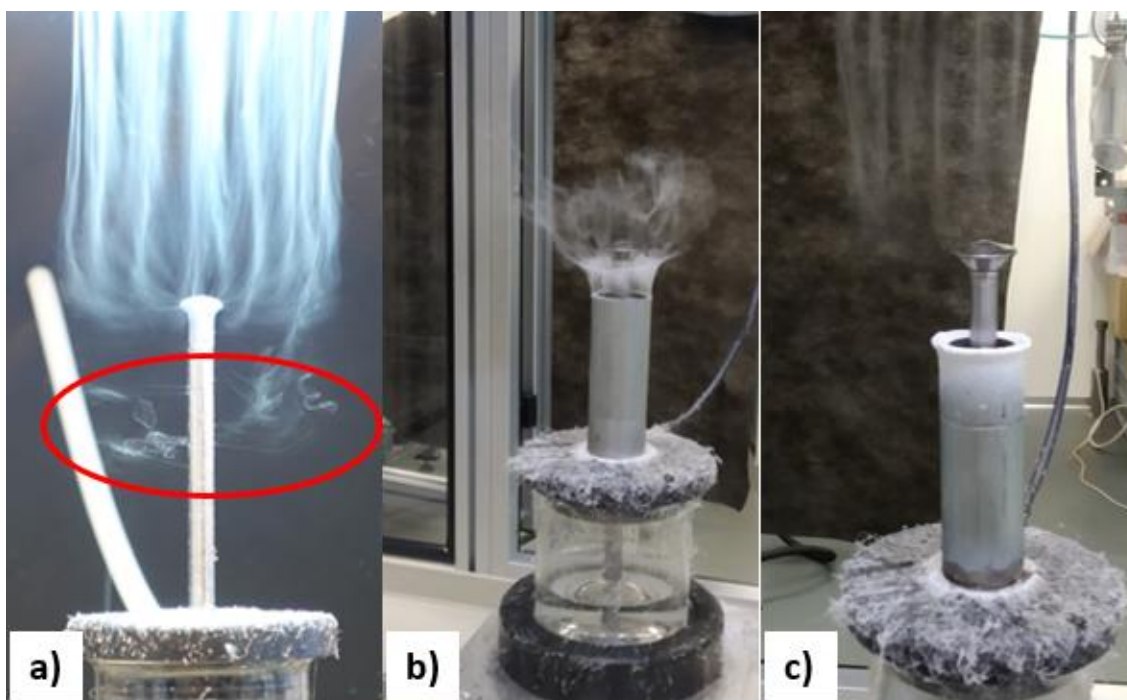


Obrázek 4.30 chování polymerní trysky při změně polarity napětí na elektrodě: 1) 518,70 ms; 2) 518,95 ms; 3) 519,2 ms; 4) 519,45 ms; 5) 519,65 ms; 6) 519,95 ms; 7) 520,45 ms; 8) 520,95 ms; 9) 521,45 ms; 10) 521,95 ms; 11) 522,45 ms; 12) 523,45 ms; 13) 523,95 ms; 14) 524,45 ms

## 4.2 Eliminace tvorby vláken na stopce elektrody

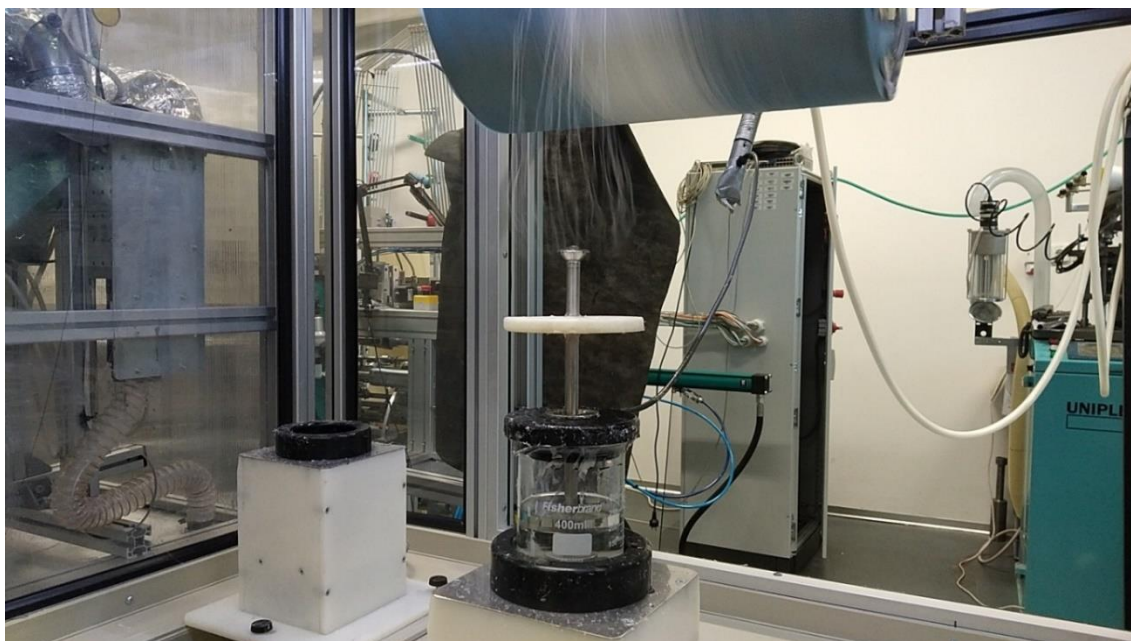
Cílem této kapitoly výzkumu byla eliminace úletů vláken ze stopky zvláknovací elektrody. Jelikož i po povrchu stopky elektrody stéká polymerní roztok, dochází občas ke tvorbě dlouhých svazků vláken i z této části. Tyto svazky však nejsou zachyceny vlečkou vláken tvořící se na kuželové části elektrody a odpadávají na nádobku s polymerním roztokem a také stůl stroje. Dochází tedy ke znečištění a nadbytečné spotřebě materiálu, který není využit ve výsledném produktu. Příklad tvorby těchto parazitních vláken je ukázána

na obrázku 4.31 a). Byly testovány některé možnosti, jak tvorbě parazitních vláken zamezit. Pro testy byla použita jednostupňová elektroda o průměru D 22 milimetrů. Jedna z možností eliminace je zobrazena na obrázku 4.31 b). Kolem stopky elektrody byla vložena kovová trubka, která by měla úletům zamezit. Jak je však z obrázku patrné, dochází k tomu, že jsou některá vlákna, tvořící se na kuželu, zachytávána vrchem trubky a postupně se na ni ukládají až celý proces výroby nanovláken prakticky ustane. Na obrázku 4.31 c) je zobrazena varianta, kdy byla trubka zkrácena. Při této variantě bylo možné provozovat zvláknění desítky minut bez přerušení, avšak jak je z obrázku patrné, vlákna se na i na kratší trubku také ukládala. Sice se tak děje ve viditelně menším množství, ale lze předpokládat, že po delší době bude nárůst také značný a trubka tedy nepřináší žádné řešení pro zamezení znečišťování a nadbytečné spotřeby materiálu.



Obrázek 4.31 a) příklad tvorby parazitních vláken, b) ukázka zachytávání na delší trubce, c) ukázka zachytávání na kratší trubce

Jako další možnost, jak zabránit úletům vláken, bylo použití stínicího disku, který by měl elektricky zastínit stopku elektrody a zajistit, aby intenzita elektrického pole byla na stopce natolik nízká, aby zde ke zvláknění nedocházelo. Na obrázku 4.32 je takové řešení zobrazeno.



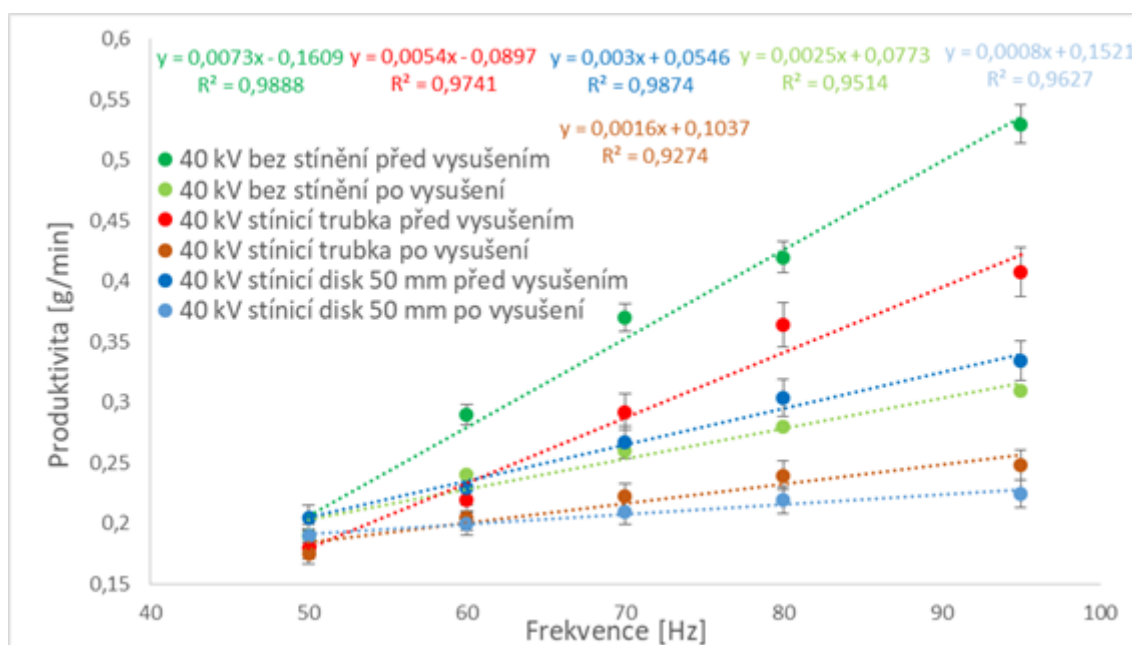
Obrázek 4.32 elektroda se stínícím diskem

Vrchní plocha disku byla od vrchu elektrody ve vzdálenosti 50 mm. Při testech se stínícím kotoučem bylo pozorováno, že k odpadávání dlouhých svazků vláken nedochází. Po delší době zvlákňování však bylo malé znečištění na disku pozorováno. To je však jev, který nelze zcela potlačit. Jedná se pravděpodobně o jemná vlákna, která jsou tvořena na kuželové části elektrody a nejsou zachycena vlečkou nanovláken. Stínící disk v podstatě simuluje víko nádoby s polymerem, z čehož vyplývá, že by stopka elektrody mohla být kratší.

#### 4.2.1 Měření produktivity elektrody se zastíněnou stopkou

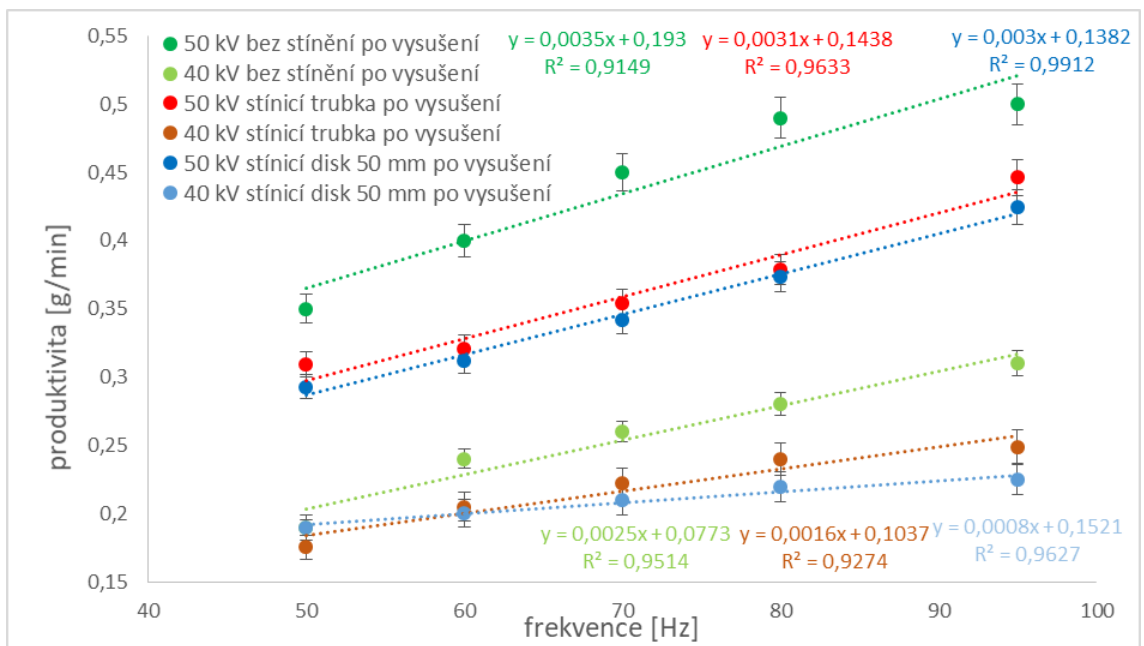
Experimenty se stíněním stopky elektrody byly doplněny o měření produktivity za účelem zjištění, jak stínění trubkou nebo diskem ovlivňuje produktivitu výroby nanovláken a také zda má nějaký vliv na rozdíl hmotnosti vyrobených vláken měřené ihned a po vysušení. Zvláště pro vyšší frekvence a napětí, u kterých je tento rozdíl patrný, jak bylo zmíněno v kapitole 4.1.3. Průběh signálu u všech měření byl sinus. Na obrázku 4.33 jsou zobrazeny výsledné závislosti produktivity na frekvenci pro různá napětí (amplituda) před vyschnutím a po vyschnutí. Z grafů vyplývá, že zastínění nemá významný vliv na množství zbytkového rozpouštědla ve vyrobených nanovláknách. Po vyschnutí vláken byly rozdíly ve hmotnostech respektive v produktivitách srovnatelné u všech tří variant. Graf na obrázku 4.34 ukazuje porovnání výsledných závislostí produktivit na frekvenci pro všechny tři varianty po vyschnutí. Z grafu vyplývá, že stínění

má negativní vliv na hodnotu produktivity. K největšímu poklesu produktivity docházelo při použití stínícího kotouče, respektive v případě, kdy by víko nádoby s polymerním roztokem bylo blíže k hlavě elektrody (závislost v grafu je pro kotouč vzdálený o 50 mm od vršku elektrody). Z těchto zjištění plyne, že případným zkrácením stopky elektrody sice dojde k eliminaci tvorby nadbytečných svazků vláken, které výrazně znečišťují zařízení, ale dojde také ke snížení produktivity výroby. Závislost produktivity na výšce elektrody při frekvenci 50 Hz je uvedena v grafu na obrázku 4.35. Z grafu vyplývá, že při výšce 40 mm je produktivita o 22 % nižší, než při výšce 60 mm. Při výškách větších než 60 mm již k ovlivnění produktivity nedochází. Pro výšku 30 mm nebylo již možné produktivitu vyhodnotit, neboť zvlákňování probíhalo natolik nestabilně, že nebylo možné nanovlákná odebrat. Při výšce 20 mm ke zvlákňování nedocházelo.

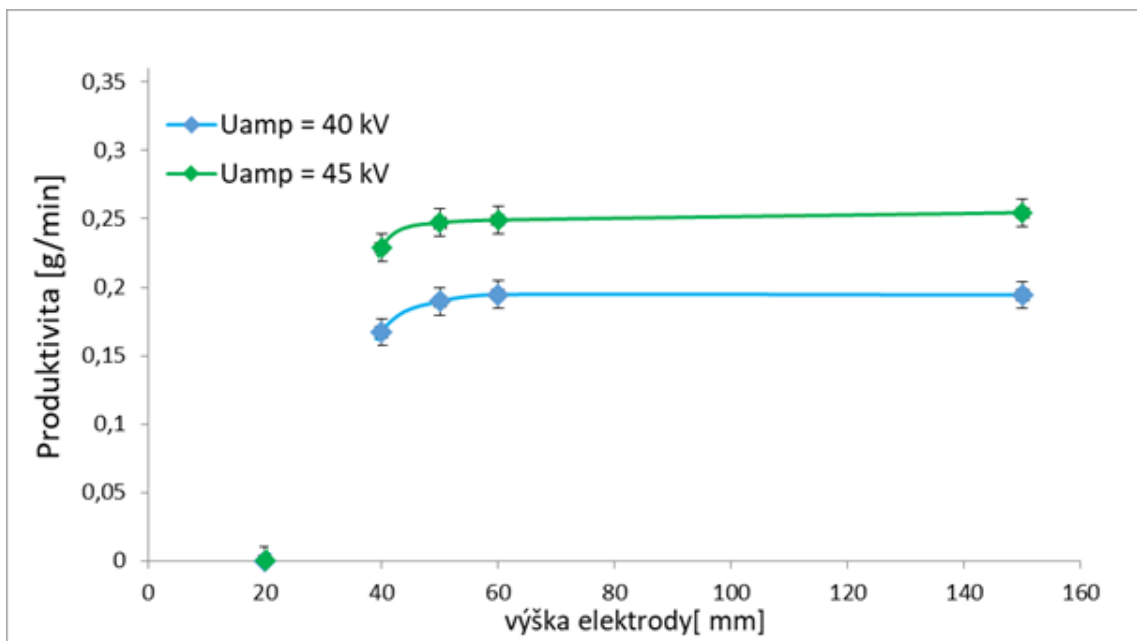


Obrázek 4.33 Závislost produktivity na frekvenci – porovnání všech tří variant před vysušením a po vysušení





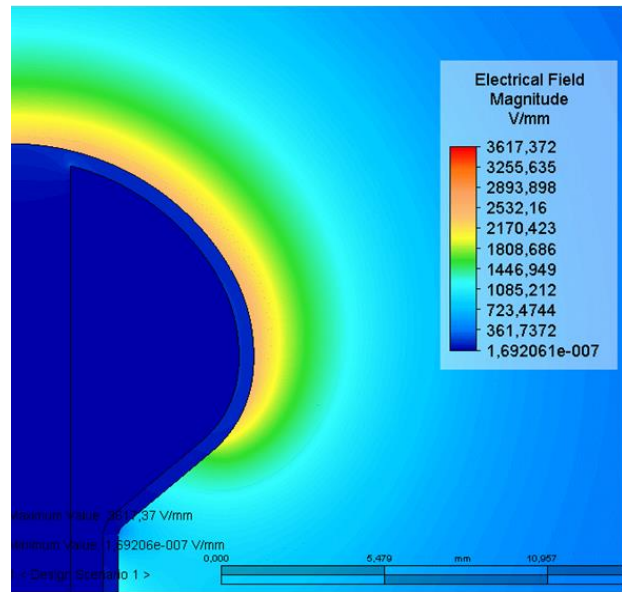
Obrázek 4.34 Závislost produktivity na frekvenci – porovnání všech tří variant před vysušením a po vysušení



Obrázek 4.35 závislost produktivity na výšce elektrody.

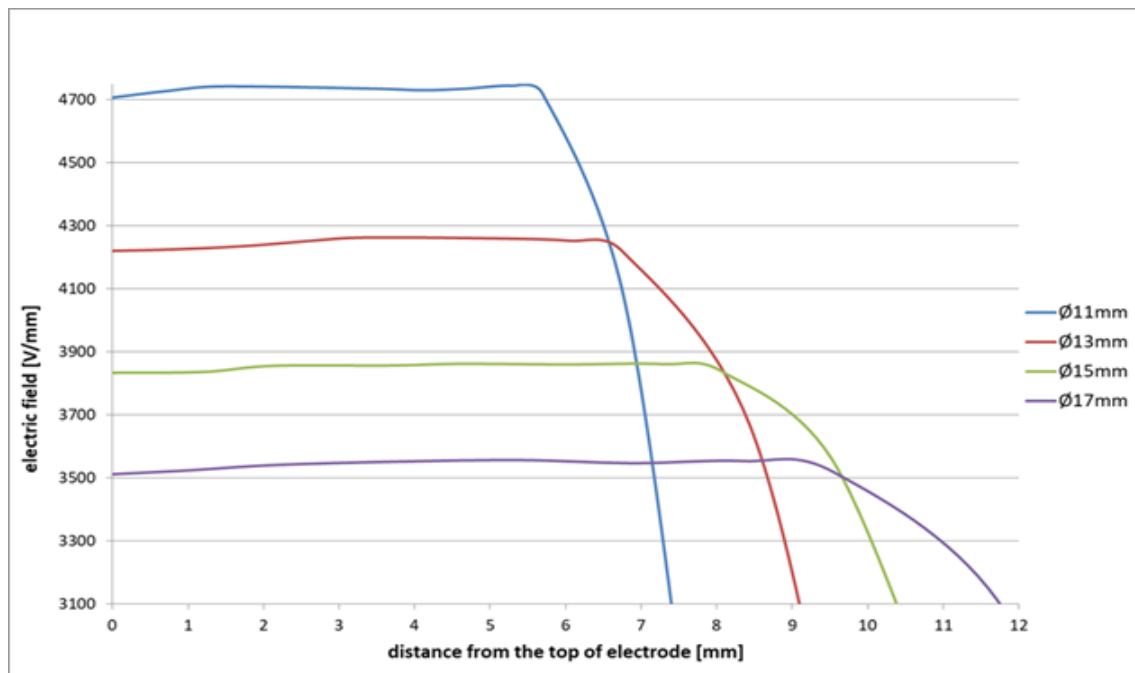
### 4.3 kulová elektroda

Pozornost byla dále zaměřena na kulovou elektrodu. Nejprve byly pro různé průměry hlavy elektrody provedeny simulace elektrického pole za účelem získání optimálního tvaru z hlediska rozložení intenzity elektrického pole. Příslušné poloměry (Obr. 3.17, kap 3.2.1) byly několika iteračními kroky zvoleny tak, aby rozložení intenzity elektrického pole na povrchu hlavy elektrody bylo prakticky konstantní. Na obrázku 4.36 je zobrazeno rozložení intenzity elektrického pole na povrchu hlavy optimalizované elektrody o průměru 17 mm. Dále v grafu na obrázku 4.37 lze pozorovat závislosti intenzity elektrického pole na vzdálenosti od vrcholu elektrody; měřeno po povrchu elektrody. Lze pozorovat, že intenzita na celé zvlákňovací ploše dosahuje přibližně konstantních hodnot.



Obrázek 4.36 rozložení intenzity elektrického pole na povrchu optimalizované kulové elektrody

Obrázek 4.37



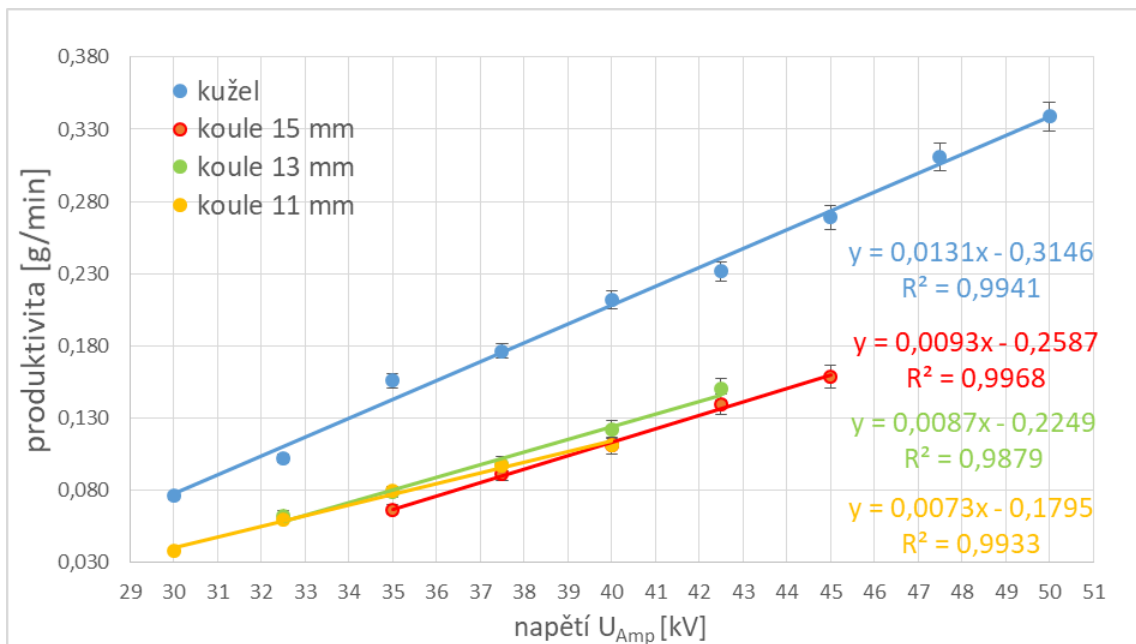
Obrázek 4.37 Rozložení intenzity elektrického pole na povrchu kulové elektrody pro různé průměry [54]

Dále byly provedeny experimenty s měřením produktivity na třech elektrodách o průměrech hlavy 11, 13 a 15 milimetrů, vyrobených dle tvaru získaného ze simulací. Tato sada elektrod je uvedena na obrázku 4.38. Experimenty byly provedeny pro několik hodnot napětí pro každou kulovou elektrodu a také byla pro srovnání provedena měření na elektrodě kuželové o průměru 14 mm a poloměru 1,5 mm. Otáčky dávkovací pumpy byly 600 ot/min, relativní vlhkost ve zvláknovací komoře byla 33 % a teplota 23 °C.

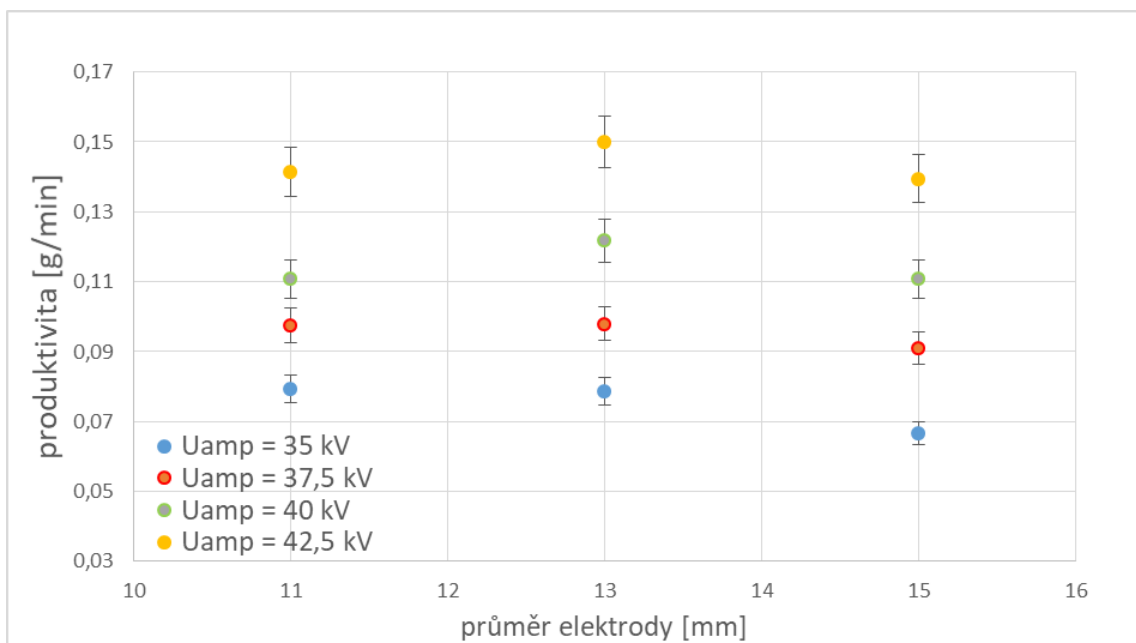


Obrázek 4.38 Sada kulových elektrod

Na obrázku 4.39 jsou uvedeny závislosti produktivity na napětí pro tři kulové elektrody a jednu elektrodu kuželovou. Z grafu lze pozorovat, stejný trend závislosti produktivity kulových elektrod na napětí jako u elektrody kuželové. Dále je patrné, že pro všechny hodnoty napětí poskytuje kuželová elektroda větší produktivitu než elektrody kulové. Z tohoto hlediska lze konstatovat, že pro průmyslovou výrobu se jejich použití jeví jako nevhodné. Vzhledem ke speciální vlastnosti těchto elektrod, tedy stejnoměrnému rozložení intenzity elektrického pole na jejich povrchu by však mohly nalézt v aplikacích, kde je nutné, aby byla nanovláknna vyráběna při stejné intenzitě elektrického pole. Změřené hodnoty byly také vyneseny do závislostí na průměru elektrod (obr. 4.40). Z grafu však prakticky nelze vysledovat nějaký zásadní trend.



Obrázek 4.39 Závislost produktivity elektrod na napětí

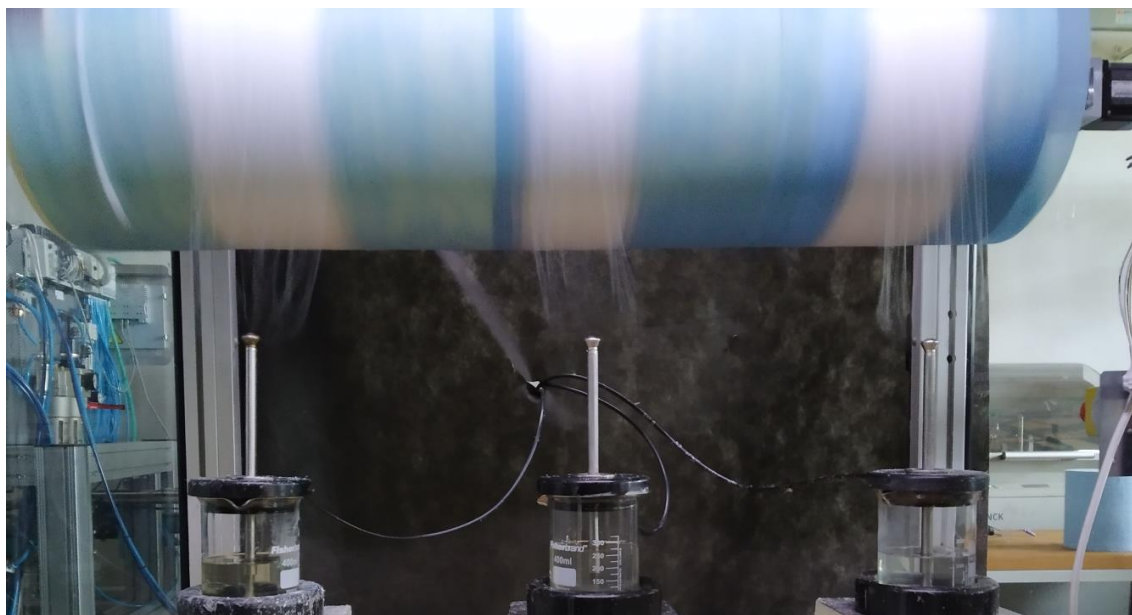


Obrázek 4.40 Závislost produktivity kulových elektrod na jejich průměru

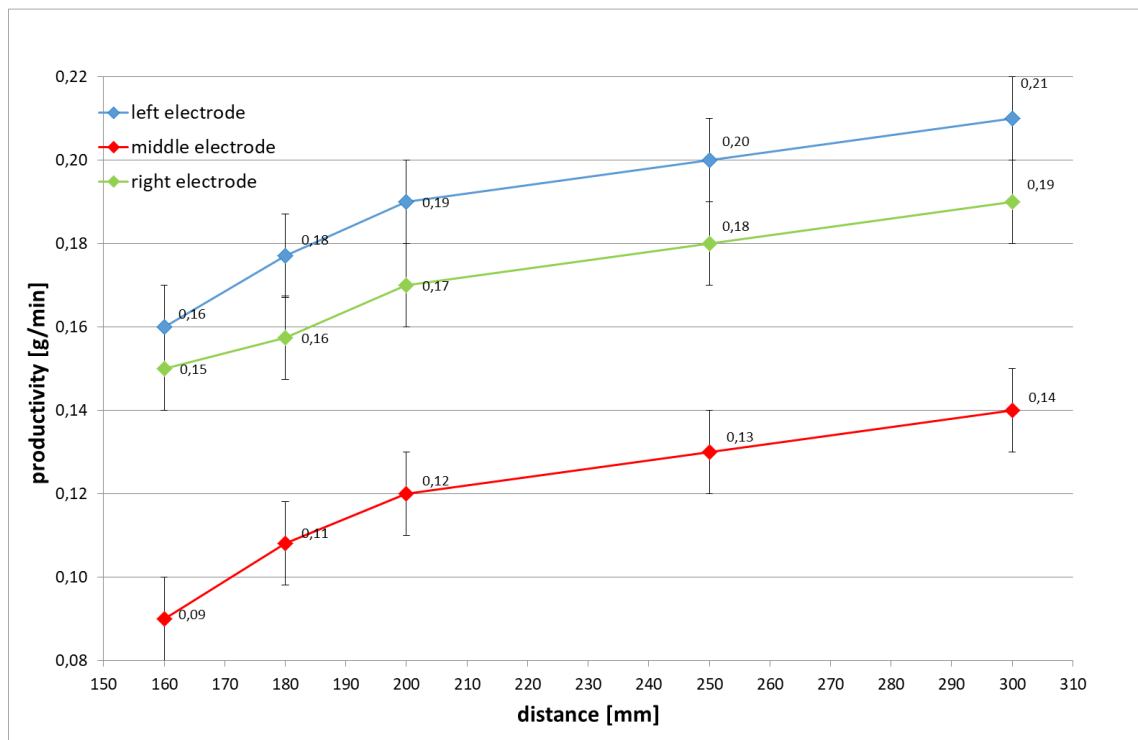
## 5 Skupina jednostupňových elektrod

Pozornost byla také věnována skupině tří elektrod umístěných vedle sebe v jedné rovině. Při hodnotě amplitudy napětí 40 kV byla měřena produktivita pro různé osové vzdálenosti mezi elektrodami, přičemž poloha krajních elektrod byla symetrická vůči elektrodě prostřední. Snímek experimentu pro vzdálenost 300 mm je vyobrazen na obrázku 5.1. Vyrobená nanovlákná byla nanášena na rotující buben ve třech samostatných pruzích (obrázek 5.1), které byly po ukončení zvlákňování samostatně sejmuty a po vysušení zváženy. Během experimentů bylo také pozorováno, že krajní vlečky nanovláken byly mírně odpuzovány směrem od elektrody prostřední. S klesající vzdáleností elektrod byl tento jev více patrný. Také bylo možné pozorovat, že pruh nanovláken zachytávaný na buben byl u prostřední elektrody znatelně užší.

V grafech na obrázku 5.2 lze pozorovat závislosti produktivity jednotlivých elektrod. Z grafu je patrné, že prostřední elektroda poskytuje nižší produktivitu, než je tomu u krajních elektrod, což lze vysvětlit tak, že prostřední elektroda je ovlivněna elektrickým polem elektrod sousedních, čímž je na zvlákňovací ploše této elektrody nižší hodnota intenzity elektrického pole než u elektrod krajních.



Obrázek 5.1 Zvlákňovací proces při vzdálenosti elektrod 300 mm [14]



Obrázek 5.2 Závislost produktivity elektrod na vzdálenosti [14]

Závěrem této kapitoly lze konstatovat, že vzájemná vzdálenost elektrod má vliv na produktivitu jednotlivých elektrod. S rostoucí vzdáleností elektrod produktivita roste a limitně se blíží hodnotě odpovídající produktivitě jedné elektrody. Prostřední elektroda je ovlivněna ze dvou stran elektrodami sousedními, což způsobuje, že poskytuje nižší produktivitu než elektrody sousední.

## 6 Vícestupňové přeplavovací zvlákňovací elektrody

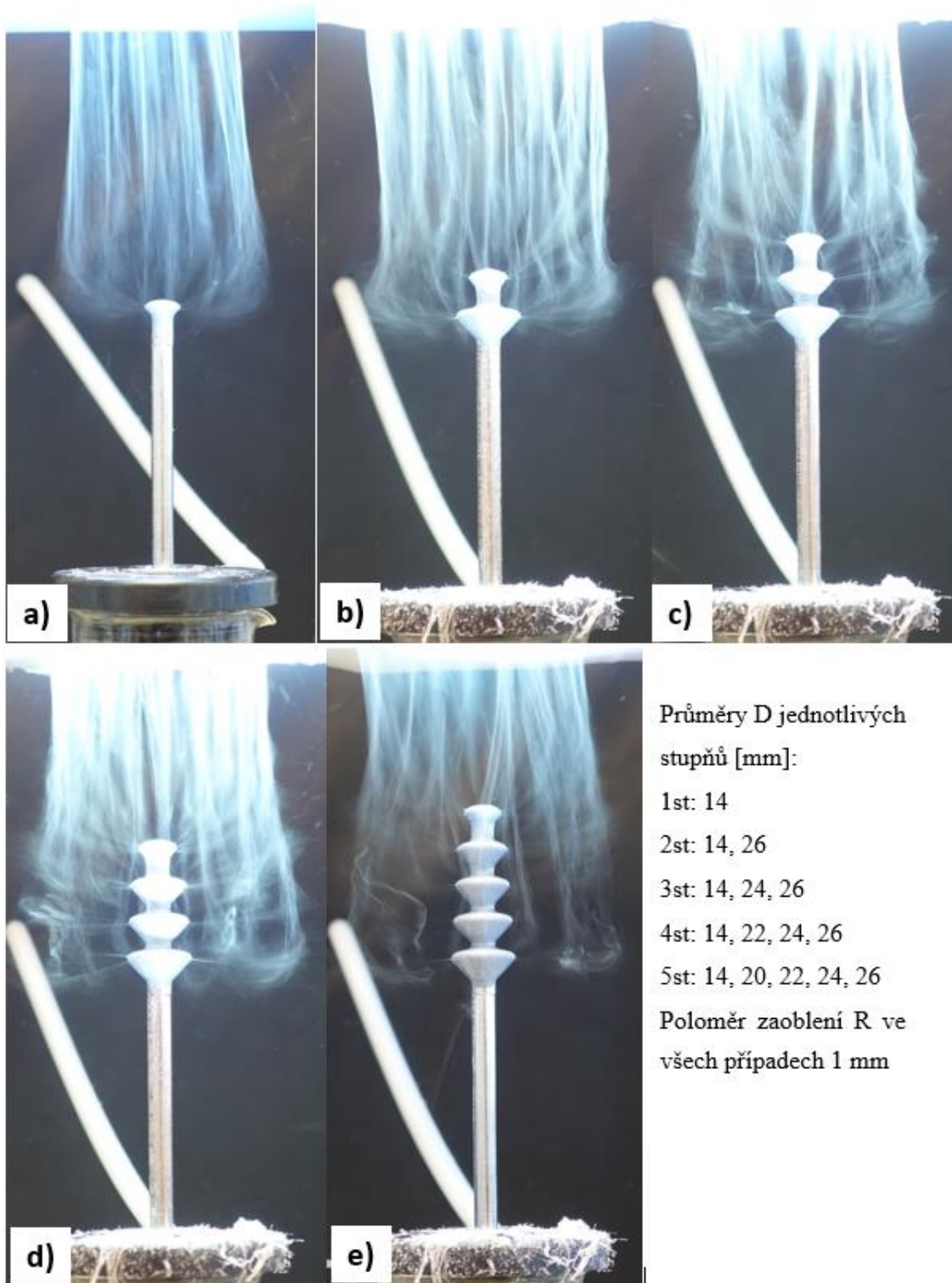
### 6.1 úvod

V návaznosti na diplomovou práci [51], která představila nový typ elektrody, jež je opatřena třemi stupni a umožňuje vyrábět nanovlákná s vyšší produktivitou než u jednostupňové elektrody, byl výzkum zaměřen také na podrobnější zkoumání vícestupňových elektrod. Pozornost byla zaměřena na vliv počtu stupňů a rozteče jednotlivých stupňů na produktivitu. Také byl pozorován vliv velikosti napětí, frekvence a tvaru průběhu elektrického signálu na stabilitu procesu a produktivitu výroby pro vícestupňové elektrody.

### 6.2 vliv počtu stupňů elektrody na produktivitu

Nejprve byly provedeny experimenty s různými typy vícestupňových elektrod, kde byl zjišťován vliv počtu stupňů elektrody na produktivitu výroby nanovláken. Vícestupňové elektrody použité při experimentech byly postupně vytvářeny skládáním různých průměrů a počtů stupňů základního kuželového tvaru elektrody. Bylo sestaveno celkem pět elektrod s různými počty stupňů, které na sebe bezprostředně navazovaly. V takovém uspořádání, byla konstrukčně daná vzdálenost sousedních stupňů, dále označovaná jako rozteč  $H$  15 milimetrů. Byla sestavena elektroda se dvěma, třemi, čtyřmi a pěti stupni a také byly pro porovnání současně provedeny experimenty pro jednostupňovou elektrodu. Pro každou elektrodu byly experimenty provedeny pro pět různých napětí na elektrodě pro signál sinus při frekvenci 50 Hz. Relativní vlhkost ve zvlákňovací komoře byla 25 %, teplota 23 °C, otáčky šnekové pumpy 600 ot/min. Na obrázku 6.1 jsou uvedeny snímky experimentů. Na snímcích je možné pozorovat, že ve všech případech probíhá zvlákňování relativně stabilně. Pro nejnižší použité napětí a to 40 kV bylo u pětistupňové elektrody na posledním stupni od shora zvlákňování méně stabilní. Podobné problémy se stabilitou zvlákňování na spodním stupni byly pozorovány pro napětí nejvyšší použité a to 50 kV. V případě hodnoty napětí 40 kV není pravděpodobně intenzita elektrického pole na spodním stupni dostatečně vysoká. V případě napětí 50 kV je možné, že na posledním stupni je již nedostatek polymerního roztoku.



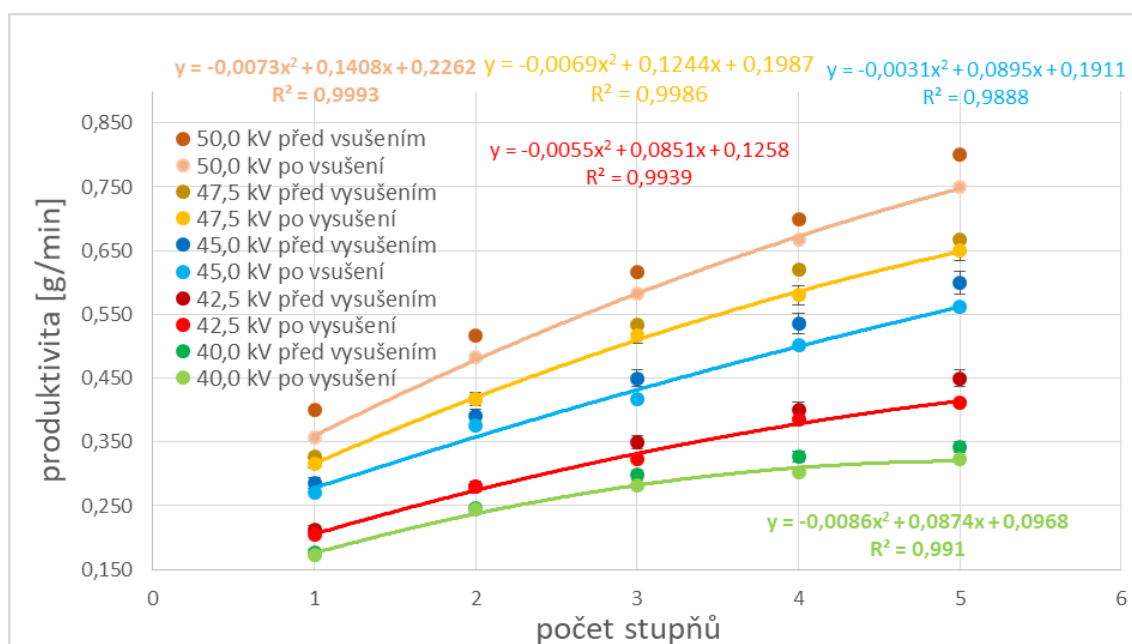


Obrázek 6.1 Snímky experimentů s vícešupňovými elektrodami

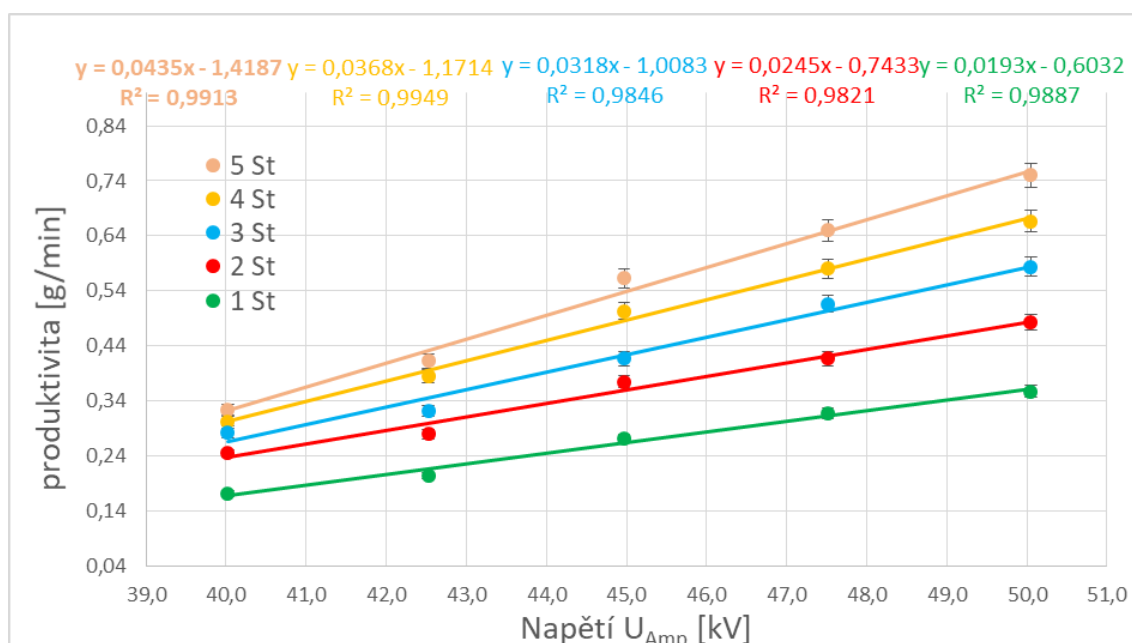
Na obrázku 6.2 je uvedena závislost produktivity na počtu stupňů elektrody pro všechna použitá napětí. Z grafu vyplývá, že s rostoucím počtem stupňů produktivita roste. Ve všech případech vykazuje závislost kvadratický průběh, který naznačuje, že při určitém počtu stupňů dochází k maximální možné produktivitě. Toto se nejvíce ukazuje při napětí 40 kV u pětistupňové elektrody. Pravděpodobně je to způsobeno tím, že na posledním



stupni není již dostatečně vysoká intenzita, což se projevuje již zmíněnými potížemi se stabilitou zvláknování na tomto stupni. Ukazuje se také, že s rostoucím počtem stupňů roste podíl zbytkového rozpouštědla. Na obrázku 6.3 je uvedena závislost produktivity na napětí pro všech pět elektrod pro vzorky ve vysušeném stavu. Také v tomto případě se ukazuje, že produktivita roste lineárně s napětím.



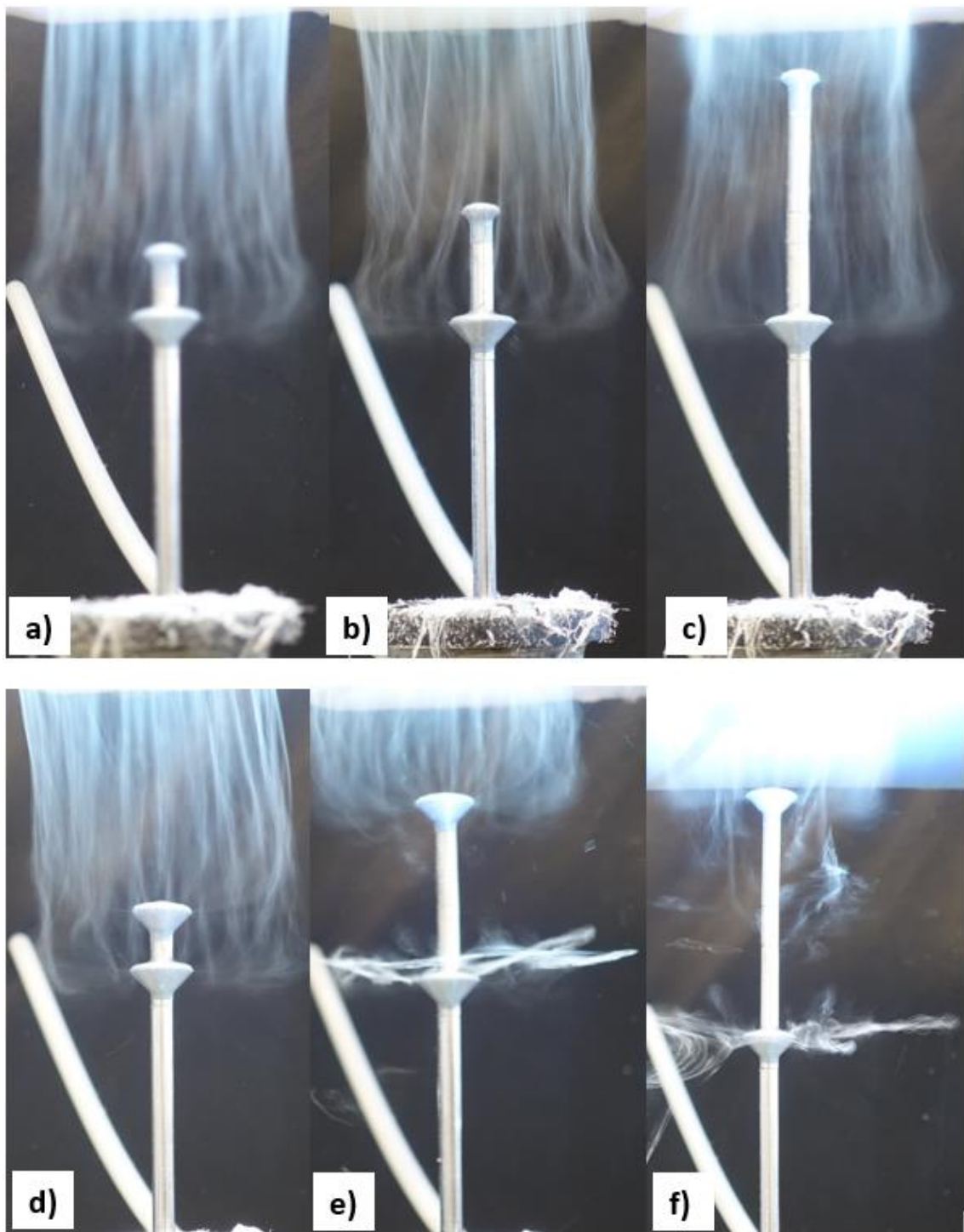
Obrázek 6.2 Závislost produktivity na počtu stupňů elektrody



Obrázek 6.3 Závislost produktivity na napětí pro vícešupňové elektrody – produktivita po vysušení

### 6.3 Vliv vzdálenosti mezi stupni elektrody na produktivitu

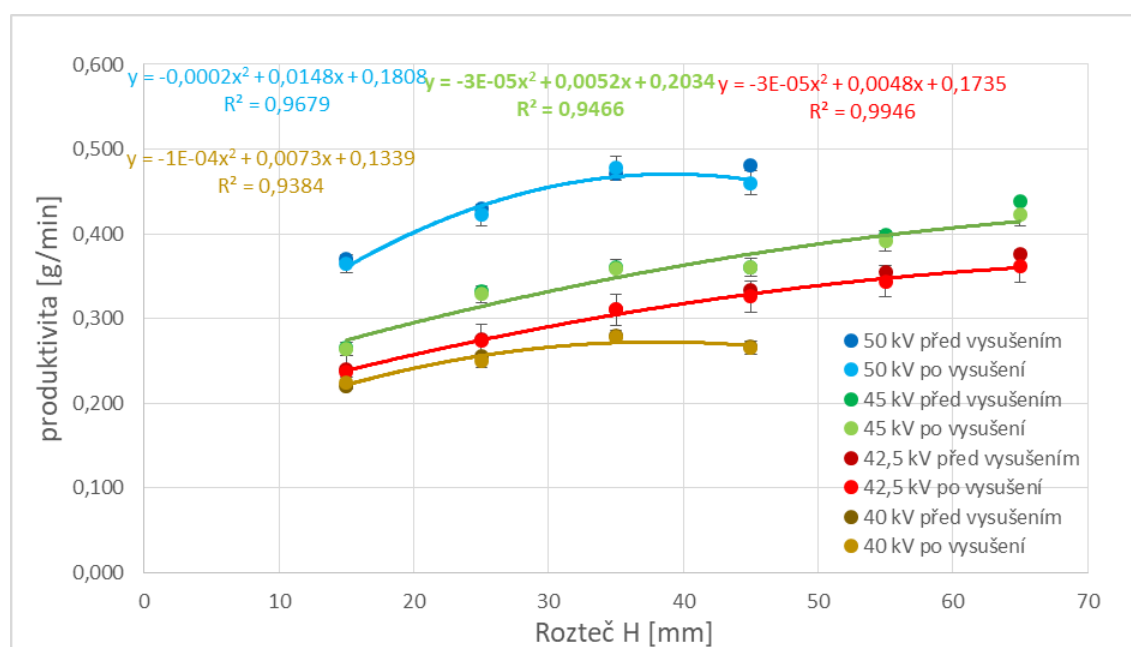
Dále byly provedeny experimenty s dvoustupňovou a třístupňovou elektrodou, u kterých byly měněny rozteče  $H$  mezi jednotlivými stupni. U třístupňové elektrody s jinou než základní roztečí, tedy 15 milimetrů byl proces značně nestabilní, ze spodního stupně se vlákna tvořila obtížně, nebo měla problém se pohybovat směrem vzhůru, aby se stala součástí odebíraného rukávce nanovláken. Z toho důvodu nebyla u produktivity vyhodnocována a experimenty se dále zaměřovaly pouze na elektrodu dvoustupňovou. Byly použity dvě kombinace průměrů jednotlivých stupňů  $V$  v jednom případě byl průměr obou stupňů stejný a to 22 milimetrů, ve druhém měl první stupeň průměr 14 milimetrů a druhý 26 milimetrů. Při prvotních pokusech bylo zjištěno, že varianta se stejnými průměry není vyhovující, neboť při roztečích větších než 25 měla vlákna vyráběná na druhém stupni značný problém stoupat vzhůru. Tento jev je pozorovatelný v obrázku 6.4 e), f). Obrázek 6.4 d) zobrazuje proces na elektrodě s roztečí 25 milimetrů. Obrázky 6.4 a), b), c) zobrazují variantu elektrody s rozdílnými průměry pro tři různé rozteče. Je patrné, že v tomto případě vlákna, která jsou vyráběna na spodním stupni, postupují vzhůru a stávají se součástí odebíraného rukávce. U elektrod s roztečí větší než 65 milimetrů však byla i tak pozorována občasná ztráta stability tvorby vláken ze spodního stupně. Dále tedy byla u dvoustupňové elektrody s rozdílnými průměry měřena produktivita pro několik roztečí a hodnot napětí na elektrodě. Relativní vlhkost ve zvlákňovací komoře byla 35 %, teplota 25 °C.



Obrázek 6.4 porovnání stability zvlákňovacího procesu pro různé varianty dvoustupňové elektrody

Na obrázku 6.5 jsou vyobrazeny závislosti produktivity na rozteči pro čtyři různá napětí. Z grafu plyne, že produktivita vykazuje rostoucí závislost na rozteči stupňů, dochází však k určité limitaci a v některých případech je zvětšování rozteče nežádoucí. Při napětích 40 kV a 50 kV bylo možné zvlákňování stabilně provozovat s elektrodami o rozteči do hodnoty 45 milimetrů. V případě napětí 40 kV pro rozteče větší než 45 milimetrů již ke

zvlákňování na spodním stupni nedocházelo a došlo k poklesu produktivity. Jedním z možných vysvětlení může být, že pro tak nízké napětí již na spodním stupni není dostatečně velká intenzita na tvorbu vláken. V případě napětí 50 kV ke zvlákňování sice docházelo, ale vlákna vyráběná na spodním stupni měla problémy postupovat vzhůru. Při napětích 42,5 kV a 45 kV se obdobné problémy objevovaly až při roztečích vyšších než 65 milimetrů. Ke zvlákňování sice docházelo, ale u spodního stupně byly pozorovány časté výpadky ve stabilitě procesu. Ve vyrobené struktuře se také objevilo větší množství kapek nezvlákněného roztoku, proto již produktivita nebyla vyhodnocena. V tomto případě je možné, že podmínky pro zvlákňování na spodním stupni jsou ovlivněny nedostatečným množstvím polymerního roztoku.

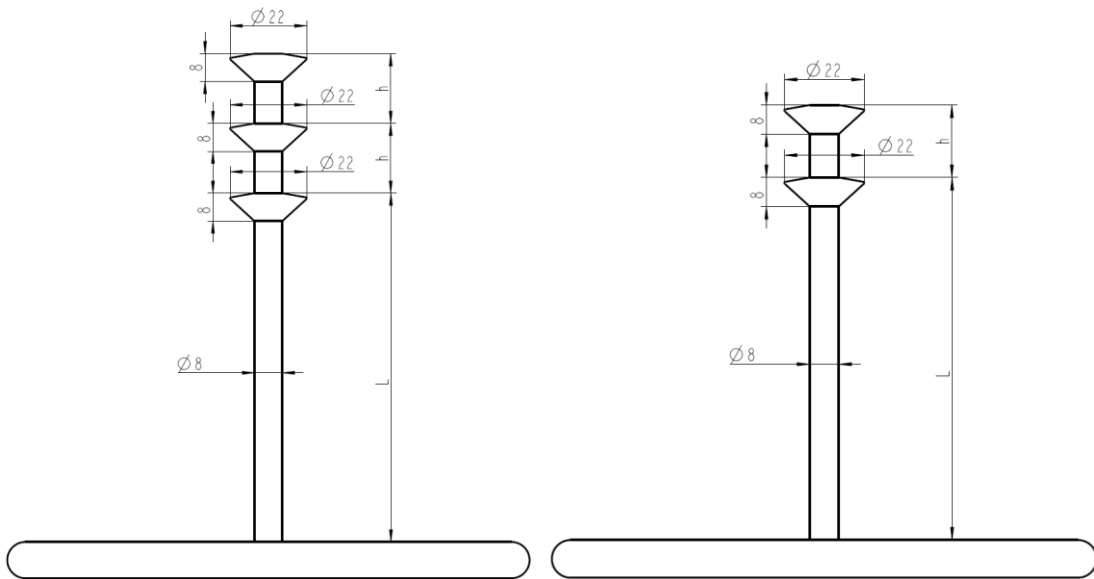


Obrázek 6.5 Závislost produktivity na rozteči stupňů u dvoustupňové elektrody

### 6.3.1 Simulace elektrického pole

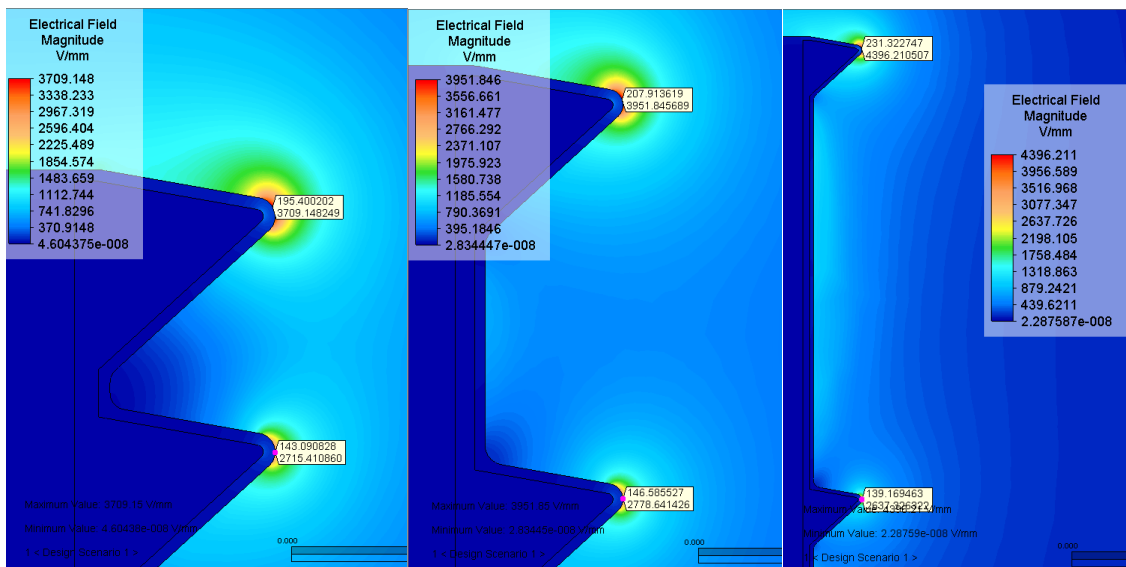
Ve snaze nalézt příčinu nestabilního zvlákňování z posledního stupně elektrod byly provedeny simulace rozložení intenzity elektrického pole v jejich okolí a zejména byly určovány hodnoty intenzity na jednotlivých stupních. Simulace byly provedeny pro dvoustupňovou a třístupňovou elektrodu. Na obrázku 6.6 jsou zobrazena schémata analyzovaných elektrod. V analýzách byly simulovány elektrody pro stejný průměr D jednotlivých stupňů a to 22 milimetrů, neboť při těchto konstrukčních parametrech se při experimentech projevily největší problémy. Byly provedeny simulace v závislosti na velikosti rozteče H a pro doplnění také pro výšku elektrody L, což je vždy vzdálenost

vrcholu nejspodnějšího kužele od víka nádoby s polymerním roztokem. Stupně jsou číslovány od jedné do tří, respektive do dvou od vrchu elektrody.

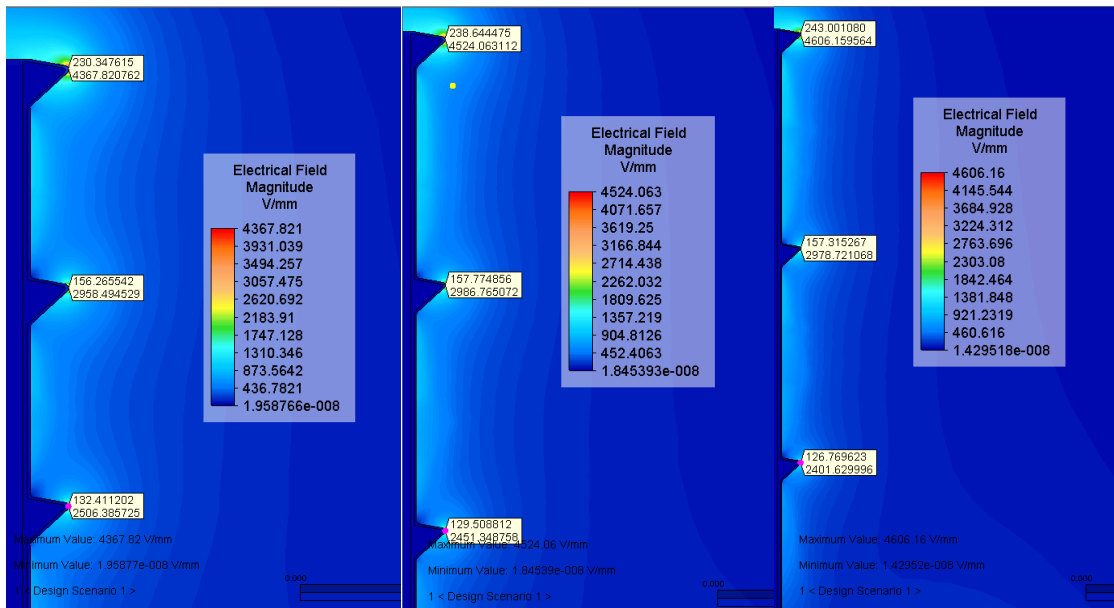


Obrázek 6.6 schéma analyzovaných elektrod, vlevo tříступňová, vpravo dvoustupňová

Na obrázcích 6.7 a 6.8 jsou zobrazeny výsledky některých provedených simulací. Z obrázků lze pozorovat že nejvyšší intenzita elektrického pole je na zvláknovacích plochách se největší křivostí. V těchto místech byla vždy pro každý stupeň elektrody zaznamenána nejvyšší hodnota intenzity.

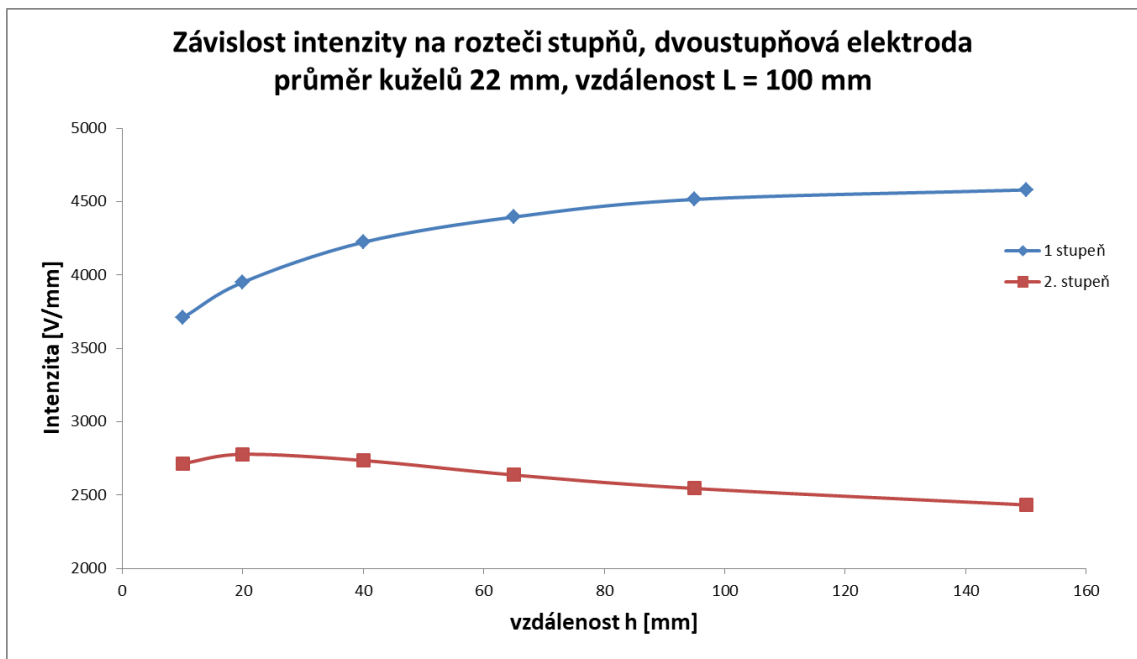


Obrázek 6.7 Příklady výsledku simulace u dvoustupňové elektrody, vlevo rozteč  $h = 10$  mm, uprostřed  $h = 20$  mm, vpravo  $h = 65$  mm, vše při  $L = 100$  mm

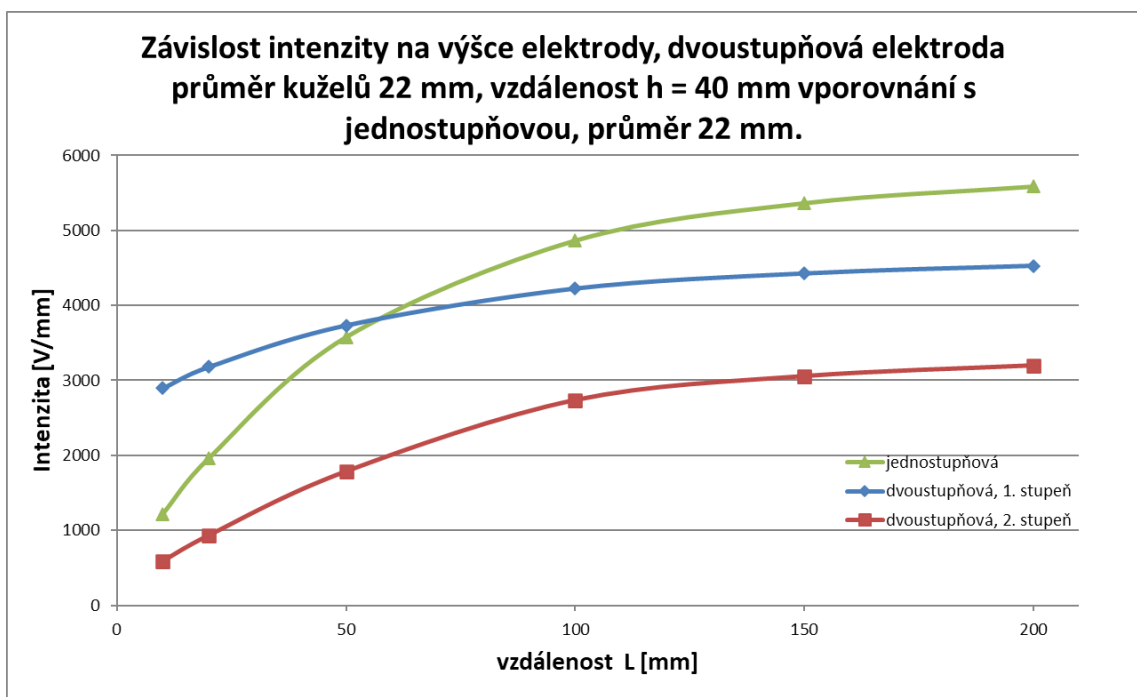


Obrázek 6.8 Příklady výsledku simulace u třístupňové elektrody, vlevo rozteč  $h = 40$  mm, uprostřed  $h = 60$  mm, vpravo  $h = 80$  mm, vše při  $L = 100$  mm

V grafech na obrázcích 6.9 až 6.12 jsou zaznamenány sledované závislosti. Graf na obrázku 6.9 ukazuje, že při zvětšování rozteče jednotlivých stupňů dvoustupňové elektrody intenzita na prvním stupni intenzita roste, zatímco na druhém mírně klesá. Z grafu na obrázku 6.10 je patrné, že při zvyšování vzdálenosti  $L$  intenzita na obou stupních roste a blíží se limitní hodnotě, která by odpovídala nekonečné vzdálenosti  $L$ . Z grafu lze také pozorovat porovnání se závislostí intenzity na výšce u jednostupňové elektrody, z něž vyplývá, od určité výšky elektrody je na zvlákňovací ploše intenzita vyšší, než na kterémkoliv stupni dvoustupňové elektrody,



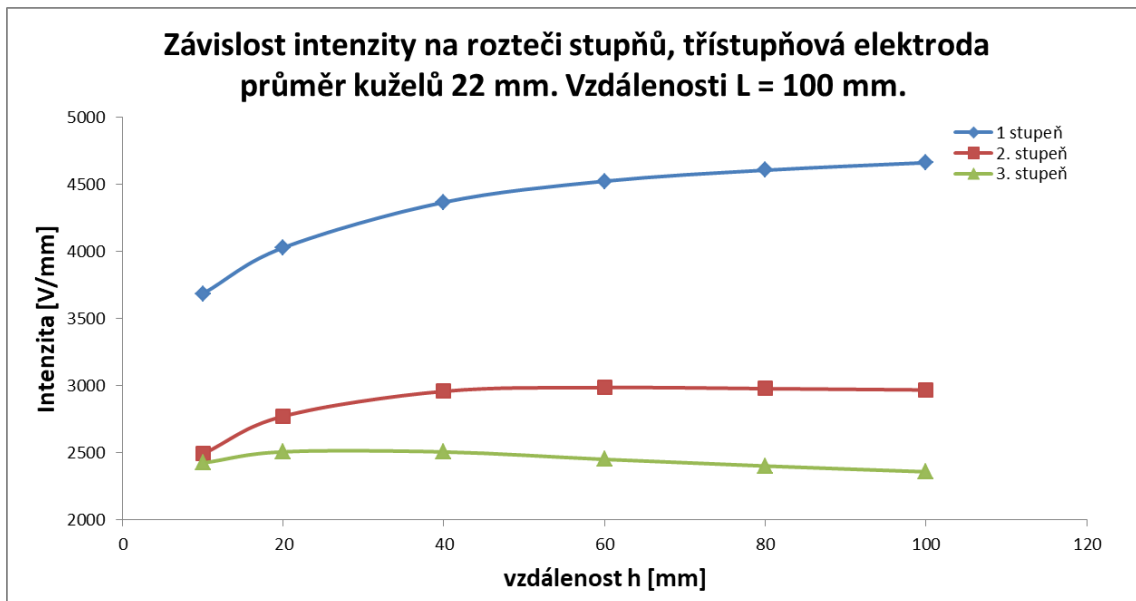
Obrázek 6.9 Závislost intenzity na rozteči stupňů u dvoustupňové elektrody, L = 100 mm



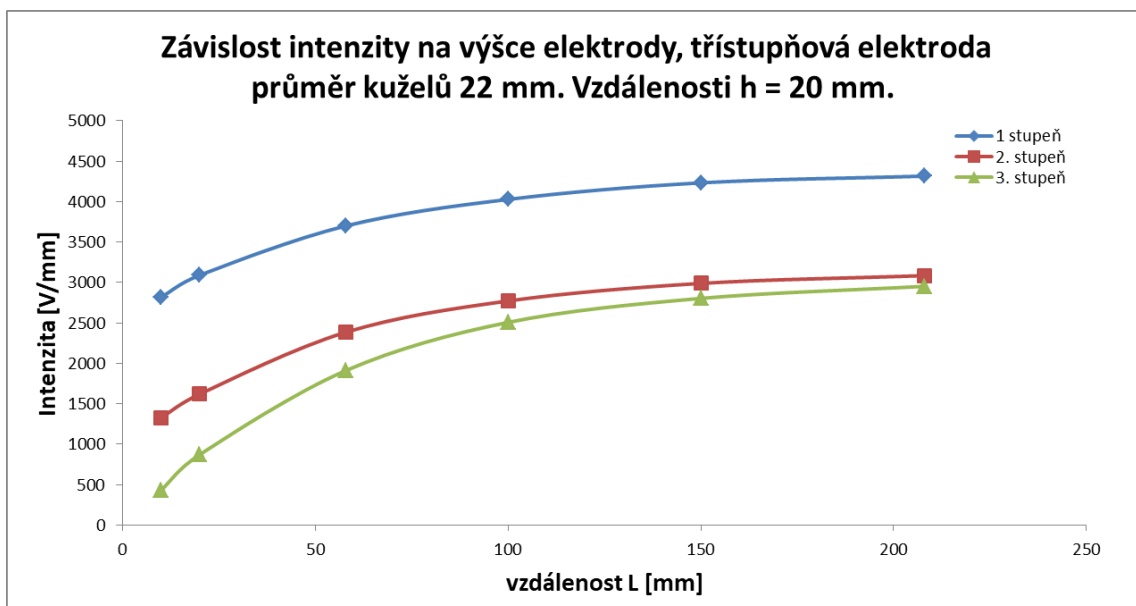
Obrázek 6.10 Závislost intenzity na výšce dvoustupňové elektrody, h = 40 mm

Graf na obrázku 6.11 znázorňuje závislosti intenzity na rozteči stupňů třístupňové elektrody. Závislosti jsou obdobné jako u elektrody dvoustupňové. Intenzita na prvním stupni s roztečí roste, na druhém zpočátku roste a od vzdálenosti 40 mm je již prakticky konstantní. Na třetím mírně klesá. Z grafu na obrázku 6.12 je patrné, že obdobně, jako je

tomu u dvoustupňové elektrody, intenzita na všech třech stupních třístupňové elektrody s její výškou roste.



Obrázek 6.11 Závislost intenzity na rozteči stupňů u třístupňové elektrody,  $L = 100$  mm



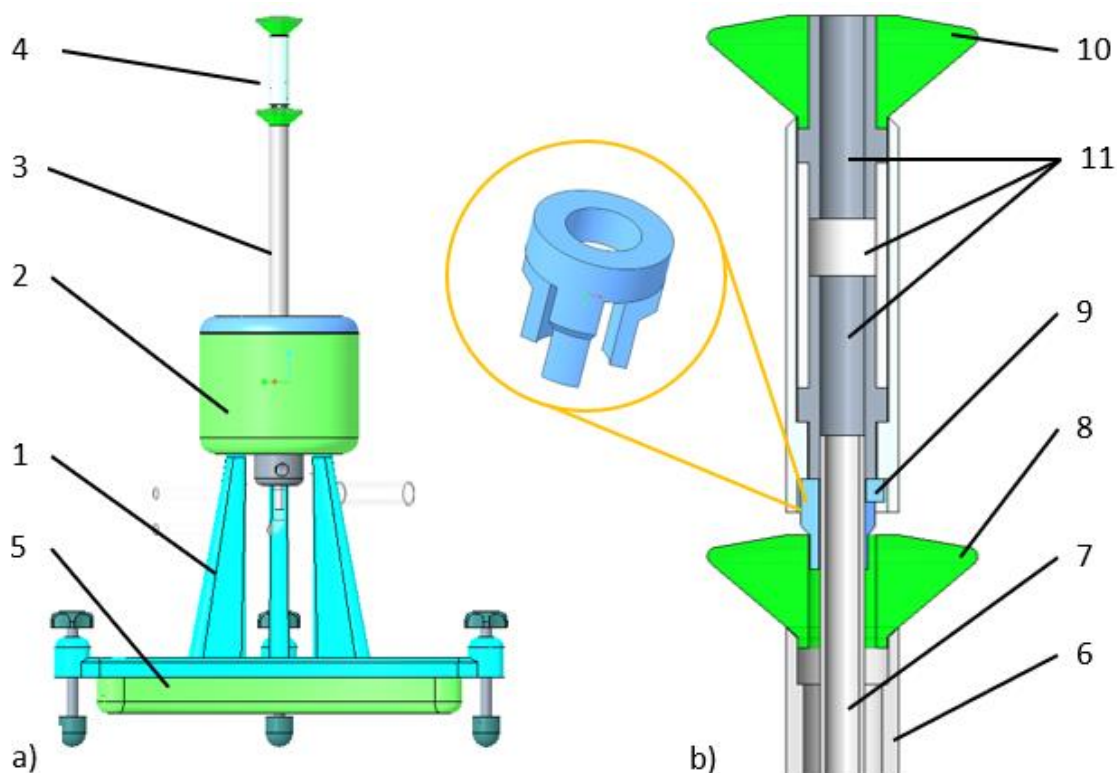
Obrázek 6.12 Závislost intenzity na výšce třístupňové elektrody,  $h = 20$  mm



## 6.4 Dvoustupňová elektroda s individuálně přeplavovanými stupni

### 6.4.1 Konstrukce elektrody s individuálním přeplavováním

Výzkum provedený na dvoustupňové elektrodě uvedený v předchozí kapitole ukázal, že podmínky pro zvlákňování jsou na spodním stupni elektrody jiné než a prvním, vlivem čehož může docházet k nedostatečnému zvlákňování na spodním stupni elektrody. Další výzkum byl proto zaměřen na zkoumání možností ovlivnit tyto podmínky změnou tloušťky vrstvy polymerního roztoku na druhém stupni elektrody a ovlivnit tak stabilitu procesu. Byla vyvinuta elektroda, která umožňuje individuální zásobování obou stupňů elektrody a také systém pro dopravu polymerního roztoku k oběma stupňům elektrody.

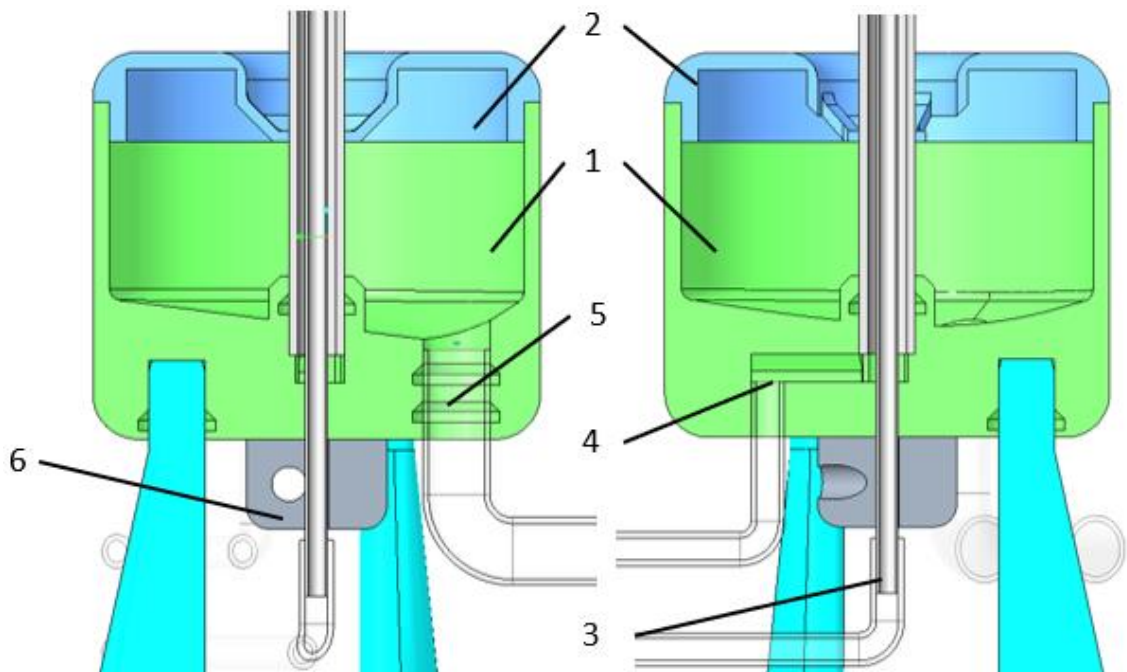


Obrázek 6.13 a) model stojanu elektrod včetně dvoustupňové elektrody, polymerní nádobka (2), stopka elektrody (3), hlava elektrody (4) Zátěž (5); b) systém individuálního zásobování, vnější trubka (6), vnitřní trubka (7), spodní stupeň elektrody (8), vymezo-  
vací člen (9), Horní stupeň elektrody (10), soustava mezičlánků (11)

Na obrázku 6.13 a) je zobrazen model stojanu s elektrodou. Celá sestava se skládá z následujících částí: Stojanová věž (1), která stojí na třech nohách, jenž umožňují nastavit kolmost elektrody, aby bylo zajištěno rovnoměrné rozlévání roztoku po kuželové hlavě

elektrody. Polymerní nádobka (2), která zajišťuje dostatečnou zásobu polymerního roztoku. Stopka elektrody (3), hlava elektrody (4). Nádobka i stojanová věž jsou koncipovány pro výrobu 3D tiskem technologií FDM z materiálu PLA. Takový stojan by byl vzhledem k nízké hustotě použitého materiálu příliš lehký, proto je jeho součástí kapsový zásobník (5), ve kterém jsou jako zátěž nasypané olověné broky.

Na obrázku 6.13 b) je zobrazen řez dvoustupňovou elektrodou s individuálním dávkováním. Stopka elektrody je tvořena dvojicí soustředných trubek (6,7), kterými je polymerní roztok přiváděn. Trubkou vnitřní (7) je přiváděn na horní stupeň elektrody (11) a trubkou vnější (6) na spodní stupeň (8), přičemž soustřednost trubek je zajištěna vymezovacím členem (9), který je opatřen drážkami, jimiž roztok vytéká na povrch spodního stupně. Vymezovací člen je blíže zobrazen v detailu obrázku 6.13. Jednotlivé stupně jsou od sebe vzdáleny o určitou vzdálenost. Toho je docíleno prostřednictvím soustavy mezičlánků (11), které umožňují sestavit elektrodu s různými roztečemi jednotlivých stupňů.

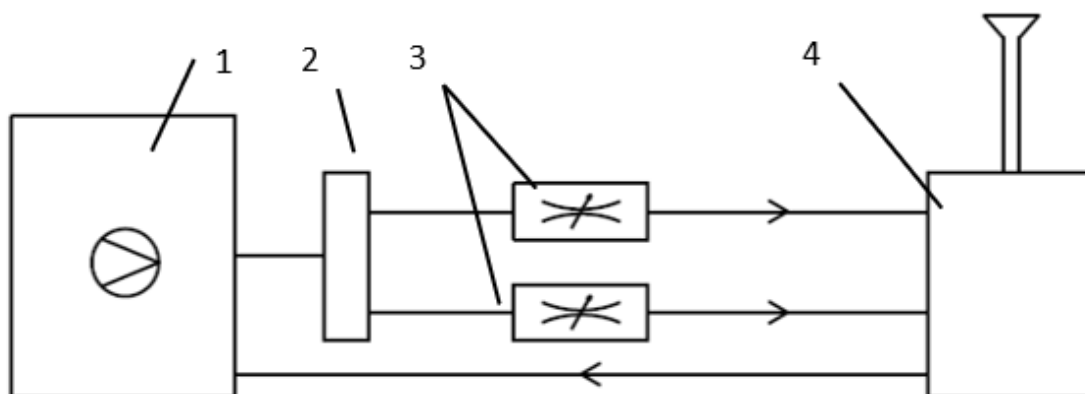


Obrázek 6.14 polymerní nádobka, zásobník (1), víko (2), připojení hadice pro vnitřní trubku (3), připojení hadice pro vnější trubku (4), připojení hadice pro odtok (4), konektor pro připojení VN (6)

Na obrázku 6.14 je zobrazena polymerní nádobka ve dvou navzájem o 60 stupňů natočených řezech. Nádobka je tvořena částí pro zásobu polymerního roztoku (1) a víkem (2), které snižuje množství vypařovaného rozpouštědla z hladiny roztoku. Na řezu vpravo jsou vyobrazena místa pro přivedení polymerního roztoku do obou trubek dopravujících

roztok k hlavě elektrody. V místě (3) je připojena hadice na vnitřní trubku a v místě (4) je připojena hadice pro zásobování vnější trubky, přičemž roztok proudí k vnější trubce skrz dutý kanál ve dnu nádoby.

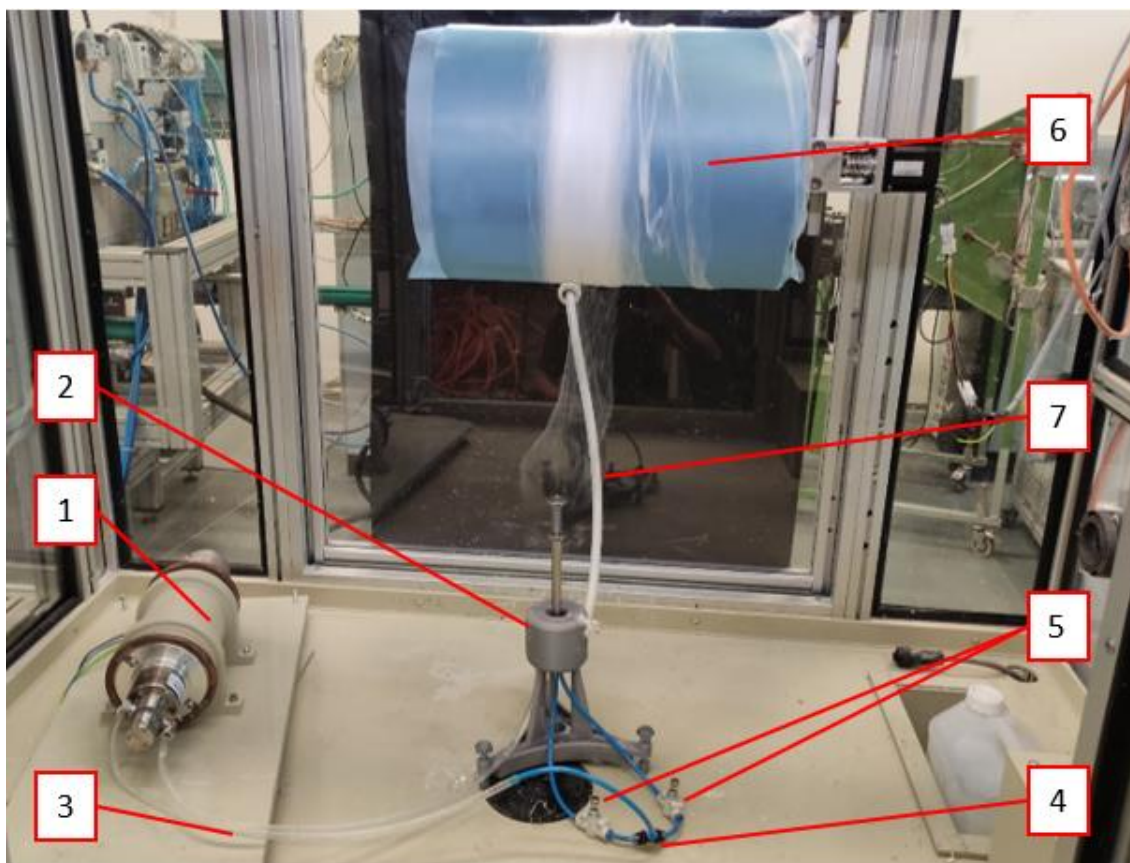
V levém řezu je zobrazeno připojení hadice, která slouží pro nasávání roztoku čerpadlem, které následně čerpá roztok k přívodním hadicím. Přívod elektrického napětí na elektrodu je proveden prostřednictvím konektoru (6), který je v kontaktu s vnitřní zásobovací trubkou. Do otvoru v konektoru je připojen kabel od zdroje VN. Systém přívodu polymerního roztoku k sestavě elektrody je znázorněn ve schématu na obrázku 6.15. Polymerní roztok je z nádoby (obr. 6.14 (1)), která je součástí stojanu s elektrodou (4), odčerpáván prostřednictvím zubového čerpadla (1). Roztok je čerpadlem následně vytlačován a hadicemi dopravován k rozdělovači (2), kde je rozdělen do dvou větví přes dvojici škrticích ventilů, které regulují množství, je následně přiveden ke stojanu s elektrodou (4) pro zásobování vnitřní i vnější trubky elektrody



Obrázek 6.15 Schéma systému zásobování čerpadlo (1), rozdělovač (2), škrticí ventily (3), sestava elektrody (4)

#### 6.4.2 Experiment s individuálním přeplavováním

V následující fázi byl navržený systém vyroben a byla experimentálně ověřena jeho funkčnost. Na obrázku 6.16 je zobrazen snímek experimentu, kde jsou vyobrazeny jednotlivé dříve popsané části systému. Na obrázku je také zobrazen rotující buben (6), který slouží pro ukládání vyrobených nanovláken na netkanou textilii a také kabel, kterým je přivedeno vysoké napětí (7). Experimenty probíhaly při napětí  $U_{\text{Amp}} = 50 \text{ kV}$  na elektrodě při teplotě  $21 \text{ }^\circ\text{C}$  a relativní vlhkosti 32 %. Napájecí napětí na zdroji čerpadla bylo 1,8 V, čemuž odpovídá průtok přibližně 3 ml/s (příloha 4.1).



Obrázek 6.16 Záznam experimentu čerpadlo (1), stojan s elektrodou (2), přívodní hadice (3), rozdělovač (4), škrticí ventily (5), rotující buben pro ukládání vyrobených nanovláken (6), kabel pro přívod VN (7)

Pro experiment byly použity postupně čtyři varianty dvoustupňové elektrody. Dvě elektrody měly shodný průměr obou stupňů a to 22 milimetrů, jedna s roztečí 50 milimetrů, druhá s roztečí 20 milimetrů. Další dvě měly první stupeň o průměru 14 milimetrů a druhý stupeň o průměru 26 milimetrů a rozteče shodné jako v případě prvních dvou.

U varianty elektrody se shodnými průměry s roztečí 50 milimetrů bylo pozorováno, že při úplném zaškrcení přívodu roztoku pro spodní stupeň elektrody zvlákňování z tohoto stupně probíhalo s komplikacemi. Ze spodního stupně ke zvlákňování sice docházelo, ale vlákna se nepohybovala směrem vzhůru a nestala se součástí vlečky. Při plném průtoku přívodu roztoku pro druhý stupeň zvlákňování také probíhalo velmi nestabilně a vlákna rovněž nestoupala vzhůru ve tvaru typické vlečky, ale odpadávala na stůl stroje v krátkých přerušovaných svazcích. Bylo tedy následně prováděno postupné škrčení přívodu až do doby, kdy zvlákňování ze spodního stupně probíhalo stabilně. Stupeň zaškrcení byl velmi blízko stavu, kdy je škrticí ventil zaškrcen zcela. Byl také proveden experiment, kdy byly oba škrticí ventily zcela otevřeny a postupně docházelo ke snižování průtoku na čerpadle. Při plném otevření taktéž nebylo zvlákňování ze spodního stupně stabilní. Při

snižování celkového průtoku byla nalezena mez, kdy ze spodního stupně ke zvlákňování docházelo. Na obrázku 6.17 vlevo je zobrazen příklad nestabilního zvlákňování, kde můžeme pozorovat tvorbu dlouhých svazků vláken a vpravo příklad stabilního zvlákňování. U varianty elektrody se shodnými průměry a roztečí 20 milimetrů probíhalo při úplném zaškrvení přívodu ke spodnímu stupni zvlákňování stabilně na obou stupních elektrody. Při úplném otevření přívodu ke spodnímu stupni docházelo ke stejným problémům jako při rozteči 50 milimetrů, tedy vlákna vyrobená na spodním stupni odpadávala. Rovněž byla při postupném škrvení přívodu dosaženo stavu, kdy již docházelo ke stabilnímu zvlákňování. Dále byly testovány varianty elektrod s rozdílnými průměry. U obou variant se problémy se zvlákňováním projeví až při úplném otevření přívodu roztoku na druhý stupeň. Vlákna v tomto případě postupovala nahoru, byly však pozorovány mírné výpadky ve stabilitě zvlákňování na druhém stupni. Opět se potvrdilo, že příznivější podmínky pro zvlákňování jsou při rozdílných průměrech jednotlivých stupňů.



Obrázek 6.17 příklad nestabilního zvlákňování ze spodního stupně (vlevo, červený detail) a stabilního zvlákňování z prvního stupně (vlevo zelený detail), příklad stabilního zvlákňování z dvoustupňové elektrody (vpravo)

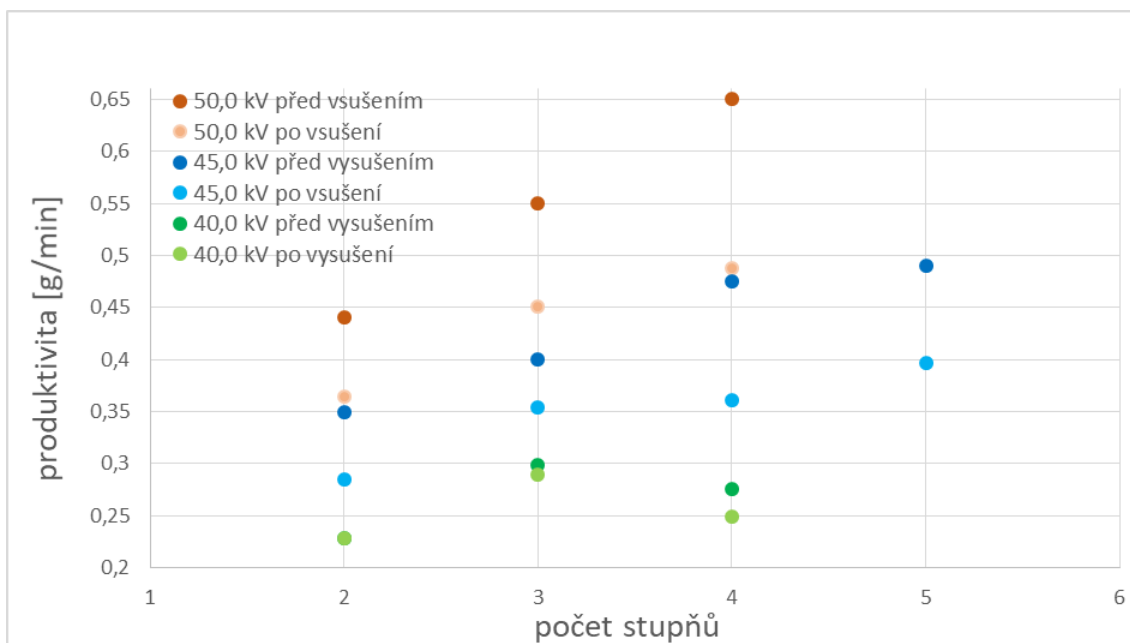
Experimenty ukázaly, že proces zvlákňování na dvoustupňové elektrodě je citlivý na tloušťce vrstvy polymerního roztoku na spodním stupni. Ukazuje se, že čím je menší tloušťka vrstvy polymerního roztoku na zvlákňovacím stupni, tím lépe proces funguje. Toto odpovídá zkoumanému vlivu tloušťky polymerní vrstvy u jednostupňové elektrody, který je popsán v kapitole 4.1.2 (obr. 4.8) Experimenty ukázaly, že lze zvlákňovací proces

ovlivnit individuálním zásobováním spodního stupně elektrody. Nalezení optimálního poměru dávkování pro každý stupeň elektrody pro různé varianty dvoustupňové elektrody vyžaduje provést rozsáhlý výzkum v oblasti individuálně přeplavovaných elektrod a je nutné zajistit přesné dávkování polymerního roztoku samostatně pro každý jednotlivý stupeň elektrody.

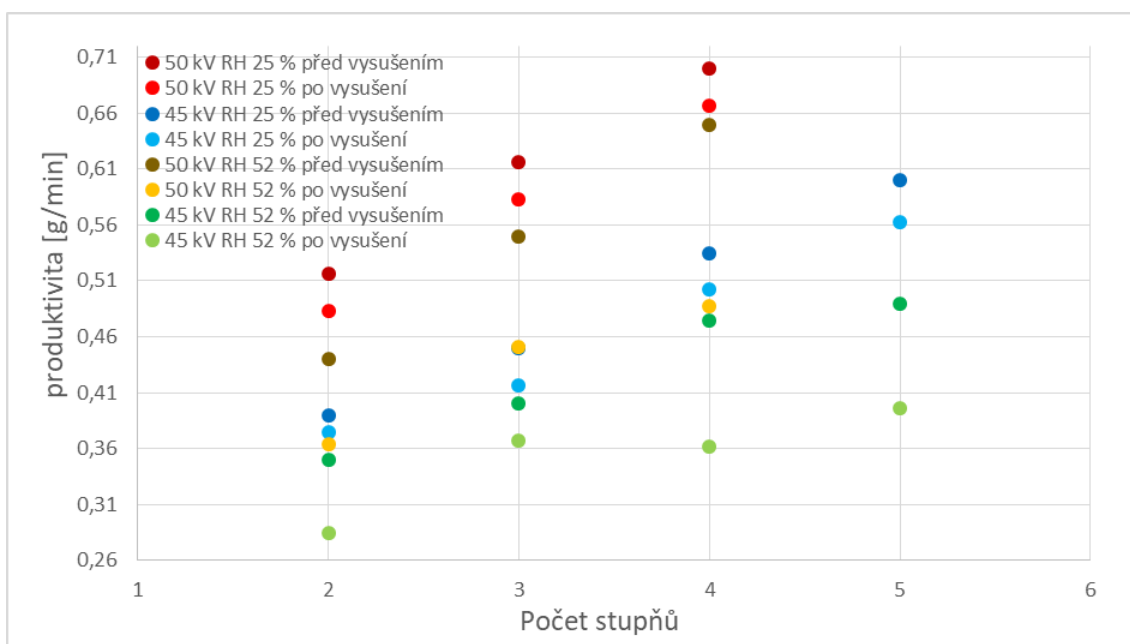
## **6.5 Vliv relativní vlhkosti na produktivitu vícestupňových**

Tato část výzkumu se zabývá vlivem vysoké vlhkosti na produktivitu vícestupňových elektrod. Experimenty byly provedeny při relativní vlhkosti 52 % a teplotě 25 °C. Na obrázku 6.17 jsou zobrazeny závislosti produktivity na počtu stupňů elektrody pro tři různá napětí. Lze pozorovat, že vyrobené vzorky obsahovaly velké množství zbytkového rozpouštědla. Pro hodnotu napětí 50 kV u pětistupňové elektrody bylo již pozorováno značné množství kapek nezvlákněného roztoku ve vyrobené struktuře, proto v tomto případě produktivita vyhodnocena nebyla. Na obrázku 6.18 je zobrazeno porovnání závislosti produktivit na počtu stupňů elektrody pro měření provedená při relativní vlhkosti 25 % a teplotě 23 °C, které byly prezentovány v kapitole 6.2 a pro měření provedená při vlhkosti 52 % a teplotě 25 °C. Z grafu plyne, že při vlhkosti 52 % je produktivita téměř poloviční oproti zvláknování při vlhkosti 25 %. Rovněž je patrný výrazný rozdíl v množství zbytkového rozpouštědla obsaženého ve vyrobených vzorcích, což se negativně projevuje na kvalitě výsledné struktury. Na obrázku 6.19 jsou zobrazeny příklady nekvalitní struktury vyrobené při napětí 45 kV a vlhkosti 52 % pro dvoustupňovou a pětistupňovou elektrodu. Experimenty ukázaly, že vysoká relativní vlhkost má negativní vliv na produktivitu a zejména na kvalitu vyrobené nanovlákněné struktury.

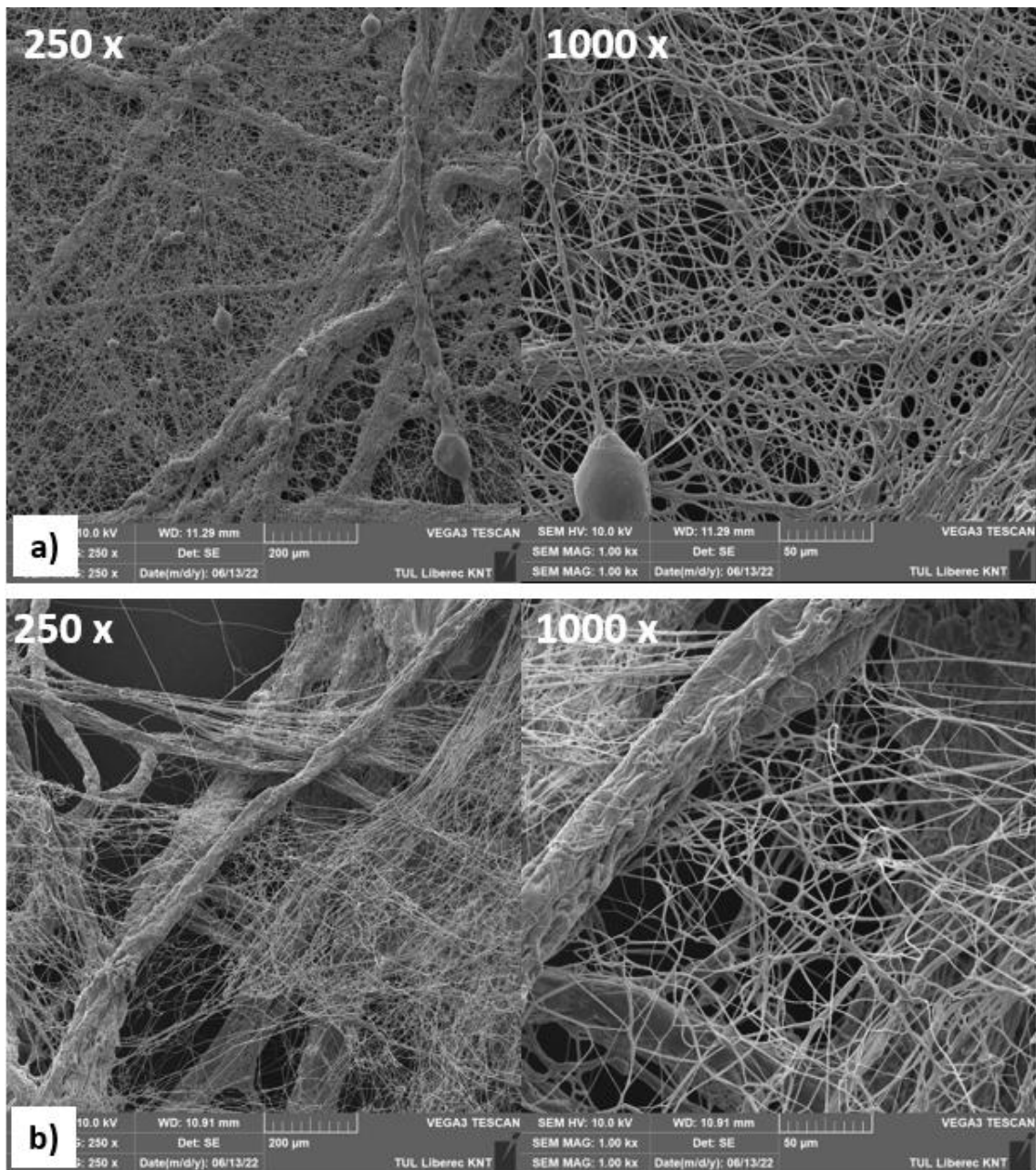




Obrázek 6.17 porovnání závislostí produktivit na počtu stupňů elektrody při třech různých napětích a relativní vlhkosti 52 %, sinus 50 Hz.



Obrázek 6.18 porovnání závislostí produktivit na počtu stupňů elektrody při dvou různých relativních vlhkostech a dvou napětích, sinus 50 Hz.



Obrázek 6.19 SEM snímky vyrobené struktury, a) výsledná struktura u dvoustupňové elektrody, b) výsledná struktura u pětistupňové elektrody



## 7 Závěr

### 7.1 Dosažené výsledky

Představený výzkum přinesl nové poznatky o vlivu elektrických veličin a konstrukce přeplavovacích zvlákňovacích elektrod na chování a stabilitu procesu AC-electrospinning pro desetiprocentní roztok Polyvinylbutyralu v etanolu. Byly zjištěny závislosti produktivity výroby nanovláken na typu a konstrukčních parametrech elektrody a také na elektrických parametrech budicího vysokonapěťového signálu přivedeného na elektrodu. Byl zkoumán vliv geometrie hlavy jednostupňové elektrody a bylo zjištěno, že s rostoucím průměrem hlavy elektrody produktivita roste a s rostoucím poloměrem zaoblení zvlákňovací plochy klesá. Bylo zjištěno, že produktivita lineárně roste s hodnotou elektrického napětí přivedeného na elektrodu a roste také s velikostí frekvence. Při zkoumání vyrobené nanovlákněné struktury bylo pozorováno, že velikost napětí a frekvence má vliv na její kvalitu. Od určitých hodnot napětí a frekvence obsahuje vyrobená struktura defekty, které jsou způsobeny rozpouštědlem obsaženým ve vyrobených vzorcích. S rostoucí frekvencí i napětím podíl zbytkového rozpouštědla roste. Byly stanoveny kombinace frekvence a napětí, při kterých vyrobená struktura neobsahuje defekty. Tato zjištění také vedou k nutnosti vysoušet vyrobené nanovlákněné struktury pro její následné použití.

Byly také stanoveny závislosti produktivity na tvaru signálu elektrického napětí přivedeného na elektrodu. Bylo zjištěno, že signál typu obdélník vykazuje vyšší produktivitu oproti signálu sinus při stejné hodnotě amplitudy. Bylo však také zjištěno, že nanovlákněná vyrobená prostřednictvím signálu typu obdélník mají větší průměr. Při obdélníkovém průběhu také dochází ke vzniku proudových špiček, které snižují bezpečnost používaného zařízení. Byl navržen modifikovaný průběh, který vychází z průběhu sinus a představuje určitý kompromis mezi signálem sinus a obdélník. Takový průběh umožňuje při správných parametrech snížení proudových špiček, přičemž poskytuje větší produktivitu než průběh sinus při stejné amplitudě.

Pozornost byla také zaměřena na analýzu chování procesu AC-electrospinning od okamžiku přivedení elektrického napětí na elektrodu pro průběh sinus a obdélník až do fáze stabilizace procesu. Bylo zjištěno, že proces má při obdélníkovém průběhu odlišné chování oproti průběhu sinus. Byl také popsán vznik polymerní trysky při obdélníkovém signálu od doby první výrazné deformace polymerní hladiny až do plného vzniku trysky.

Experimenty ukázaly, že změnou polarit u obdélníkového signálu dochází ke změně tvaru polymerní trysky.

Byly zkoumány vícestupňové přeplavovací elektrody, u nichž bylo zjištěno, že s rostoucím počtem stupňů produktivita roste, je však limitována velikostí použitého napětí. Bylo zjištěno, že produktivita roste v závislosti na velikosti rozteče jednotlivých stupňů u dvoustupňové elektrody, do určitého maxima, které je ovlivněno velikostí přivedeného napětí a také stabilitou procesu. Bylo zjištěno, že od určité hodnoty velikosti rozteče dochází ke zhoršení stability zvlákňovacího procesu, což je doprovázeno zvýšeným množstvím kapek nezvlákněného roztoku obsaženého ve vyrobeném produktu. Vícestupňové elektrody vykazovaly oproti jednostupňové vysokou produktivitu výroby nanovláken, což má význam pro využití v průmyslových linkách. Dále byla zkonstruována a experimentálně ověřena dvoustupňová elektroda s individuálním přeplavováním jednotlivých stupňů za účelem prověřit vliv množství roztoku na spodním stupni elektrody na stabilitu procesu. Bylo prokázáno, že lze ovlivnit stabilitu zvlákňovacího procesu individuálním přeplavováním jednotlivých stupňů.

Bylo zjištěno, že vysoká relativní vlhkost má značně negativní vliv na produktivitu výroby a také na kvalitu vyrobené struktury. Tato skutečnost vede k nutnosti zajistit klimatizované prostory pro zvlákňovací proces.

## **7.2 Další směřování výzkumu**

Prezentované poznatky získané dosavadním výzkumem zvlákňovacích elektrod pro AC-electrospinning otevírají další možnosti pro další výzkum v této oblasti. U vícestupňových elektrod je předpokládán další výzkum individuálního přeplavování jednotlivých stupňů za účelem nalézt optimální parametry přeplavování pro dosažení maximální možné produktivity.

Dosud provedené experimenty ukázaly, že vysoká relativní vlhkost prostředí má na zvlákňovací proces negativní vliv. V budoucnu bude nutné se zaměřit na detailní zkoumání vlivu relativní vlhkosti na produktivitu a kvalitu výsledné nanovlákněné struktury.

Další důležitou a rozsáhlou oblastí, ve které bude vhodné prohlubovat poznatky, je zkoumání vlivu různých typů průběhu budicího signálu na stabilitu procesu a produktivitu výroby a také na průběh tvorby polymerní trysky. Vznik polymerních trysek by bylo

vhodné zmapovat také po celém obvodu hlavy elektrody jejím snímáním vysokorychlostní kamerou ve směru osy elektrody. Dále bude vhodné rozšířit výzkum víceúrovňových elektrod pro zvláknování dalších technických polymerů, jako je například polyamid nebo polyuretan.

## 8 Reference

- [1] IBRAHIM, Hassan M. a Anke KLINGNER. A review on electrospun polymeric nanofibers: Production parameters and potential applications. *Polymer Testing* [online]. 2020, **90**, 106647. ISSN 0142-9418. Dostupné z: doi:10.1016/j.polymertesting.2020.106647
- [2] LANNUTTI, J., D. RENEKER, T. MA, D. TOMASKO a D. FARSON. Electrospinning for tissue engineering scaffolds. *Materials Science and Engineering: C* [online]. 2007, **27**(3), Next Generation Biomaterials, 504–509. ISSN 0928-4931. Dostupné z: doi:10.1016/j.msec.2006.05.019
- [3] *Electrospun Nanofibers for Energy and Environmental Applications* [online]. nedaťováno [vid. 2022-09-01]. Dostupné z: <https://link.springer.com/book/10.1007/978-3-642-54160-5>
- [4] MADHESWARAN, D., M. SIVAN, J. VALTERA, E.K. KOSTAKOVA, T. EGGHE, M. ASADIAN, V. NOVOTNY, N.H.A. NGUYEN, A. SEVCU, R. MORENT, N. DE GEYTER a D. LUKAS. Composite yarns with antibacterial nanofibrous sheaths produced by collectorless alternating-current electrospinning for suture applications. *Journal of Applied Polymer Science* [online]. 2022, **139**(13). ISSN 0021-8995. Dostupné z: doi:10.1002/app.51851
- [5] AZMIL ARIF, M.W., A.H. NURFAIZEY, M.A. SALIM, N.A. MASRIPAN, J. JAAFAR a M.H.D. OTHMAN. Electrospinning of Polyacrylonitrile Nanofibres and Applications in Membrane Distillation Technology: A Review. *International Journal of Nanoelectronics and Materials*. 2022, **15**(Special Issue), 183–207. ISSN 1985-5761.
- [6] LI, J., Y. LIU a H.E. ABDELHAKIM. Drug Delivery Applications of Coaxial Electrospun Nanofibres in Cancer Therapy. *Molecules* [online]. 2022, **27**(6). ISSN 1420-3049. Dostupné z: doi:10.3390/molecules27061803
- [7] BENDKOWSKA, W. Use of nanotechnology in the textile industry. *Przegląd Włókienniczy*. 2003, (5), 17–21. ISSN 1230-0381.
- [8] NGIAM, M., T.R. HAYES, S. DHARA a B. SU. Biomimetic apatite/polycaprolactone (PCL) nanofibres for bone tissue engineering scaffolds. *Key Engineering Materials* [online]. 2007, **330-332 II**, 991–994. ISSN 1013-9826. Dostupné z: doi:10.4028/0-87849-422-7.991
- [9] OWIDA, A., M.M. XIU, C.S. WONG a Y.S. MORSI. Electrospinning of nanofibres for construction of vital organ replacements. In: *Proceedings of the 2006 International Conference on Nanoscience and Nanotechnology, ICONN* [online]. 2006, s. 585–587. ISBN 978-1-4244-0453-7. Dostupné z: doi:10.1109/ICONN.2006.340685
- [10] KALAYCI, V., M. OUYANG a K. GRAHAM. Polymeric nanofibres in high efficiency filtration applications. *Filtration*. 2006, **6**(4), 286–293. ISSN 1479-0602.

- [11] LAWSON, C., M. SIVAN, P. POKORNY, A. STANISHEVSKY a D. LUKÁŠ. Poly( $\epsilon$ -Caprolactone) Nanofibers for Biomedical Scaffolds by High-Rate Alternating Current Electrospinning. In: *MRS Advances* [online]. 2016, s. 1289–1294. ISSN 2059-8521. Dostupné z: doi:10.1557/adv.2016.251
- [12] *Nanospider* [online]. 2020. Dostupné z: <https://cs.wikipedia.org/wiki/Nanospider>
- [13] Technologie Nanospider™. *Elmarco CZ* [online]. [vid. 2021-07-14]. Dostupné z: <https://www.elmarco.cz/>
- [14] KLICOVA, M., A. KLAPSTOVA, J. CHVOJKA, B. KOPRIVOVA, V. JENCOVA a J. HORAKOVA. Novel double-layered planar scaffold combining electrospun PCL fibers and PVA hydrogels with high shape integrity and water stability. *Materials Letters* [online]. 2020, **263**. ISSN 0167-577X. Dostupné z: doi:10.1016/j.matlet.2019.127281
- [15] ROSENDORF, J., M. KLICOVA, L. CERVENKOVA, R. PALEK, J. HORAKOVA, A. KLAPSTOVA, P. HOSEK, V. MOULISOVA, L. BEDNAR, V. TEGL, O. BRZON, Z. TONAR, V. TRESKA, D. LUKAS a V. LISKA. Double-layered nanofibrous patch for prevention of anastomotic leakage and peritoneal adhesions, experimental study. *In Vivo* [online]. 2021, **35**(2), 731–741. ISSN 0258-851X. Dostupné z: doi:10.21873/INVIVO.12314
- [16] VALTERA, J., T. KALOUS, P. POKORNY, O. BATKA, M. BILEK, J. CHVOJKA, P. MIKES, E.K. KOSTAKOVA, P. ZABKA, J. ORNSTOVA, J. BERAN, A. STANISHEVSKY a D. LUKAS. Fabrication of dual-functional composite yarns with a nanofibrous envelope using high throughput AC needleless and collectorless electrospinning. *Scientific Reports* [online]. 2019, **9**(1). Dostupné z: doi:10.1038/s41598-019-38557-z
- [17] BERAN, Jaroslav, Jan VALTERA, Martin BÍLEK, Ondřej BAŤKA, Josef SKŘIVÁNEK, Petr ŽABKA, Jiří KOMÁREK, David LUKÁŠ, Pavel POKORNÝ, Eva KUŽELOVÁ-KOŠŤÁKOVÁ, Petr MIKEŠ, Jiří CHVOJKA, Tomáš KALOUS a Filip SANETRNIK. A linear fibre formation with a case of polymeric nanofibres enveloping the supporting linear formation constituting the core, the method and equipment for its production [online]. CZ306428B6. 18. leden 2017. [vid. 2021-05-17]. Dostupné z: <https://patents.google.com/patent/CZ306428B6/en>
- [18] HOMOLÁČ, Jan, Daniela JAŠKOVÁ a Jan VALTERA. Svíčkový filtr [online]. CZ35035U1. 29. duben 2021. [vid. 2021-10-28]. Dostupné z: <https://patents.google.com/patent/CZ35035U1/en?q=Candle+filter&before=priority:20220101&after=priority:20210101>
- [19] MADHESWARAN, D., Š. HAUZEROVÁ, J. VALTERA, M. LISNENKO, M. SIVAN, O. BAŤKA, V. JENČOVÁ, D. LUKÁŠ, F. JANDA a E. KUŽELOVÁ KOŠŤÁKOVÁ. BRAIDED THREADS WITH AC ELECTROSPUN NANOFIBERS FOR HYGIENIC AND MEDICAL APPLICATIONS - PRODUCTION AND PROPERTIES. In: *NANOCON Conference Proceedings - International Conference on Nanomaterials* [online]. 2021, s. 252–257. ISBN 978-80-88365-00-6. Dostupné z: doi:10.37904/nanocon.2021.4355

- [20] KOCIS, Lubomir, Pavel POKORNY, David LUKAS, Petr MIKES, Jiri CHVOJKA, Eva KOSTAKOVA, Jaroslav BERAN, Martin BILEK, Jan VALTERA, Evzen AMLER, Matej BUZGO a Andrea MICKOVA. Method for production of polymeric nanofibers by spinning of solution or melt of polymer in electric field, and a linear formation from polymeric nanofibers prepared by this method [online]. EP2931951B1. 9. říjen 2019. [vid. 2021-05-28]. Dostupné z: <https://patents.google.com/patent/EP2931951B1/en?inventor=valtera&oq=inventor:valtera>
- [21] BERAN, Jaroslav, David LUKÁŠ, Pavel POKORNÝ, Tomáš KALOUS a Jan VALTERA. Způsob pro výrobu polymerních nanovláken elektrickým nebo elektrostatickým zvlákňováním roztoku nebo taveniny polymeru, zvlákňovací elektroda pro tento způsob, a zařízení pro výrobu polymerních nanovláken osazené alespoň jednou takovou zvlákňovací elektrodou [online]. CZ307745B6. 10. duben 2019. [vid. 2021-05-28]. Dostupné z: <https://patents.google.com/patent/CZ307745B6/en?q=CZ+307745>
- [22] TCS Micropumps [online]. [vid. 2021-07-15]. Dostupné z: <https://micropumps.co.uk>
- [23] MIKEŠ, Petr. *Fyzikální principy tvorby nanovláken I* /. Vydání 1. B.m.: Technická univerzita v Liberci, 2015. ISBN 978-80-7494-249-5.
- [24] RŮŽIČKOVÁ, Jana. *Elektrostatické zvlákňování nanovláken*. 2. vyd. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2006. ISBN 80-7372-066-3.
- [25] RENEKER, Darrell H. a Alexander L. YARIN. Electrospinning jets and polymer nanofibers. *Polymer* [online]. 2008, **49**(10), 2387–2425. ISSN 0032-3861. Dostupné z: [doi:10.1016/j.polymer.2008.02.002](https://doi.org/10.1016/j.polymer.2008.02.002)
- [26] JIRSAK, Oldrich, Filip SANETRNIK, David LUKAS, Vaclav KOTEK, Lenka MARTINOVA a Jiri CHALOUPEK. A method of nanofibres production from a polymer solution using electrostatic spinning and a device for carrying out the method [online]. EP1673493B1. 8. červenec 2009. [vid. 2021-07-01]. Dostupné z: <https://patents.google.com/patent/EP1673493B1/en?q=PV+2003-2421>
- [27] SUBBIAH, Thandavamoorthy, G. S. BHAT, R. W. TOCK, S. PARAMESWARAN a S. S. RAMKUMAR. Electrospinning of nanofibers. *Journal of Applied Polymer Science* [online]. 2005, **96**(2), 557–569. ISSN 1097-4628. Dostupné z: [doi:10.1002/app.21481](https://doi.org/10.1002/app.21481)
- [28] POKORNY, P., L. KOCIS, J. CHVOJKA, D. LUKAS, J. BERAN, M. BILEK a K. PEJCHAR. Alternating current electrospinning method for preparation of nanofibrous materials. In: *NANOCON 2013 - Conference Proceedings, 5th International Conference*. 2013, s. 302–304. ISBN 978-80-87294-47-5.
- [29] BALOGH, Attila, Richárd CSELKÓ, Balázs DÉMUTH, Geert VERRECK, Jürgen MENSCH, György MAROSI a Zsombor Kristóf NAGY. Alternating current electrospinning for preparation of fibrous drug delivery systems. *International Journal of Pharmaceutics* [online]. 2015, **495**(1), 75–80. ISSN 0378-5173. Dostupné z: [doi:10.1016/j.ijpharm.2015.08.069](https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2015.08.069)

- [30] LUKAS, David, Pavel POKORNY, Eva KOSTAKOVA, Filip SANETRNIK, Petr MIKES, Jiri CHVOJKA, Tomáš KALOUS, Martin BÍLEK, Karel PEJCHAR a Jan VALTERA. Effective AC needleless and collectorless electrospinning for yarn production. *Phys. Chem. Chem. Phys.* [online]. 2014, **16**. Dostupné z: doi:10.1039/C4CP04346D
- [31] MORTON, William James. Method of dispersing fluids [online]. US705691A. 29. červenec 1902. [vid. 2021-07-02]. Dostupné z: <https://patents.google.com/patent/US705691A/en>
- [32] COOLEY, John F. Apparatus for electrically dispersing fluids [online]. US692631A. 4. únor 1902. [vid. 2021-07-02]. Dostupné z: <https://patents.google.com/patent/US692631A/en>
- [33] ANTON, Formhals. Process and apparatus for preparing artificial threads [online]. US1975504A. 2. říjen 1934. [vid. 2021-06-30]. Dostupné z: <https://patents.google.com/patent/US1975504A/en>
- [34] ZELENY, John. The Electrical Discharge from Liquid Points, and a Hydrostatic Method of Measuring the Electric Intensity at Their Surfaces. *Physical Review* [online]. 1914, **3**(2), 69–91. Dostupné z: doi:10.1103/PhysRev.3.69
- [35] BIOINICIA. Labscale Electrospinning Machines & Kits. *Spinbox Systems* [online]. [vid. 2021-07-02]. Dostupné z: <https://www.spinboxsystems.com/>
- [36] *Electrospinning machine, Electrospinning equipment, Electrospinning setup, Nanofibers-TONG LI TECH CO LTD* [online]. [vid. 2021-07-02]. Dostupné z: <https://www.electro-spinning.com/>
- [37] KIM, GeunHyung, Young-Sam CHO a Wan Doo KIM. Stability analysis for multi-jets electrospinning process modified with a cylindrical electrode. *European Polymer Journal* [online]. 2006, **42**(9), 2031–2038. ISSN 0014-3057. Dostupné z: doi:10.1016/j.eurpolymj.2006.01.026
- [38] ZHOU, Feng-Lei, Rong-Hua GONG a Isaac PORAT. Three-jet electrospinning using a flat spinneret. *Journal of Materials Science* [online]. 2009, **44**(20), 5501–5508. ISSN 1573-4803. Dostupné z: doi:10.1007/s10853-009-3768-1
- [39] JIRSAK, Oldrich, Petr SYSEL, Filip SANETRNIK, Jakub HRUZA a Jiri CHALOUPEK. Polyamic Acid Nanofibers Produced by Needleless Electrospinning. *Journal of Nanomaterials* [online]. 2010, **2010**, e842831. ISSN 1687-4110. Dostupné z: doi:10.1155/2010/842831
- [40] PETRÁŠ, David, Ladislav MAREŠ a Denisa HORCICOVÁ. Zpusob a zarizení k výrobe nanovláken z polymerního roztoku elektrostatickým zvláknováním [online]. CZ299537B6. 27. srpen 2008. [vid. 2021-07-16]. Dostupné z: <https://patents.google.com/patent/CZ299537B6/en?q=299537>
- [41] PETRAS, David, Miroslav MALY, Jan POZNER, Jan TRDLICKA a Martin KOVAC. Rotary spinning electrode [online]. EP2059630B1. 9. červen 2010. [vid. 2021-07-15]. Dostupné z: <https://patents.google.com/patent/EP2059630B1/en?q=WO+2008%2f028428>

- [42] SÝBA, František a Miroslav MALÝ. Rotační zvláknovací elektroda [online]. CZ308360B6. 24. červen 2020. [vid. 2021-07-14]. Dostupné z: <https://patents.google.com/patent/CZ308360B6/en?q=CZ308360>
- [43] PETRÁŠ, David, MALÝ, Martin KOVÁČ, Vít STROMSKÝ, Jan POZNER, Jan TRDLICKA, Ladislav MAREŠ, Jan CMELÍK a František JAKUBEK. Zpusob zvláknování kapalné matrice, zařízení pro výrobu nanovláken elektrostatickým zvláknováním kapalné matrice a zvláknovací elektroda pro takové zařízení [online]. CZ300345B6. 22. duben 2009. [vid. 2021-07-14]. Dostupné z: <https://patents.google.com/patent/CZ300345B6/en?q=300345>
- [44] SONG, T., Y. Z. ZHANG a T. J. ZHOU. Fabrication of magnetic composite nanofibers of poly( $\epsilon$ -caprolactone) with FePt nanoparticles by coaxial electrospinning. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* [online]. 2006, **303**(2), The 6th International Symposium on Physics of Magnetic Materials, e286–e289. ISSN 0304-8853. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmmm.2006.01.247
- [45] BAZILEVSKY, Alexander V., Alexander L. YARIN a Constantine M. MEGARIDIS. Co-electrospinning of Core–Shell Fibers Using a Single-Nozzle Technique. *Langmuir* [online]. 2007, **23**(5), 2311–2314. ISSN 0743-7463. Dostupné z: doi:10.1021/la063194q
- [46] MOGHE, A. K. a Professor B. S. GUPTA. Co-axial Electrospinning for Nanofiber Structures: Preparation and Applications. *Polymer Reviews* [online]. 2008, **48**(2), 353–377. ISSN 1558-3724. Dostupné z: doi:10.1080/15583720802022257
- [47] LIAO, Ic, Sy CHEW a Kw LEONG. Aligned core–shell nanofibers delivering bioactive proteins. *Nanomedicine* [online]. 2006, **1**(4), 465–471. ISSN 1743-5889. Dostupné z: doi:10.2217/17435889.1.4.465
- [48] VYSLOUŽILOVÁ, Lucie. *Vývoj technologie koaxiálního elektrostatického zvláknování* [online]. B.m., 2018 [vid. 2021-07-02]. Thesis. Technická Univerzita v Liberci. Dostupné z: <https://dspace.tul.cz/handle/15240/25898>
- [49] LOSCERTALES, Ignacio G., Juan E. Díaz GÓMEZ, M. LALLAVE, J. M. ROSAS, Jorge BEDIA, J. RODRÍGUEZ-MIRASOL, T. CORDERO, M. MARQUEZ, S. SHENOY, G. E. WNEK, T. THORSEN, A. FERNÁNDEZ-NIEVES a A. BARRERO. Coaxial Electrospinning for Nanostructured Advanced Materials. *MRS Online Proceedings Library (OPL)* [online]. 2006, **948** [vid. 2022-06-24]. ISSN 0272-9172, 1946-4274. Dostupné z: doi:10.1557/PROC-0948-B06-01
- [50] PARK, Jeong-Ho a Paul BRAUN. Coaxial Electrospinning of Self-Healing Coatings. *Advanced materials (Deerfield Beach, Fla.)* [online]. 2010, **22**, 496–9. Dostupné z: doi:10.1002/adma.200902465
- [51] BAŤKA, Ondřej. *Zařízení na výrobu jádrové příze*. Liberec, 2015. Diplomová práce. TUL.
- [52] BERAN, Jaroslav, Jan VALTERA, Martin BILEK, Josef SKRIVANEK, Ondřej BATKA, David LUKAS, Pavel POKORNY, Tomas KALOUS, Julie SOUKUPOVA a Eva Kuzelova KOSTAKOVA. Method for producing polymeric nanofibers by electrospinning a polymer solution or melt, a spinning electrode for



performing the method and a device for producing polymeric nanofibers equipped with at least one such spinning electrode [online]. EP3394328B1. 15. duben 2020. [vid. 2021-05-28]. Dostupné z: <https://patents.google.com/patent/EP3394328B1/en?inventor=valtera&oq=inventor:valtera>

- [53] BAŤKA, O., J. BERAN, M. STRNAD a J. SKŘIVÁNEK. Analysis and optimization of the ball shaped electrode designed for the AC-electrospinning. In: *NANOCON 2016 - Conference Proceedings, 8th International Conference on Nanomaterials - Research and Application*. 2016, s. 358–361.
- [54] BAŤKA, O., J. BERAN a J. SKŘIVÁNEK. Analysis of electric field depending on the diameter of the ball electrode. In: *NANOCON 2018 - Conference Proceedings, 10th Anniversary International Conference on Nanomaterials - Research and Application*. 2019, s. 230–234.
- [55] BATKA, O. a J. SKRIVANEK. Influence of electrode position on the electrospinning process. In: *NANOCON Conference Proceedings - International Conference on Nanomaterials* [online]. 2020, s. 226–231. Dostupné z: doi:10.37904/nanocon.2019.8664
- [56] SOUČEK, J., J. VALTERA a T. KALOUS. Electrode for continuous production of composite nanofiber material using ac-electrospinning method. In: *NANOCON 2017 - Conference Proceedings, 9th International Conference on Nanomaterials - Research and Application*. 2018, s. 378–383.
- [57] SKRIVANEK, J., J. VALTERA, O. BATKA, J. SOUKUPOVA, L. VYSLOUŽILOVA, J. KOMAREK, P. ZABKA, M. BILEK a J. BERAN. Design of electrode for coaxial electrospinning. In: *NANOCON 2016 - Conference Proceedings, 8th International Conference on Nanomaterials - Research and Application*. 2016, s. 303–307. ISBN 978-80-87294-71-0.
- [58] VINTER, Jan. *Obrazová analýza elektrického zvlákňovacího procesu roztoku PVB pomocí vysokorychlostních kamerových záznamů*. Liberec, 2022. Technická Univerzita v Liberci.
- [59] POKORNÝ, Pavel. *Analýza procesu elektrostatického zvlákňování a možnosti jeho řízení*. 2011.
- [60] JANEČEK, Tomáš. *Zvlákňovací elektroda pro výrobu plošného nanovlákněného materiálu* [online]. B.m., 2021 [vid. 2022-04-05]. b.n. Dostupné z: <https://dspace.tul.cz/handle/15240/161076>

## Publikace autora

- [1] SKRIVANEK, Josef, Pavel HOLEC, Ondrej BATKA, Martin BILEK a Pavel POKORNY. Optimization of the Spinneret Rotation Speed and Airflow Parameters for the Nozzleless Forc spinning of a Polymer Solution. *Polymers* [online]. 2022, **14**(5), 1042. ISSN 2073-4360. Dostupné z: doi:10.3390/polym14051042
- [2] HOLEC, Pavel, Radek JIRKOVEC, Tomáš KALOUS, Ondřej BAŤKA, Jiří BROŽEK a Jiří CHVOJKA. The Potential for the Direct and Alternating Current-Driven Electrospinning of Polyamides. *Nanomaterials* [online]. 2022, **12**(4), 665. ISSN 2079-4991. Dostupné z: doi:10.3390/nano12040665
- [3] ŽABKA, Petr, Ondřej BAŤKA, Josef SKŘIVÁNEK, Jan VALTERA a Jaroslav BERAN. Simulation and Experimental Validation of Stable Multiple-Ballooning in Nanofibrous Yarn Production. In: Jaroslav BERAN, Martin BÍLEK, Miroslav VÁCLAVÍK a Petr ŽABKA, ed. *Advances in Mechanism Design III* [online]. Cham: Springer International Publishing, 2022, s. 319–325. Mechanisms and Machine Science. ISBN 978-3-030-83594-1. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-030-83594-1\_34
- [4] KALOUS, Tomas, Pavel HOLEC, Jakub ERBEN, Martin BILEK, Ondrej BATKA, Pavel POKORNY, Jiri CHALOUPEK a Jiri CHVOJKA. The Optimization of Alternating Current Electrospun PA 6 Solutions Using a Visual Analysis System. *Polymers* [online]. 2021, **13**(13), 2098. Dostupné z: doi:10.3390/polym13132098
- [5] MADHESWARAN, Divyabharathi, Šárka HAUZEROVÁ, Jan VALTERA, Maxim LISNENKO, Manikandan SIVAN, Ondřej BAŤKA, Věra JENČOVÁ, David LUKÁŠ, František JANDA a Eva KUŽELOVÁ KOŠŤÁKOVÁ. Braided threads with AC electrospun nanofibers for hygienic and medical applications - production and properties. In: *NANOCON 2021* [online]. 2021, s. 252–257 [vid. 2022-09-05]. Dostupné z: doi:10.37904/nanocon.2021.4355
- [6] HOLEC, P., T. KALOUS, P. POKORNY, O. BATKA a J. SKRIVANEK. ALTERNATING CURRENT ELECTROSPINNING OF PA 6 USING ADDITIVES IN FORM OF OXOACIDS. In: *NANOCON Conference Proceedings - International Conference on Nanomaterials* [online]. 2021, s. 143–147. ISBN 978-80-88365-00-6. Dostupné z: doi:10.37904/nanocon.2021.4329
- [7] SKŘIVÁNEK, J., J. KOMÁREK a O. BAŤKA. Research of electrodes enabling the production of nanofibres with defined fineness. In: *NANOCON Conference Proceedings - International Conference on Nanomaterials* [online]. 2021, s. 145–150. ISBN 978-80-87294-98-7. Dostupné z: doi:10.37904/nanocon.2020.3730
- [8] BAŤKA, Ondřej a Josef SKŘIVÁNEK. elimination of fibers created from the electrode rod and influence on electrospinning. In: *NANOCON 2020* [online]. 2020, s. 140–144 [vid. 2021-08-10]. Dostupné z: doi:10.37904/nanocon.2020.3729
- [9] BATKA, O. a J. SKRIVANEK. Influence of electrode position on the electrospinning process. In: *NANOCON Conference Proceedings - International Conference on Nanomaterials* [online]. 2020, s. 226–231. Dostupné doi:10.37904/nanocon.2019.8664

- [10] SKŘIVÁNEK, Josef, Ondřej BAŤKA a Jan VALTERA. ANALYSIS OF ELECTRIC FIELD ON THE CIRCULAR COLLECTOR. In: *NANOCON 2019* [online]. 2020, s. 204–209 [vid. 2021-10-20]. Dostupné z: doi:10.37904/nanocon.2019.8671
- [11] VALTERA, J., T. KALOUS, P. POKORNY, O. BATKA, M. BILEK, J. CHVOJKA, P. MIKES, E.K. KOSTAKOVA, P. ZABKA, J. ORNSTOVA, J. BERAN, A. STANISHEVSKY a D. LUKAS. Fabrication of dual-functional composite yarns with a nanofibrous envelope using high throughput AC needleless and collectorless electrospinning. *Scientific Reports* [online]. 2019, 9(1). Dostupné z: doi:10.1038/s41598-019-38557-z
- [12] BAŤKA, O., J. BERAN a J. SKŘIVÁNEK. Analysis of electric field depending on the diameter of the ball electrode. In: *NANOCON 2018 - Conference Proceedings, 10th Anniversary International Conference on Nanomaterials - Research and Application*. 2019, s. 230–234.
- [13] SKŘIVÁNEK, J., M. BILEK, J. VALTERA, K. LEVAN a O. BATKA. Effect analysis of the string cross-section on the electrostatic spinning proces. In: *NANOCON 2017 - Conference Proceedings, 9th International Conference on Nanomaterials - Research and Application*. 2018, s. 224–228. ISBN 978-80-87294-81-9.
- [14] BAŤKA, O., K. LE VAN, M. BÍLEK, J. SKŘIVÁNEK a J. VALTERA. Analysis of electric field around wire spinneret. In: *NANOCON 2017 - Conference Proceedings, 9th International Conference on Nanomaterials - Research and Application*. 2018, s. 241–245. ISBN 978-80-87294-81-9.
- [15] SKŘIVÁNEK, J., M. BÍLEK, O. BAŤKA a M. KAŠPÁREK. Electronic link between the needle cylinder and the dial of the small diameter knitting machine. *Mechanisms and Machine Science* [online]. 2017, 44, 331–336. ISSN 2211-0984. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-319-44087-3\_44
- [16] SKŘIVÁNEK, J., J. VALTERA, O. BATKA, J. SOUKUPOVA, L. VYSLOUZILOVA, J. KOMAREK, P. ZABKA, M. BILEK a J. BERAN. Design of electrode for coaxial electrospinning. In: *NANOCON 2016 - Conference Proceedings, 8th International Conference on Nanomaterials - Research and Application*. 2016, s. 303–307. ISBN 978-80-87294-71-0.
- [17] BAŤKA, O., J. BERAN, M. STRNAD a J. SKŘIVÁNEK. Analysis and optimization of the ball shaped electrode designed for the AC-electrospinning. In: *NANOCON 2016 - Conference Proceedings, 8th International Conference on Nanomaterials - Research and Application*. 2016. s. 358–361.

## Patenty autora

- [1] BERAN, Jaroslav, Jan VALTERA, Martin BILEK, Josef SKRIVANEK, Ondrej BATKA, David LUKAS, Pavel POKORNY, Tomas KALOUS, Julie SOUKUPOVA a Eva Kuzelova KOSTAKOVA. Method for producing polymeric nanofibers by electrospinning a polymer solution or melt, a spinning electrode for performing the method and a device for producing polymeric nanofibers equipped with at least one such spinning electrode [online]. EP3394328B1. 15. duben 2020. [vid. 2021-05-28]. Dostupné z: <https://patents.google.com/patent/EP3394328B1/en?inventor=valtera&oq=inventor:valtera>
- [2] BERAN, Jaroslav, Jan VALTERA, Martin BILEK, Ondrej BATKA, Josef SKRIVANEK, Petr ZABKA, Jiri KOMAREK, David LUKAS, Pavel POKORNY, Eva KUZELOVA-KOSTAKOVA, Petr MIKES, Jiri CHVOJKA, Tomas KALOUS a Filip SANETRNIK. Linear fibrous formation with a coating of polymeric nanofibers enveloping a supporting linear formation constituting a core, a method and a device for producing it [online]. EP3303666A2. 11. duben 2018. [vid. 2022-09-05]. Dostupné z: <https://patents.google.com/patent/EP3303666A2/en>

## Seznam příloh

Příloha 1 – Experimentální zařízení a princip měření produktivity	105
Příloha 2 – Vlastnosti používaného polymerního roztoku	109
Příloha 3 – Zdroj napětí a měření elektrických veličin	112
Příloha 4 – Systém zásobování elektrody polymerním roztokem	116
Příloha 5 – Výpočtový model	118
Příloha 6 – Snímky pořízené vysokorychlostní kamerou	119
Příloha 7 – Snímky vzorků pořízené pomocí SEM	144
Příloha 8 – Snímky měřených průběhů elektrických veličin při zvlákňování	159

## Příloha 1 – Experimentální zařízení a princip měření produktivity

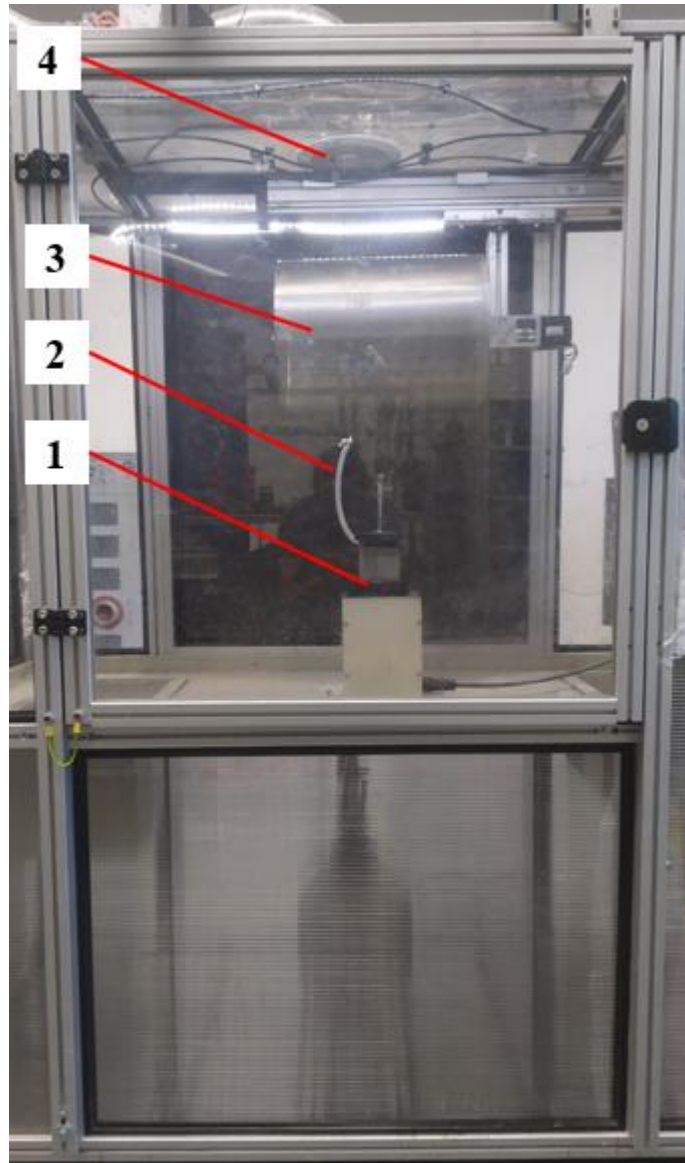
### Příloha 1.1 Experimentální zařízení

Veškeré experimenty byly provedeny na laboratorním zařízení, které slouží zejména pro výrobu nanovláknenné jádrové příze [16, 17]. Zařízení bylo vyvinuto na Technické univerzitě v Liberci na Katedře textilních a jednoúčelových strojů a jeho interní název je KOPRIS (Komorový Přízový Spinner). Zařízení je zobrazeno na obrázku I.I a sestává ze dvou základních částí, a to zvláknovací sekce (1) a sekce sušící a navíjecí (2).



Obrázek I.I Komorový Přízový Spinner, (1) zvláknovací sekce, (2) sušící a navíjecí sekce

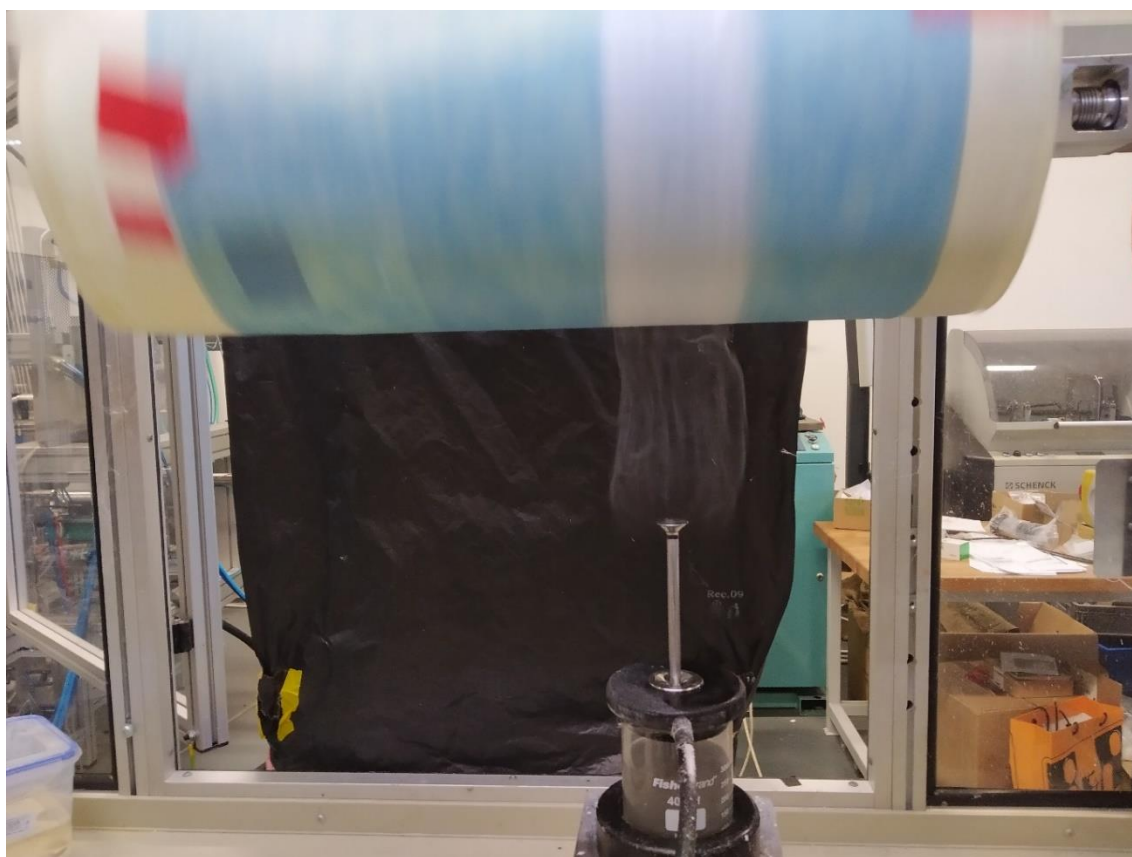
Spinner je možné přestavit pro diskontinuální výrobu plošných nanovláknenných materiálů přidáním navíjecího bubnu, uvedeného v detailním pohledu na zvláknovací sekci na obrázku I.II (pozice 3). Na obrázku I.I je také zobrazena zvláknovací elektroda se systémem zásobování polymerním roztokem (1), dále přívodní kabel od zdroje vysokého napětí k elektrodě (2) a odsávání výparů rozpouštědla vniklých při zvláknování (4). V zařízení s touto konfigurací byly experimenty provedeny.



Obrázek I.II zvláknovací sekce, (1) sestava elektrody, (2) přívodní kabel, (3) nanášecí buben, (4) odsávání

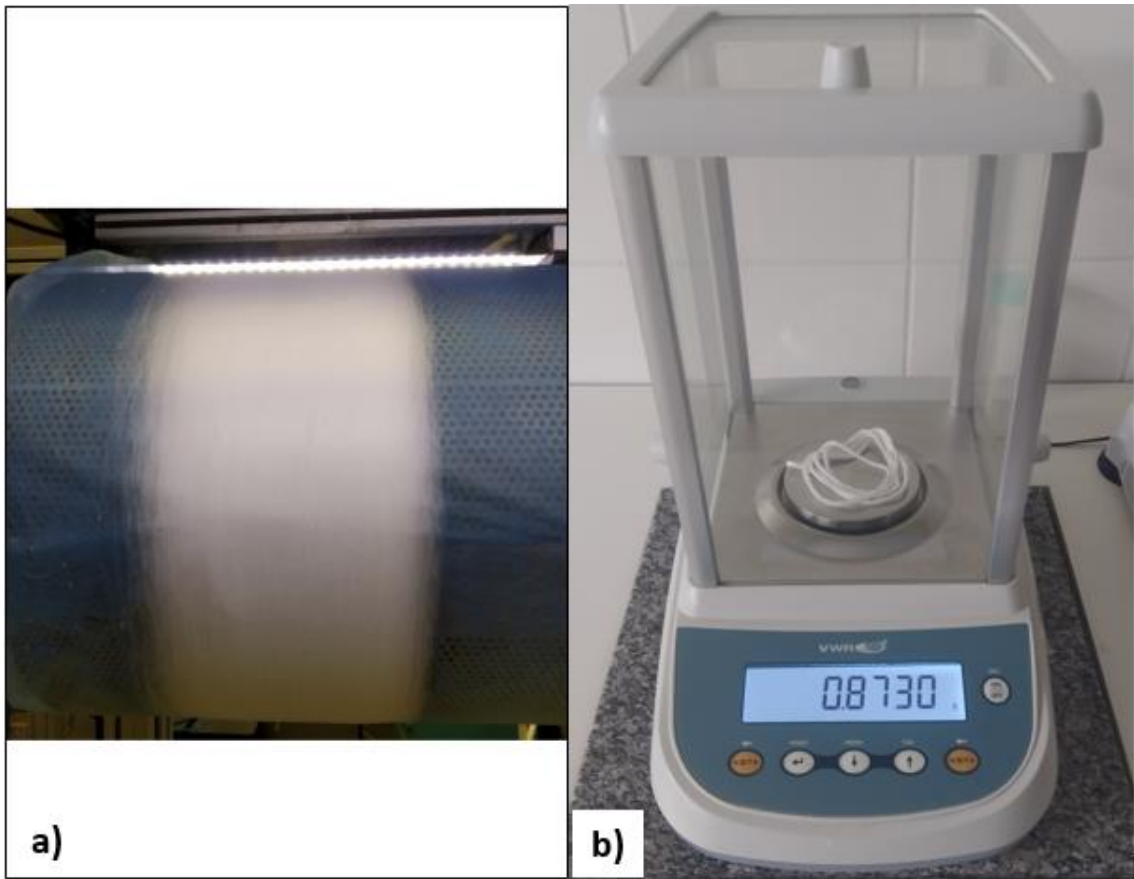
## Příloha 1.2 Princip měření produktivity

Všechna měření produktivity probíhala stejným způsobem. Vyrobená nanovláknna byla nanášena na rotující buben (obrázek I.III), přičemž byl vždy měřen čas po celou dobu zvláknování. Nanesený vzorek (obrázek I.IV a)) byl shrnut do tvaru prstence a zvážen na vahách (obrázek I.IV b)). Ihned po ukončení zvláknování byla zjištěna hodnota v gramech na vahách s přesností na dvě desetinná místa. Tato hodnota je spíše orientační pro operativní vyhodnocení. Následně byly vzorky vysušeny při teplotě 50 °C po dobu 30 minut a zváženy v gramech s přesností na tři desetinná místa. Výsledná produktivita byla stanovena v gramech za minutu.



Obrázek I.III průběh experimentu





Obrázek I.IV a) nanesený vzorek, b) vážení vzorku

## **Příloha 2 – Vlastnosti používaného polymerního roztoku**

Pro experimenty byl vždy používán 10%<sub>hm</sub> roztok Polyvinilbutralu (PVB) Movital B60H v 96%<sub>obj</sub> etanolu Technisolv. Na obrázku II.I je uveden technický list polymeru PVB a na obrázku II.II technický list použitého rozpouštědla.

## Mowital

### Technical Data Sheet

#### Characteristics

Polyvinyl butyral (PVB) grades with different molecular weights, and varying degrees of acetalization.

#### Recommended Uses

Binder for coatings (adhesion promotion/corrosion protection primers, shop primers, wash primers, stoving enamels, varnishes and lacquers for different substrates). Binder for printing inks. Co-binder for powder coatings. Temporary binder for ceramics. Binder for textile printing and non-woven. Wetting agent for grindings, esp. of organic pigments. Adhesives, pressure-sensitive adhesives and hotmelts.

#### Form supplied

Fine-grained, free-flowing white powder.

#### Specification Data

The data are determined by our quality control for each lot prior to release.

Grade	Non-volatile content (DIN 53216)	Content of polyvinyl alcohol <sup>1)</sup>	Content of polyvinyl acetate <sup>2)</sup>	Dynamic viscosity <sup>3)</sup> 10 % solution in Ethanol <sup>4)</sup>
	wt-%	wt-%	wt-%	mPa · s
Mowital B 14 S	≥ 97,5	14-18	5-8	9-13
Mowital B 16 H	≥ 97,5	18-21	1-4	14-20
Mowital B 20 H	≥ 97,5	18-21	1-4	20-30
Mowital B 30 T	≥ 97,5	24-27	1-4	30-55
Mowital B 30 H	≥ 97,5	18-21	1-4	35-60
Mowital B 30 HH	≥ 97,5	11-14	1-4	35-60
Mowital B 45 M	≥ 97,5	21-24	1-4	80-110
Mowital B 45 H	≥ 97,5	18-21	1-4	60-90
Mowital B 60 T	≥ 97,5	24-27	1-4	180-280
Mowital B 60 H	≥ 97,5	18-21	1-4	160-260
Mowital B 60 HH	≥ 97,5	12-16	1-4	120-280
Mowital B 75 H	≥ 97,5	18-21	0-4	60-100 <sup>5)</sup>

<sup>1)</sup> Hydroxyl groups in terms of polyvinyl alcohol

<sup>2)</sup> Acetyl groups in terms of polyvinyl acetate

<sup>3)</sup> according to DIN 53015, at 20 °C

<sup>4)</sup> containing 5 % water

<sup>5)</sup> viscosity of a 5 % solution

Obrázek II.I technický list polmeru PVB

**Parametry rozpouštědla použitého v roztoku PVB**

**Material Number:** 85824.380  
**Material description:** ETHANOL EURODENATURED 98% TECH (1:1:1)  
**Grade:** TechniSolv®  
**CAS Number:** 64-17-5  
**Molecular weight:** 46.07 g/mol/l  
**Molecular formula:** H<sub>3</sub>CCH<sub>2</sub>OH  
**Date specification set:** 7<sup>th</sup> Sep 2017

Characteristics	Specifications
Assay (V/V)	Min. 93.8 %
Denatonium benzoate (ppm)	11.8 – 13.8 ppm
Methyl ethyl ketone (V/V)	0.93 – 1.09 %
2-Propanol (V/V)	0.93 – 1.09 %

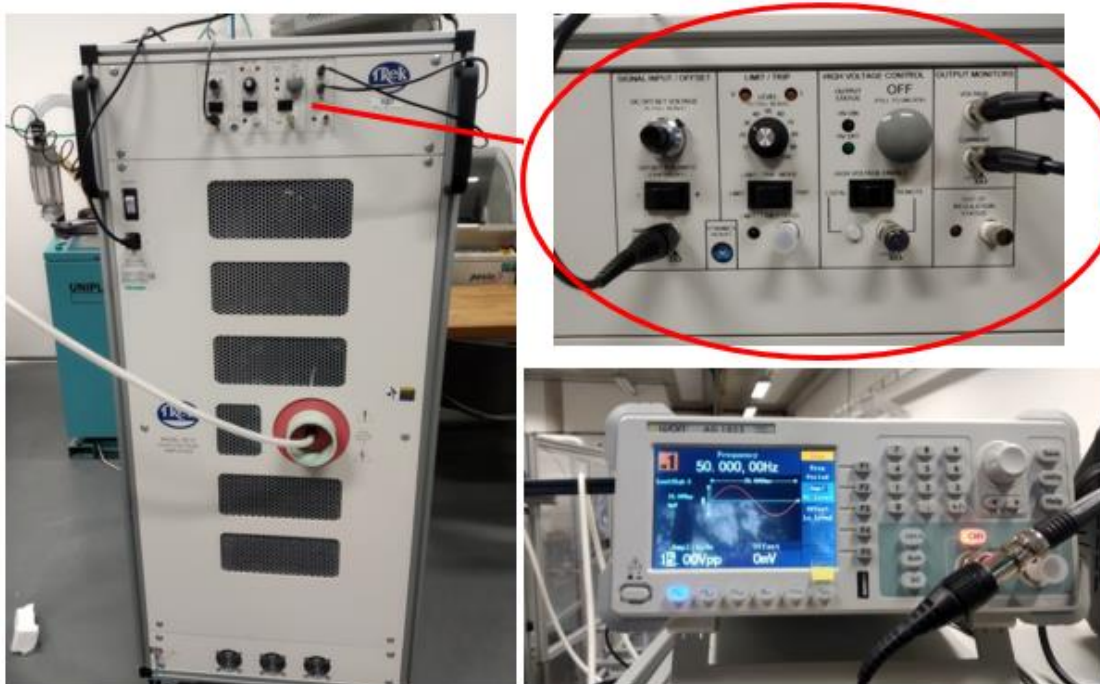
(All batches of this product after this date are tested to this specification. In the unlikely event that the specification is changed a new certificate will be issued)

Signed on behalf of VWR  
 NJ Sutton  
 Quality Manager

Obrázek II.I technický list rozpouštědla

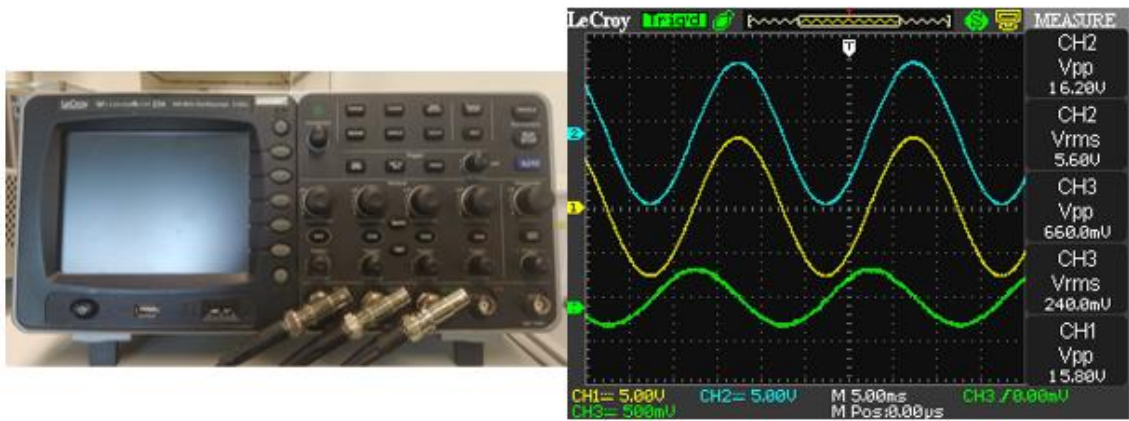
### Příloha 3 - Zdroj napětí a měření elektrických veličin

Pro přivedení napětového signálu k elektrodě byl použit vysokonapětový zesilovač Trek 50/12, na jehož vstup byl přiváděn zvolený signál vytvořený generátorem funkcí Owon AG 1022. Na obrázku III.I je toto zařízení zobrazeno. Pomocí toho zařízení je možné přivést na elektrodu jakýkoliv signál o maximální amplitudě 50 kV, respektive v rozsahu  $\pm 50$  kV, což v případě sinusového průběhu odpovídá efektivní hodnotě 35,4 kV, v případě obdélníkového průběhu je efektivní hodnota rovna amplitudě, neboť během jedné periody se pouze vystřídají dva stejnosměrné signály, avšak o navzájem opačné polaritě.

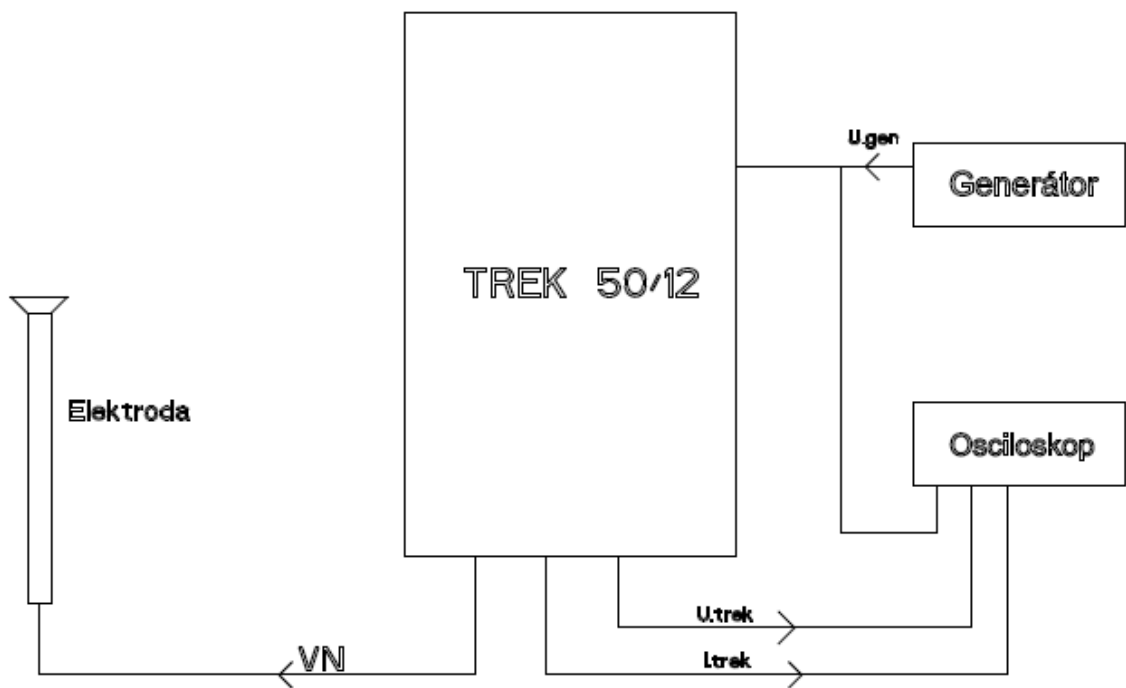


Obrázek III.I Zdroj vysokonapětového signálu, vlevo zesilovací trek 50/12, vpravo nahoře detail ovládacího panelu zesilovače, vpravo dole generátor funkcí Owon AG 1022

Zesilovač také umožňuje měřit výstupní napětí a celkový proud v obvodu prostřednictvím výstupů v části „OUTPUT MONITOR“. Tyto signály byly zobrazovány osciloskopem Lecroy waveAce 234, který také umožňuje měřit různé typy hodnot (amplitudu signálu, efektivní hodnotu, střední hodnotu...). Na obrázku III.II vlevo je osciloskop vyobrazen, vpravo je příklad zobrazovaného signálu. Na obrázku III.III je zobrazeno schéma zapojení.



Obrázek III.II vlevo osciloskop Lecroy waveAce 234, vpravo příklad pořízeného záznamu



Obrázek III.III schéma zapojení elektrického obvodu pro napájení elektrody

# Trek Model 50/12

## High-Voltage Power Amplifier

The Model 50/12 is a DC-stable, high-voltage power amplifier featuring an all solid-state design for high slew rate, wide bandwidth, and low-noise operation. It is designed to provide precise control of output voltages in the range of 0 to  $\pm 50$  kV DC or peak AC with an output current range of 0 to  $\pm 12$  mA DC or peak AC.

The 4-quadrant, active output stage sinks or sources current to reactive or resistive loads throughout the output voltage range. This is essential to achieve the accurate output response and high slew rates demanded by reactive loads.

### Key Specifications

- Output Voltage Range: 0 to  $\pm 50$  kV DC or peak AC
- Output Current Range: 0 to  $\pm 12$  mA DC or peak AC
- Slew Rate: Greater than 350 V/ $\mu$ s
- Large Signal Bandwidth: DC to greater than 1.4 kHz (2% Distortion)
- DC Voltage Gain: Fixed at 5000 V/V

### Typical Applications Include

- Dielectric studies
- Electron beam ion traps and ion sourcing
- Electrospinning
- Electrostatic deflection (including ion beam steering)
- Electrostatic flame control
- Electrostatic levitation
- Electrostatic precipitation
- High-voltage cable testing
- High-voltage component testing
- Plasma studies (including dielectric barrier discharge)

### Features and Benefits

- Four-quadrant output for driving capacitive loads
- Closed loop system for high accuracy
- Short-circuit protected for equipment protection
- All solid-state design for maintenance free operation
- DC-stable for programmable supply applications
- Low output noise for ultra-accurate outputs
- NIST-traceable Certificate of Calibration provided with each unit
- CE compliant



TREK, INC. • 190 Walnut Street • Lockport, NY 14094 • USA • 800-FOR TREK  
716-438-7555 • 716-201-1804 (fax) • [www.trekinc.com](http://www.trekinc.com) • [sales@trekinc.com](mailto:sales@trekinc.com)



Model 50/12 Specifications	
<b>Performance</b>	
Output Voltage Range	0 to $\pm 50$ kV DC or peak AC
Output Current Range	0 to $\pm 12$ mA DC or peak AC
Input Voltage Range	0 to $\pm 10$ V DC or peak AC
Input Impedance	25 k $\Omega$ , nominal (inverting/differential option 50 k $\Omega$ nominal)
DC Voltage Gain	5000 V/V
DC Voltage Gain Accuracy	Better than 0.1% of full scale
Offset Voltage	Less than $\pm 5$ V
Output Noise	Less than 10 V rms*
Slew Rate (10% to 90%, typical)	Greater than 350 V/ $\mu$ s
Small Signal Bandwidth (-3dB)	DC to greater than 20 kHz
Large Signal Bandwidth (2% distortion)	DC to greater than 1.4 kHz
Stability	
<i>Drift with Time</i>	Less than 50 ppm/hr, noncumulative
<i>Drift with Temperature</i>	Less than 100 ppm/ $^{\circ}$ C
<b>Voltage Monitor</b>	
Ratio	1 V / 5000 V
DC Accuracy	Better than 0.1% of full scale
DC Offset Voltage	Less than $\pm 4$ mV
Output Noise	Less than 20 mV rms*
Output Impedance	47 $\Omega$
<b>Current Monitor</b>	
Ratio	0.5 V/mA
DC Accuracy	Better than 2% of full scale
Offset Voltage	Less than $\pm 10$ mV
Output Noise	Less than 30 mV rms*
Bandwidth (-3dB)	DC to greater than 5 kHz
Output Impedance	47 $\Omega$
*Measured using the true rms feature of the Hewlett Packard Model 34401A digital multimeter	

Copyright © 2012 TREK, INC. All specifications are subject to change. 1248/JRB



Measurement and Power Solutions™



<b>Features</b>	
High-Voltage On/Off	
<i>Local</i>	Individual push-button switches
<i>Remote</i>	TTL compatible input. TTL high (or open) turns off high-voltage output. TTL low turns on high-voltage output.
Dynamic Adjustment	Graduated 1-turn potentiometer is used to optimize the AC response for various load parameters.
Current Limit/Trip	Switch selectable for limit or trip. Graduated 1-turn panel potentiometer is used to adjust limit or trip level from 0 to $\pm 12$ mA.
Out of Regulation Status Indicator and Connector	Illuminates and TTL low is provided when unit fails to produce required HV output such as during current limit.
Limit/Trip Status Indicator and Connector	An indicator will illuminate and a BNC will provide a TTL low when the high-voltage output is disabled due to the output current trip level, the detection of a high-voltage power supply fault, removal of one of the panels, or if the Model 50/12 is in an out of regulation status for greater than 500 ms.
<b>Mechanical</b>	
Dimensions	1473.5 mm H x 628.7 mm W 948.4 mm D (58.01" H x 24.75" W x 37.34" D)
Weight	125-136 kg (275-300 lb)
HV Connector	High Voltage Connector
BNC Connectors	Amplifier Input, Voltage Monitor, Current Monitor, Remote High Voltage ON/OFF, Out of Regulation Status, Fault/Trip Status
<b>Operating Conditions</b>	
Temperature	0 $^{\circ}$ C to 40 $^{\circ}$ C (32 $^{\circ}$ F to 104 $^{\circ}$ F)
Relative Humidity	To 75%, noncondensing
Altitude	To 1524 meters (5000 ft)
<b>Electrical</b>	
Line Voltage	180 to 250 V AC at 48 to 63 Hz
Power Consumption	1800 VA, maximum
AC Line Receptacle	Standard 3-prong with integral fuse holder
<b>Supplied Accessories</b>	
Operators Manual	PN: 23459
Shorting BNC Cap	PN: B3060
HV Output Cable	PN: 43466
Line Cord, Fuses	Selected per geographic destination

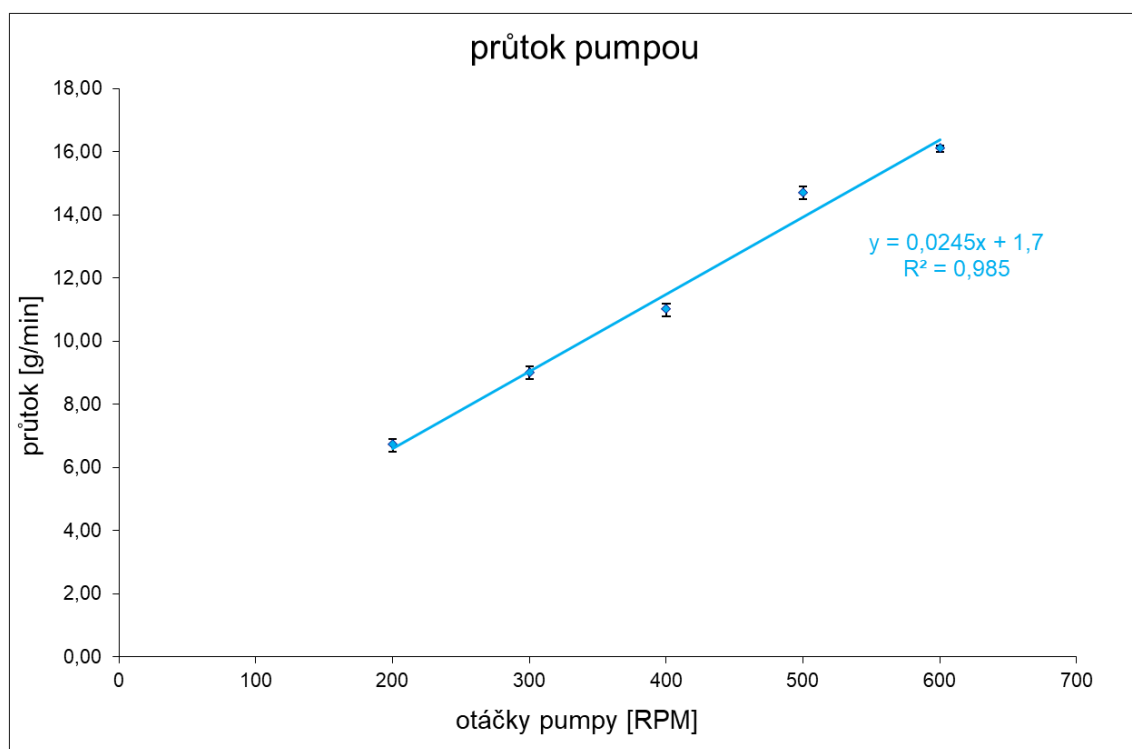
Orázek III.IV parametry zesilovače



## Příloha 4 – Systém zásobování elektrody polymerním roztokem

### Příloha 4.1 Šneková pumpa

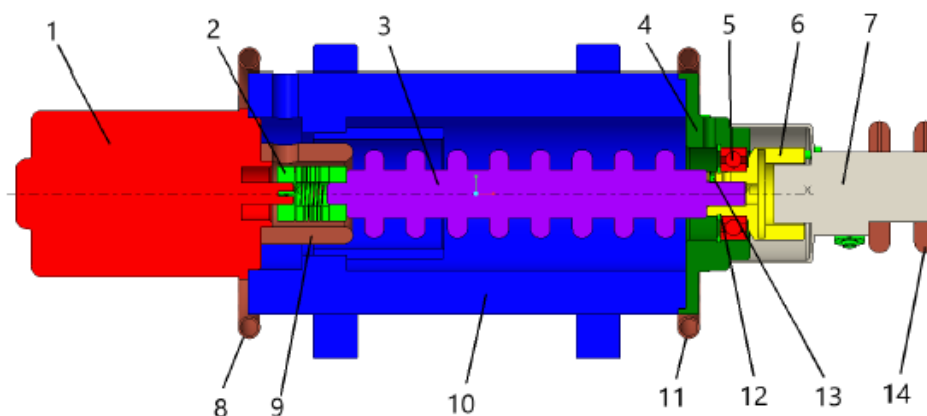
Na obrázku IV.I je zobrazena změřená závislost průtoku šnekovou pumpou používanou při experimentech. Experimenty probíhaly při otáčkách 600 ot/min, čemuž odpovídá hodnotu průtoku přibližně 16 g/min. Pro otáčky nižší než 200 ot/min již nedocházelo k přečerpávání a na otáčkách vyšších než 600 ot/min nelze pumpu provozovat, neboť 600 ot/min je rychlostní limit použitého pohonu.



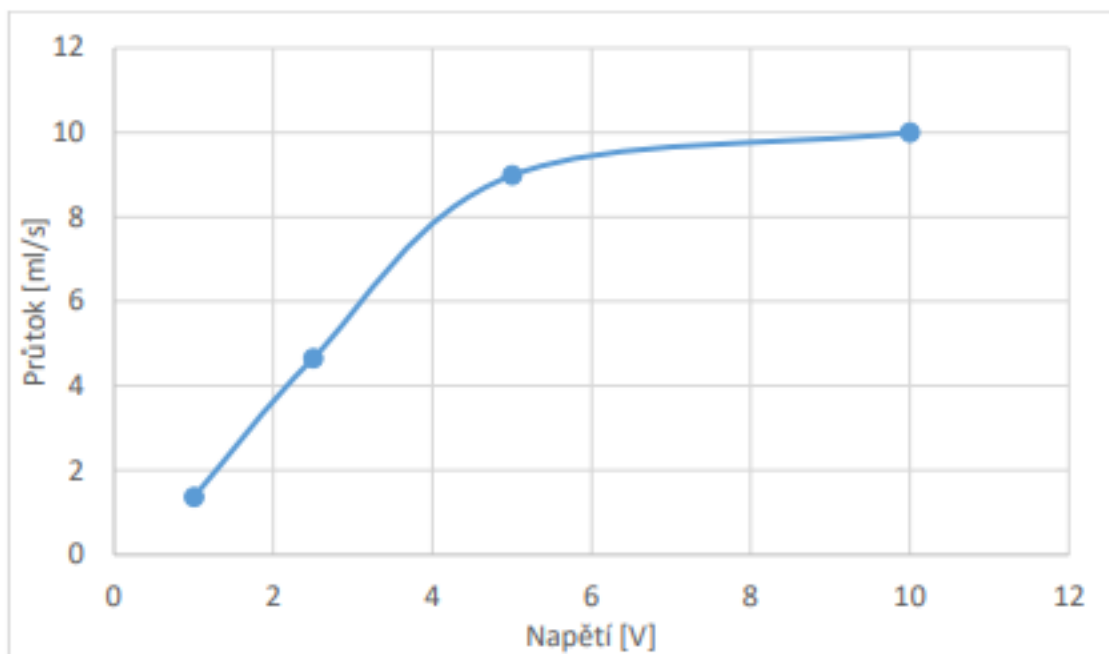
Obrázek IV.I Změřená závislost průtoku pumpou na otáčkách šneku

## Příloha 4.1 Zubové čerpadlo

Pro experimenty popsané v kapitole 6.4 bylo použito zubové čerpadlo Micropump GJ-N25, jehož pohon byl uzpůsoben pro fungování při vysokém napětí [60]. Na obrázku IV. II je princip čerpacího systému zobrazen. Na obrázku IV. Je zobrazena závislost průtoku na budicím napětí motoru, která byla uvedena autorem práce.



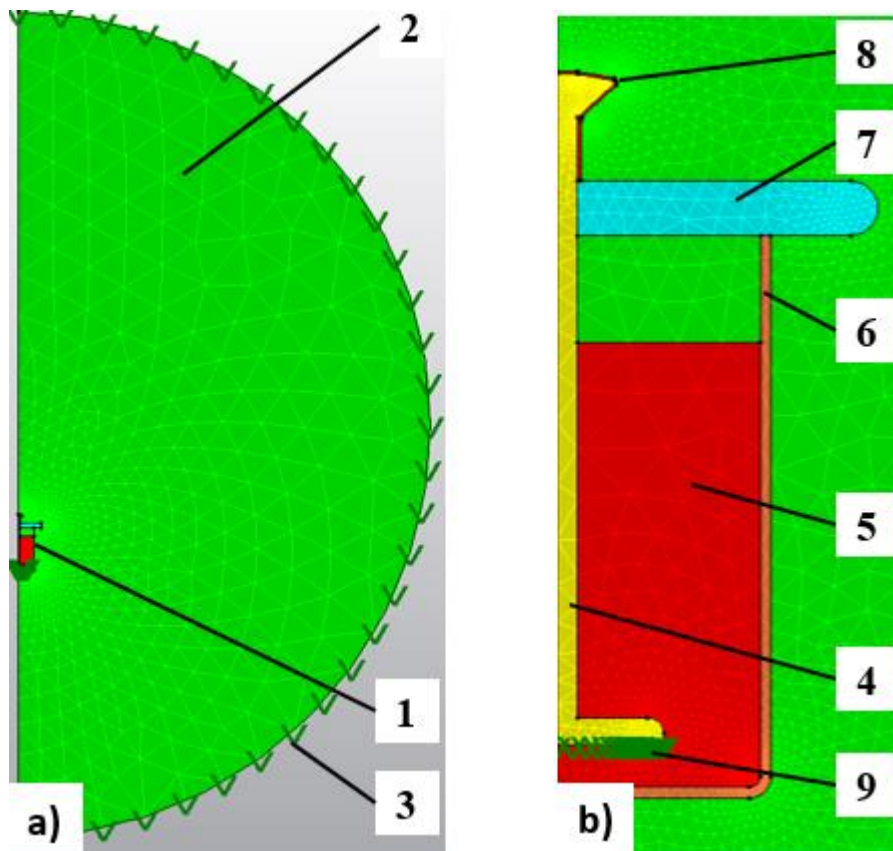
Obrázek IV. II Pohonná jednotka čerpadla, (1) stejnosměrný motor, (2) hřídelová spojka, (3) hřídel, (4) ložiskový domek, (5) ložisko, (6) magnetická spojka, (7) zubové čerpadlo, (8) korónový prstenec, (9) korónový prstenec, (10) svařenec, (11) korónový prstenec, (12) pojistné kroužky, (13) stavěcí šroub, (14) korónový prstenec [60]



Obrázek IV. III Závislost průtoku roztoku PVB zubovým čerpadlem pumpou na napětí motoru [60]

## Příloha 5 – Výpočtový model

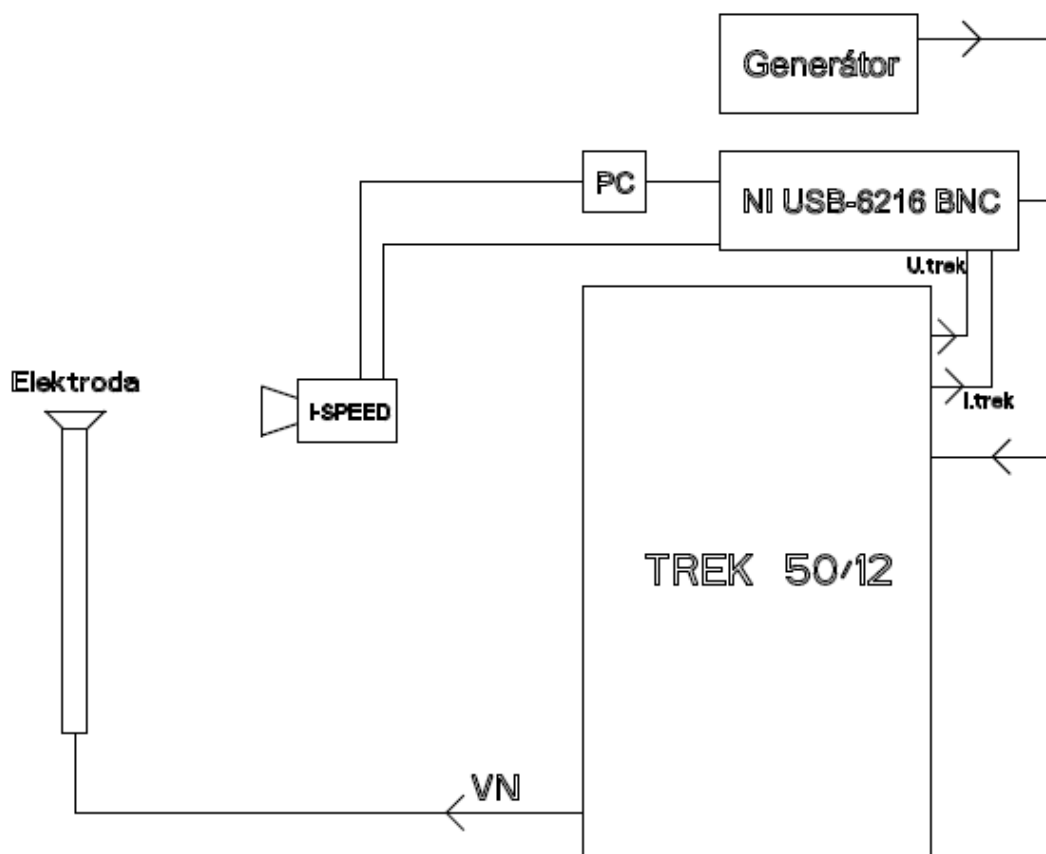
Na obrázku V.I je vyobrazen použitý výpočtový model. Úloha byla simulována jako rotačně symetrická, kde osou symetrie byla osa elektrody. Pro tělo elektrody (4) byl nastaven materiál ko o relativní permitivitě  $\varepsilon = 10^9$ , pro víko kádinky (7) byl zadán polyethylen  $\varepsilon = 2,16$ , pro kádinku (6) sklo  $\varepsilon = 7,6$  pro polymerní roztok na povrchu elektrody (8) a v kádince (5)  $\varepsilon = 20$  a pro okolní vzduch o  $\varepsilon = 1$ . Na tělo elektrody byla ve všech případech zavedena napěťová okrajová podmínka (9) o hodnotě 30 kV a elektrické tuhosti  $10^{10} \text{ AV}^{-1}$ . Na vnější hranici vzduchu (3) byla zadána hodnota 0 V a tuhost  $10^{10} \text{ AV}^{-1}$ .



Obrázek V.I Výpočtový model a) pohled na kompletní výpočtový model, sestava elektrody 1), vzduch 2), okrajová podmínka 3); b) detail modelu sestavy elektrody, elektroda 4), polymerní roztok v kádince 5), kádinka 6), víko kádinky 7), polymerní roztok na povrchu elektrody 8), okrajová podmínka na elektrodě 9)

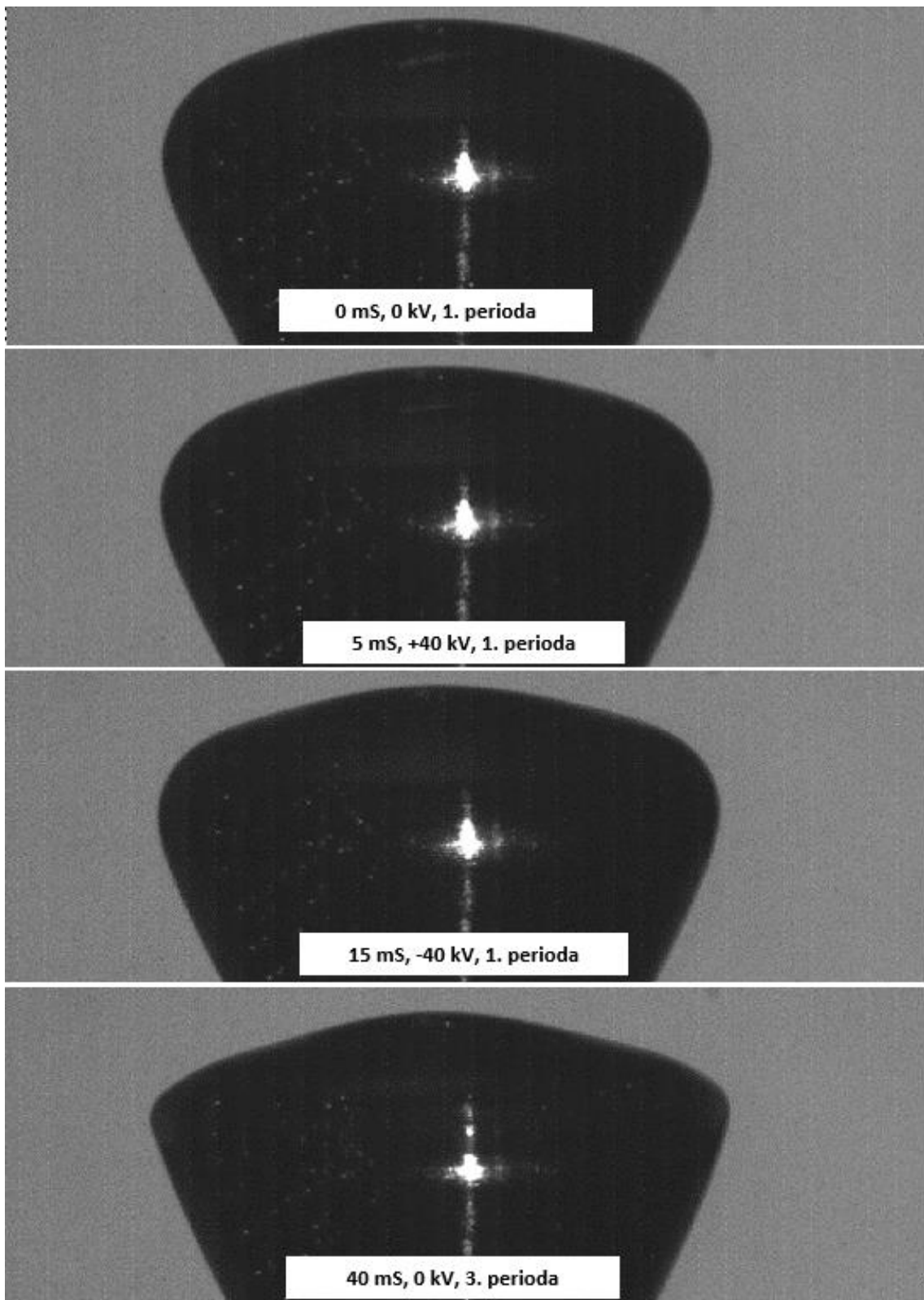
## Příloha 6 - Snímky pořízené vysokorychlostní kamerou

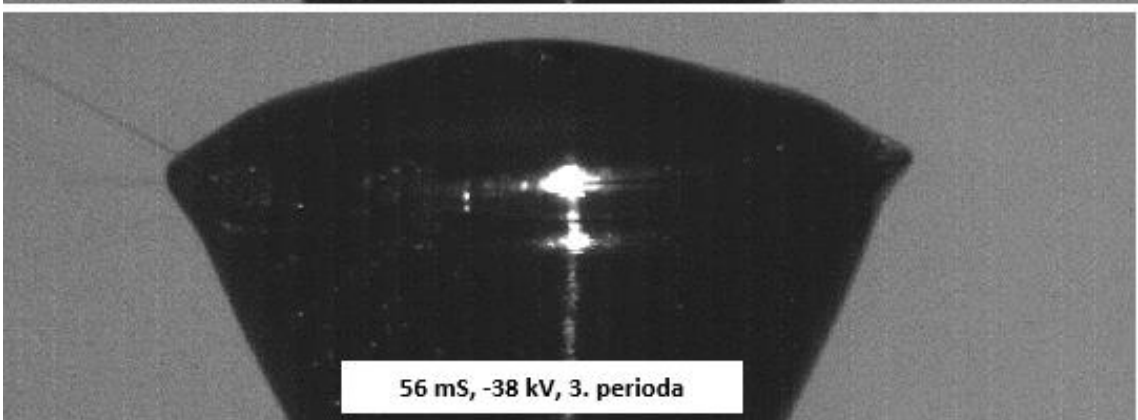
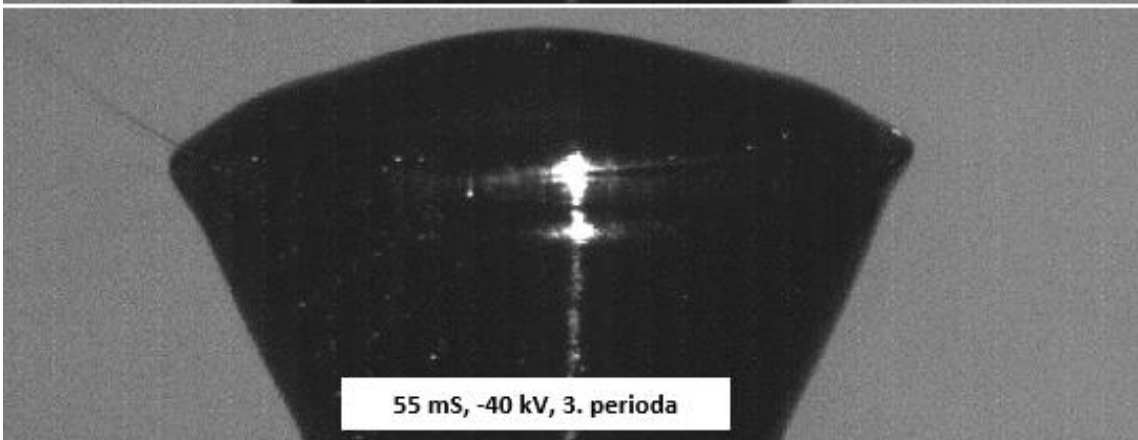
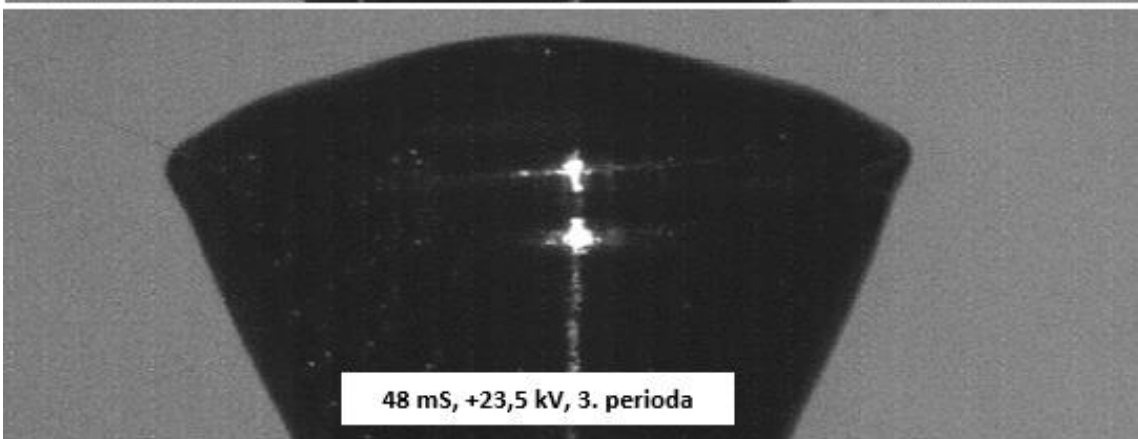
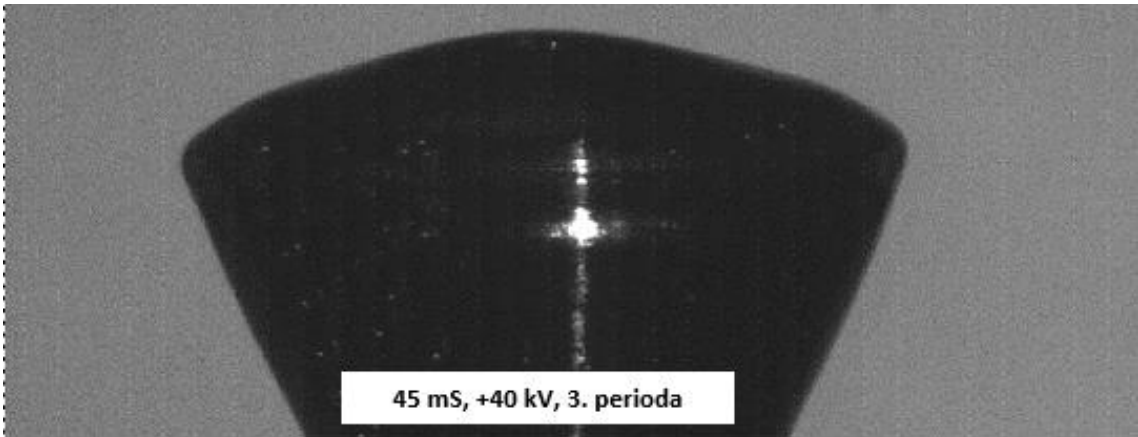
K záznamu obrazu byla použita vysokorychlostní kamera iXCameras i-SPEED 720, Mono. Ta při rychlosti snímání 10 000 fps dokáže zaznamenat obraz v rozlišení až 1456 x 1086 pixelů. Na kameře byl připevněn objektiv Tamron AF Aspherical XR Di LD IF 28-300mm. Na objektivu byla nastavena ohnisková vzdálenost 300 mm a clona f/3.5. Pro dosažení většího přiblížení byly navíc pod objektiv přidány prodlužovací kroužky o celkové délce 68 mm. Snímaná elektroda byla umístěna ve vzdálenosti 75cm od čipu kamery. Scéna byla nasvětlena pomocí dvou vysoce intenzivních světel Olympus ILP-1 a Olympus ILP-2 ve formě odrazu od matného bílého pozadí. K záznamu signálu z TREKu byla použita měřicí ústředna National Instruments NI USB-6216 BNC, která byla synchronizována s videem.

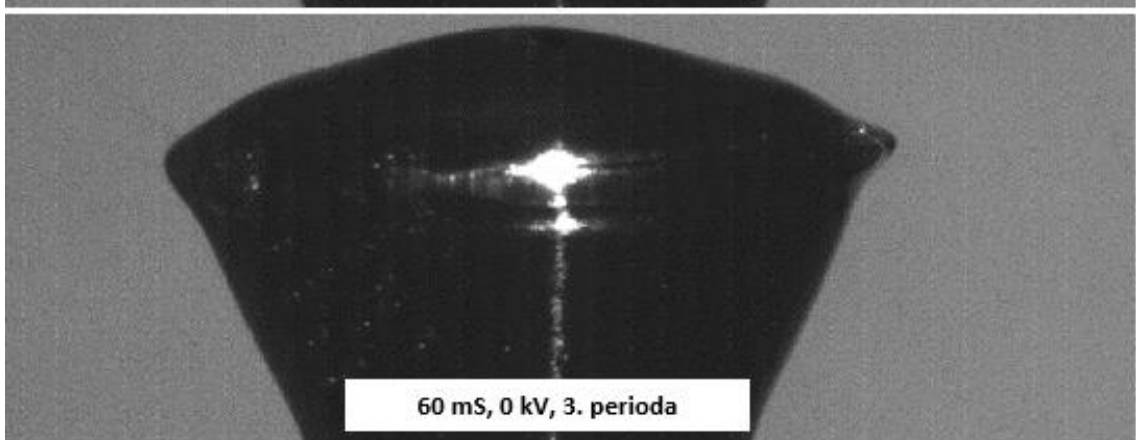
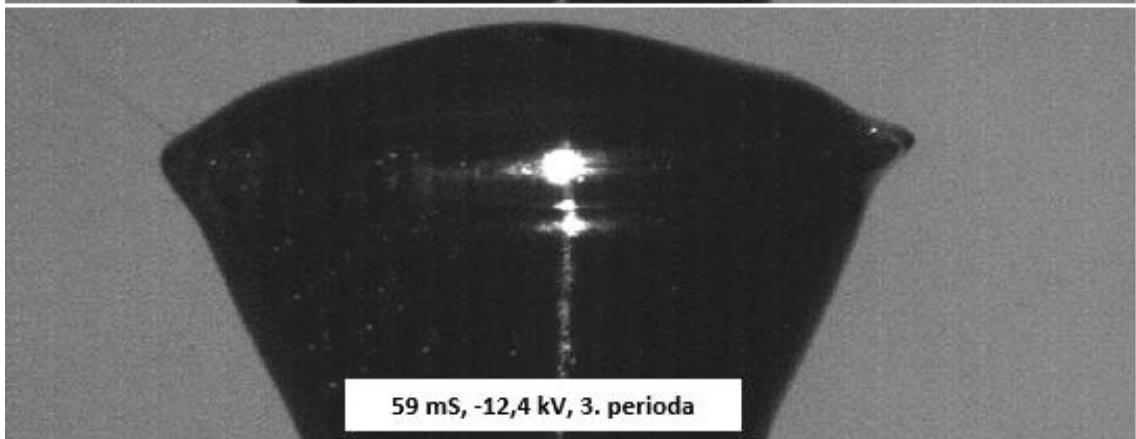
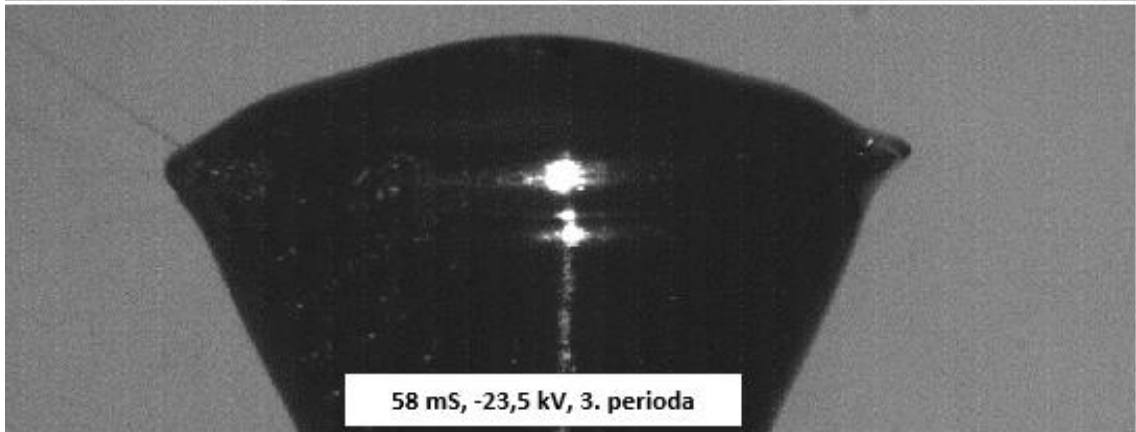
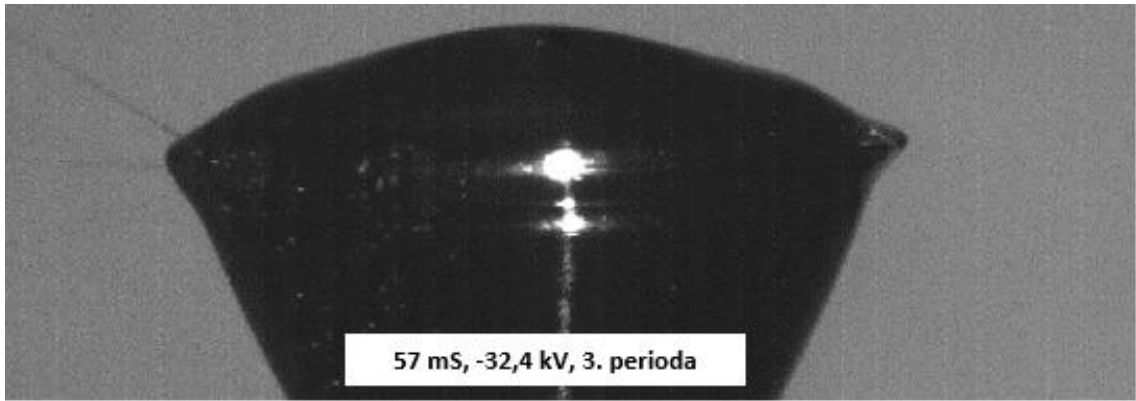


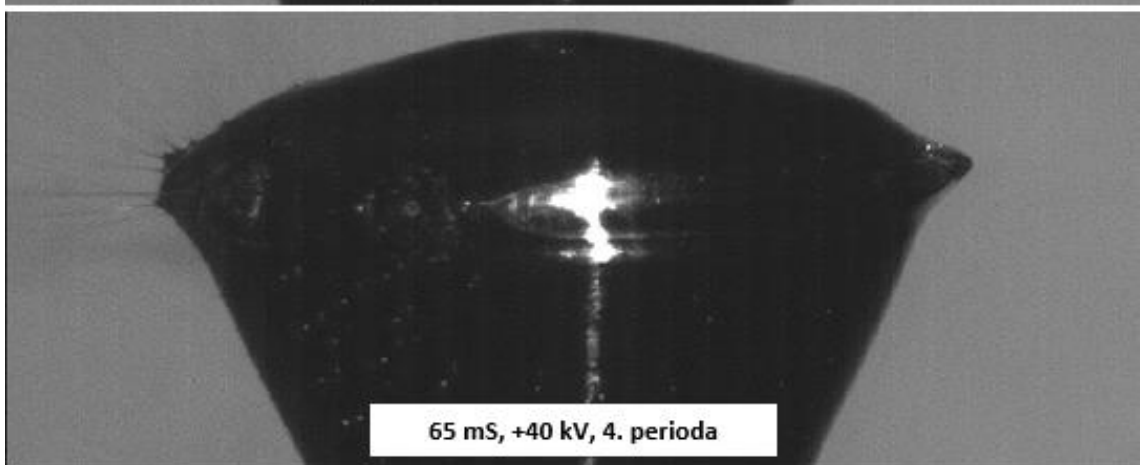
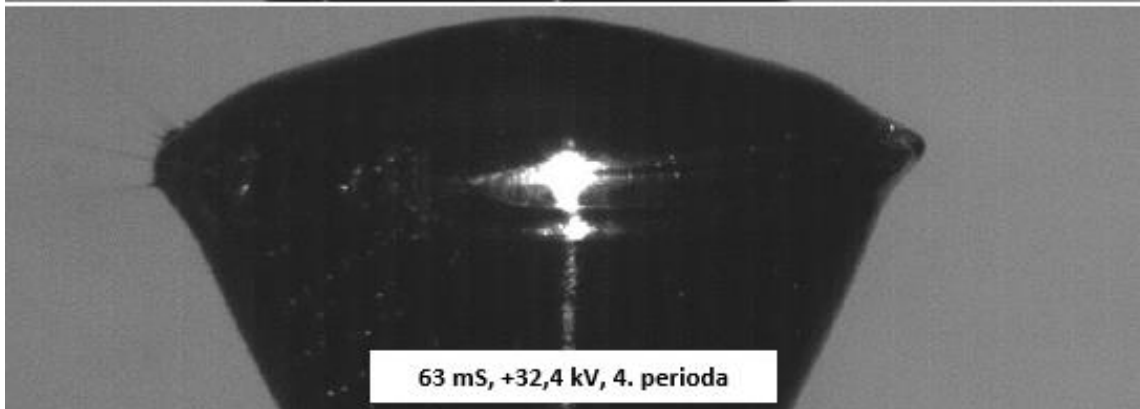
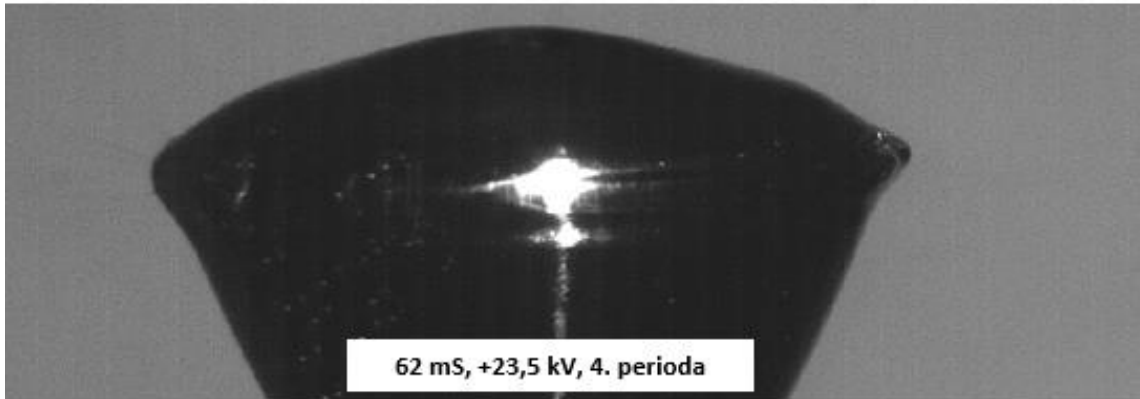
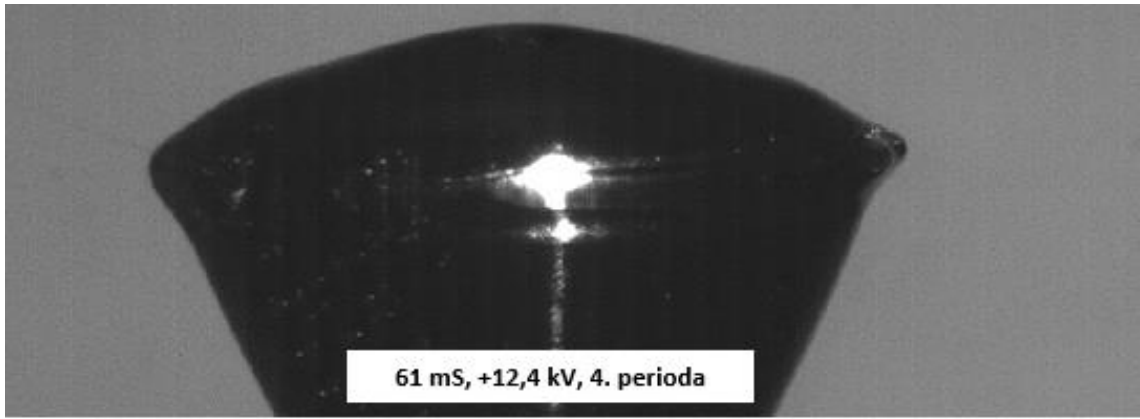
Obrázek VI.I schéma měřicí soustavy

Příloha 6.1 Sekvence průběhu zvlákňování od pro průběh napětí sinus

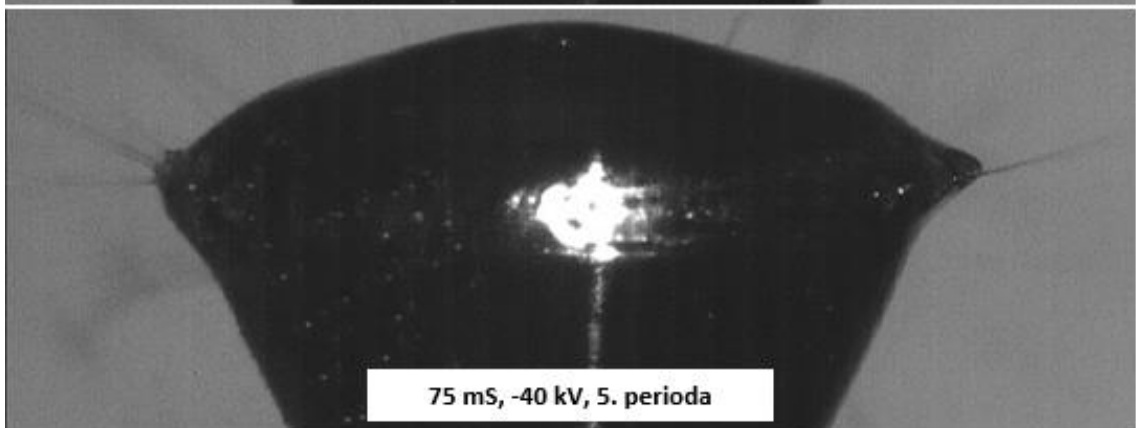
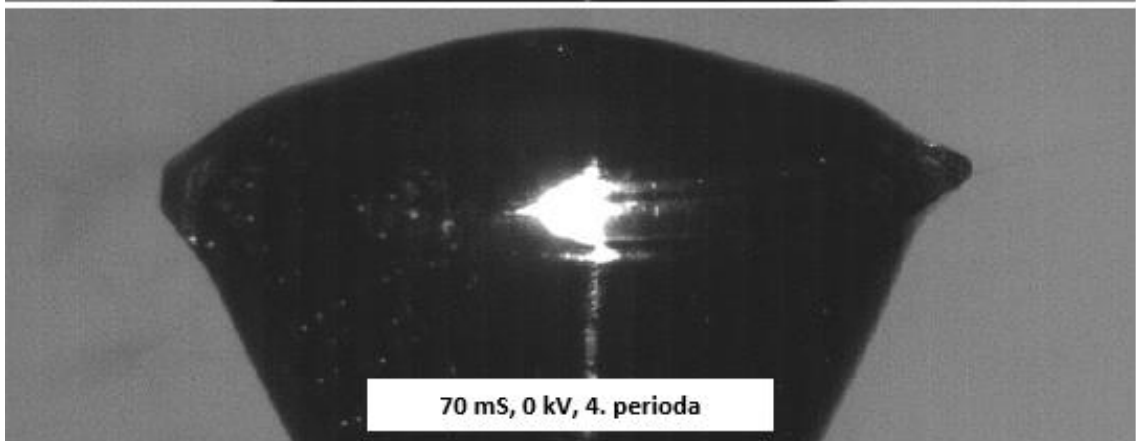
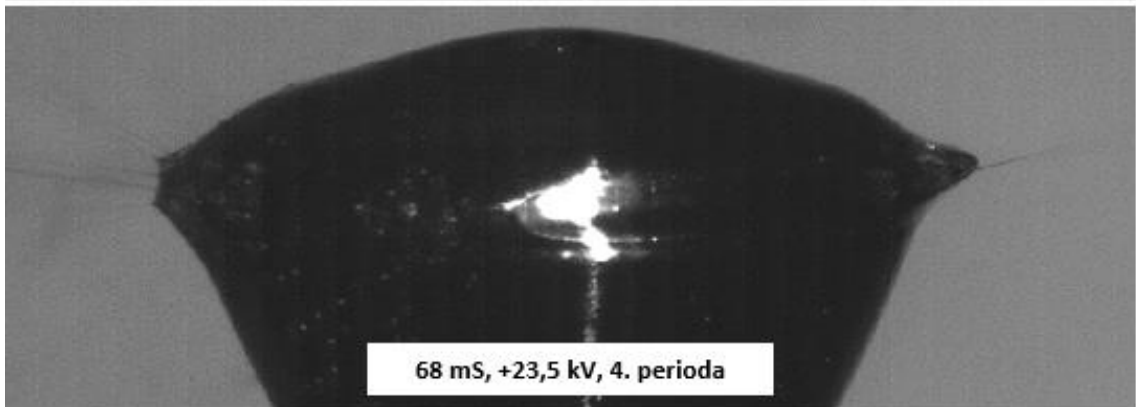
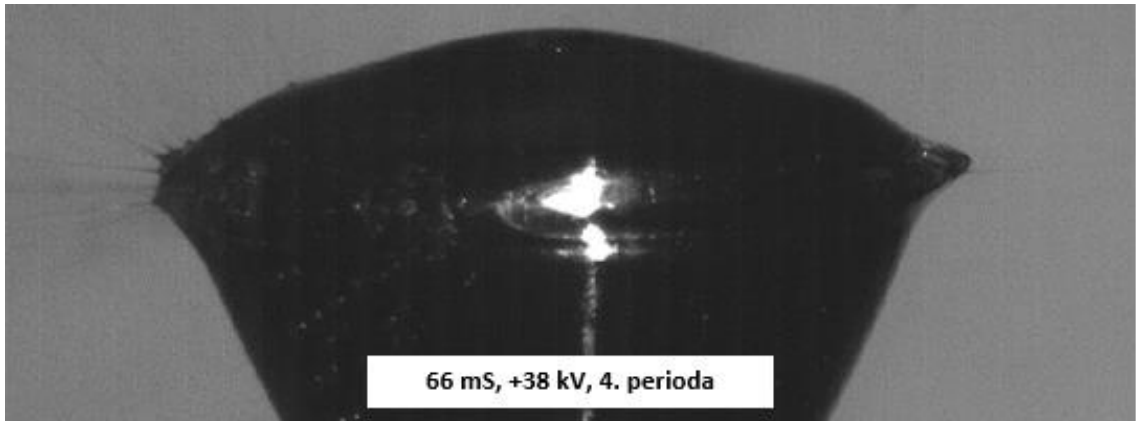


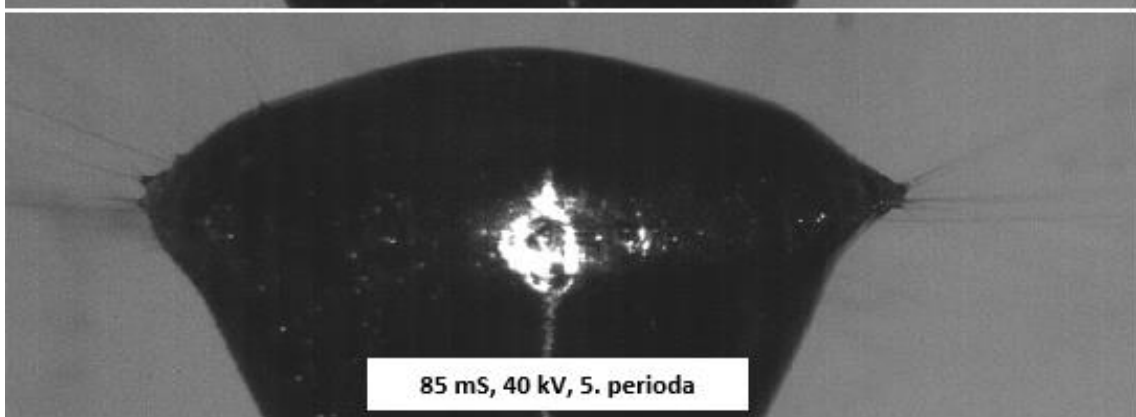
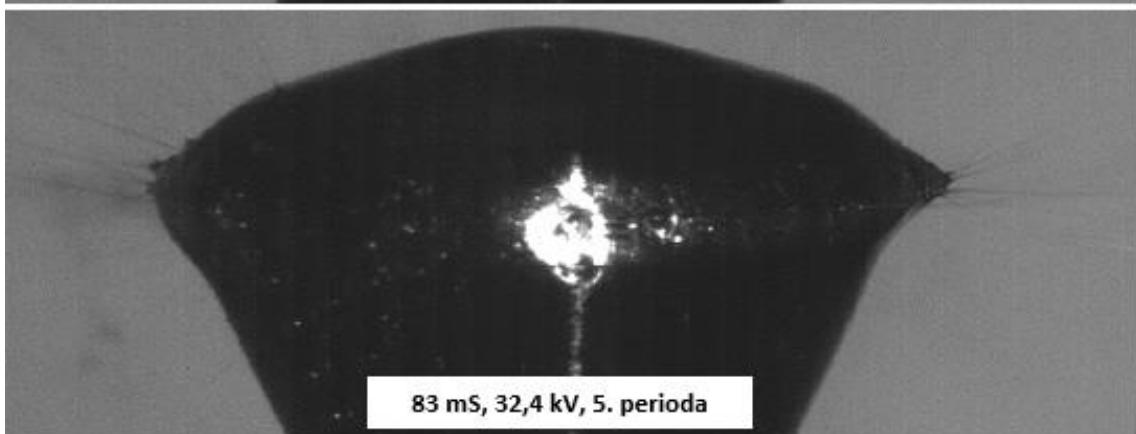
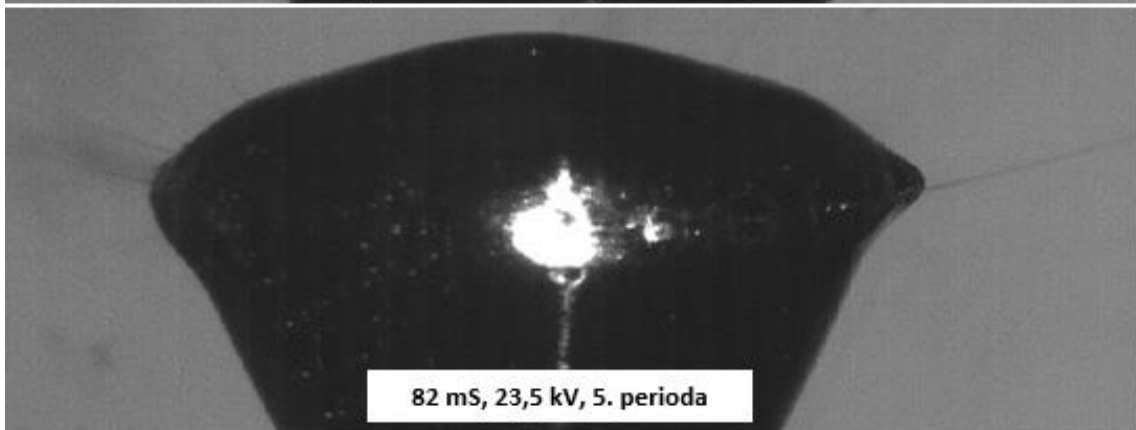
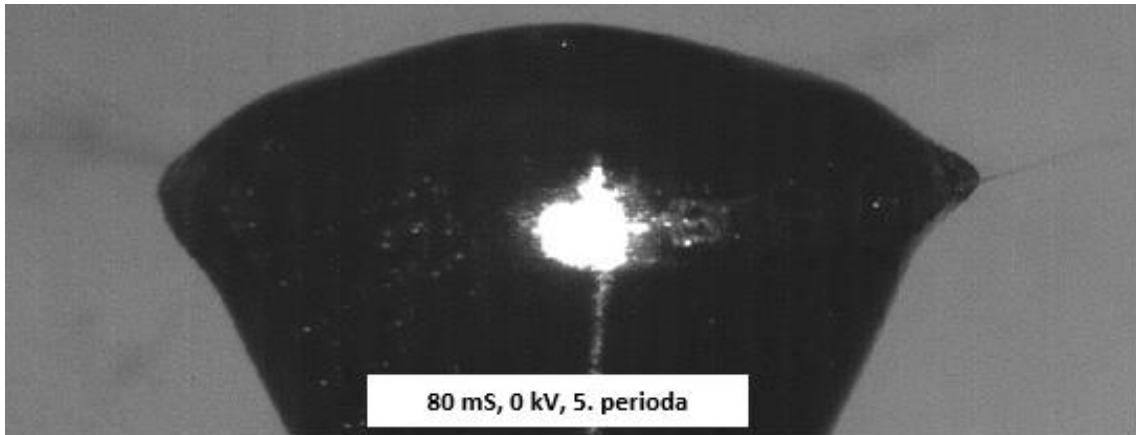


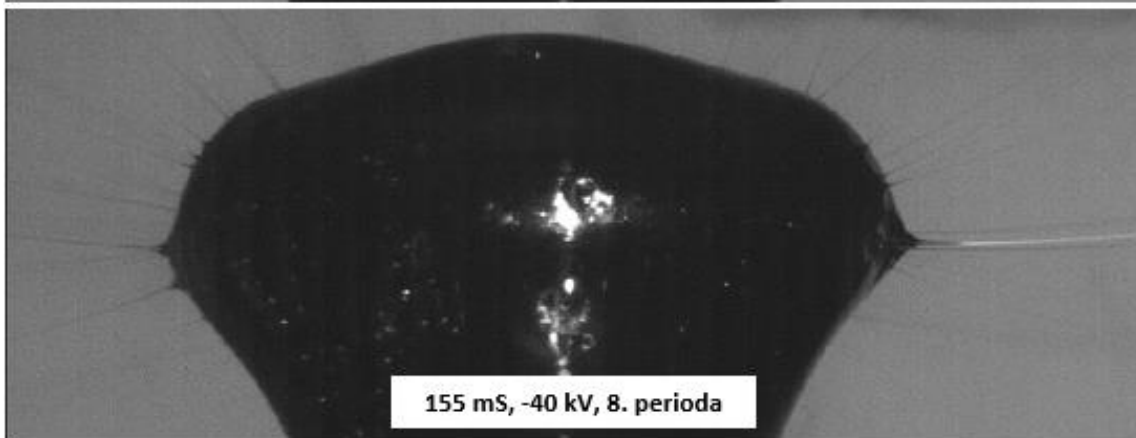
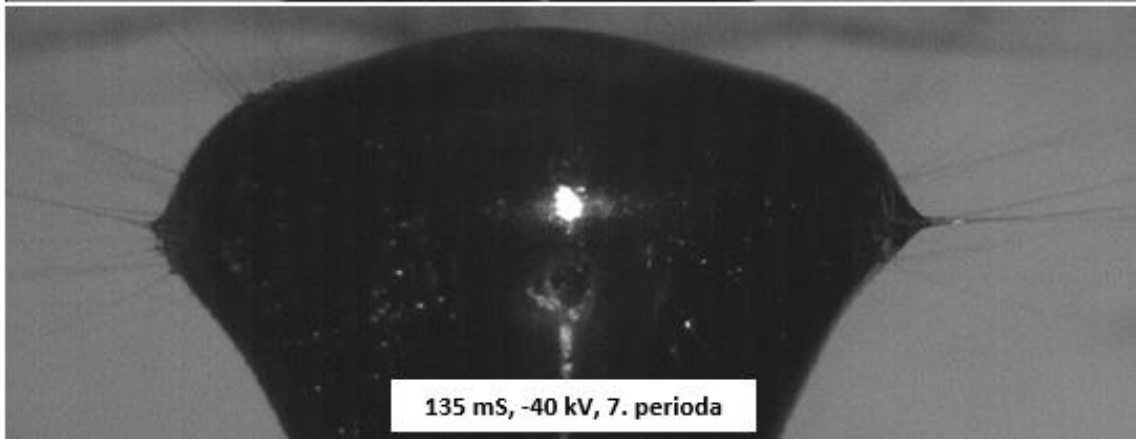
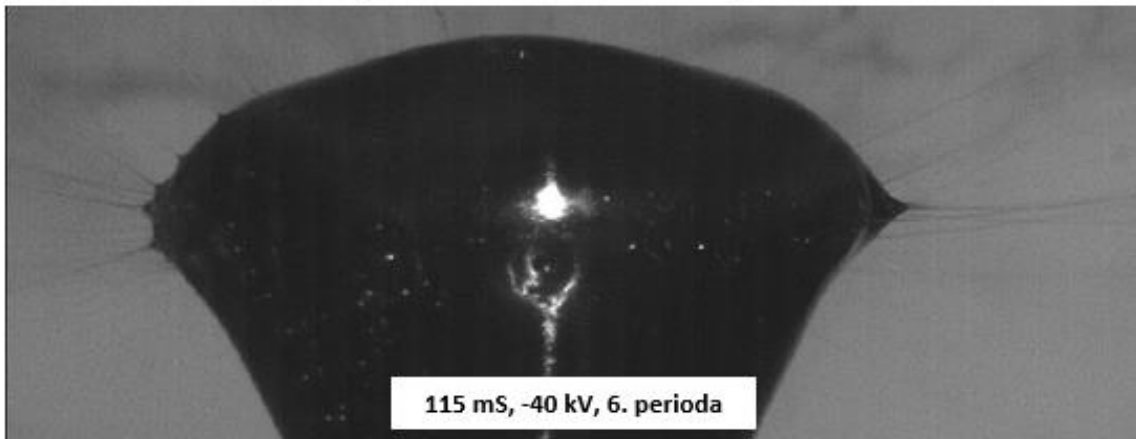
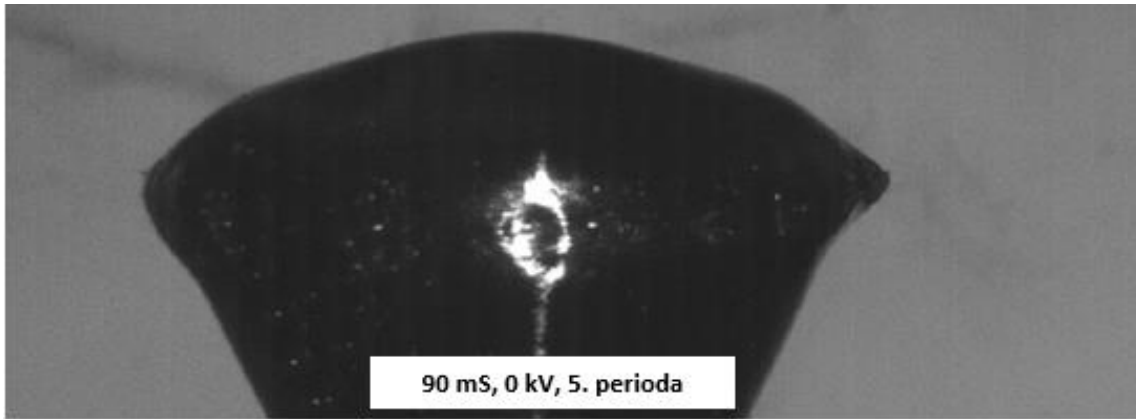


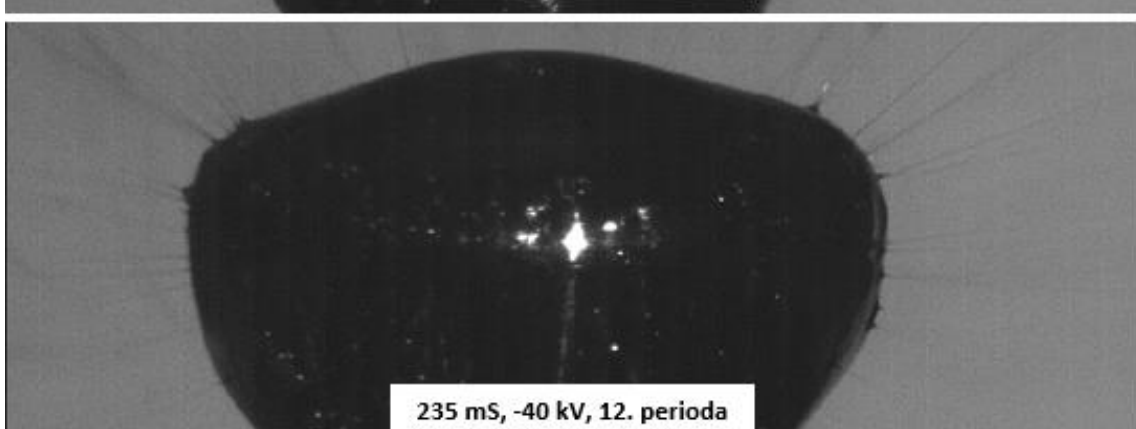
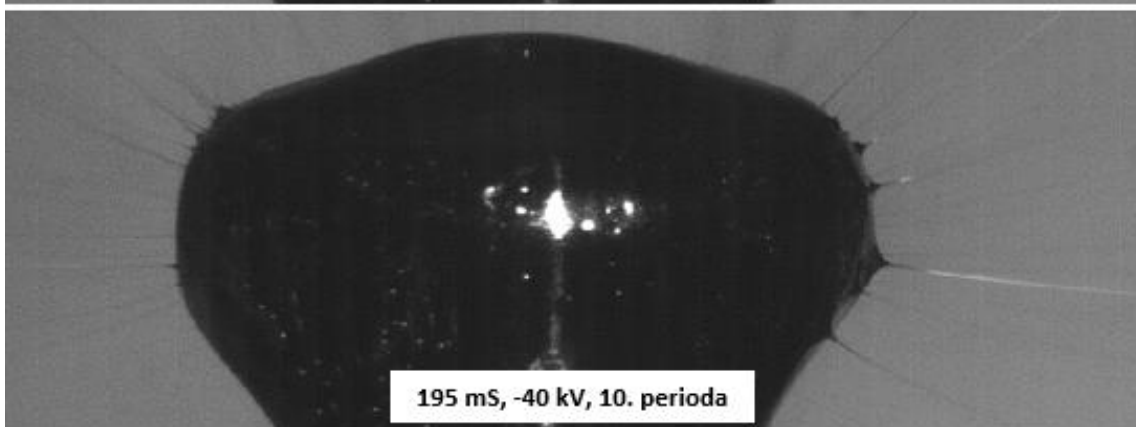
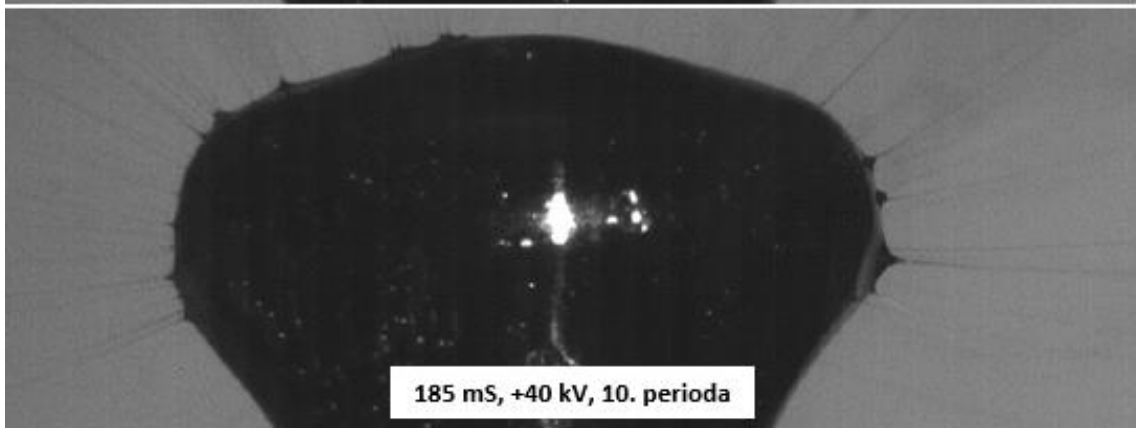
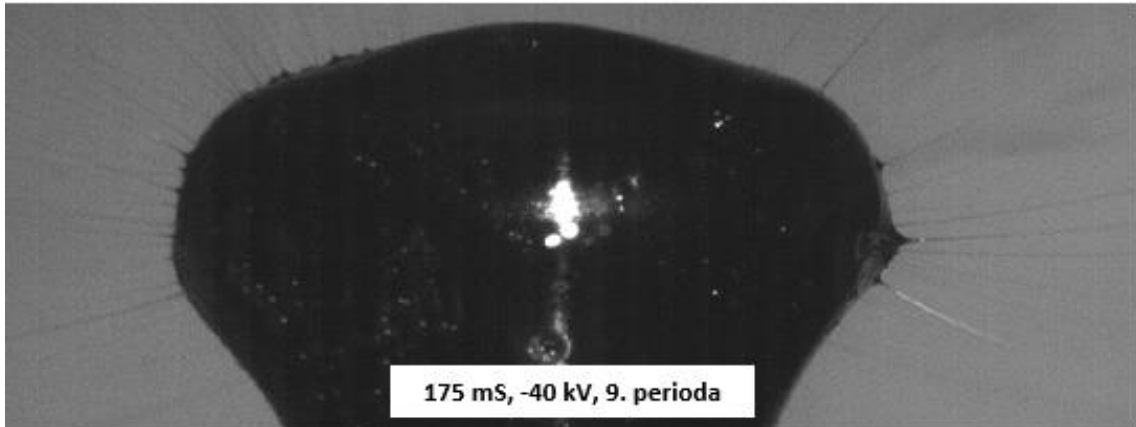


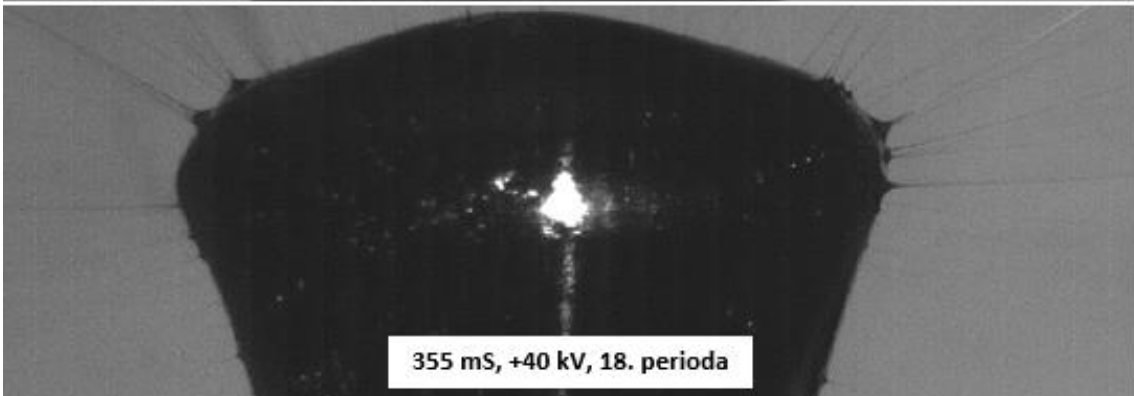
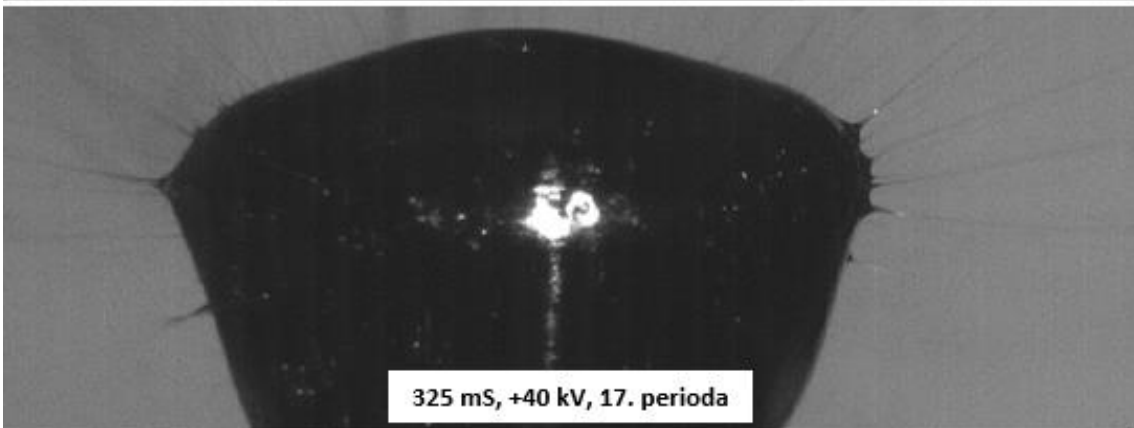
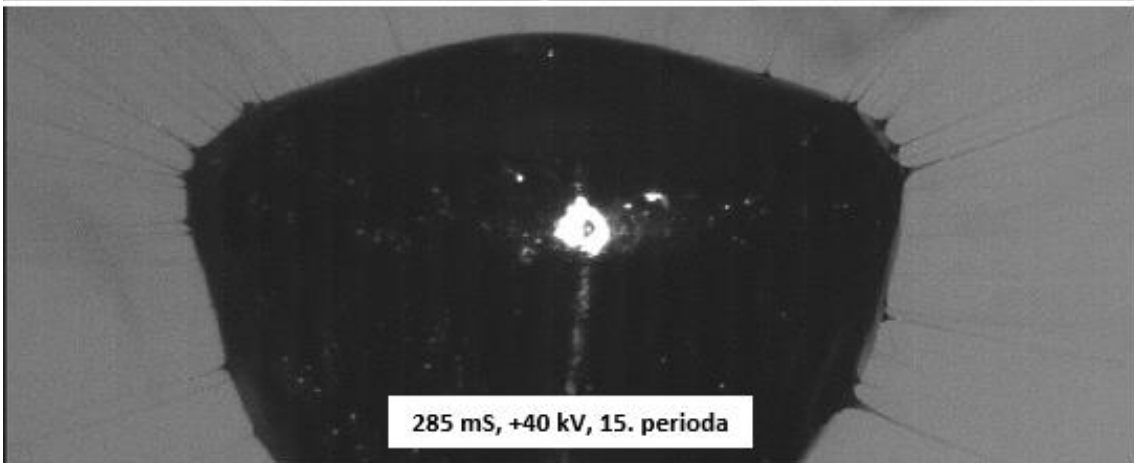
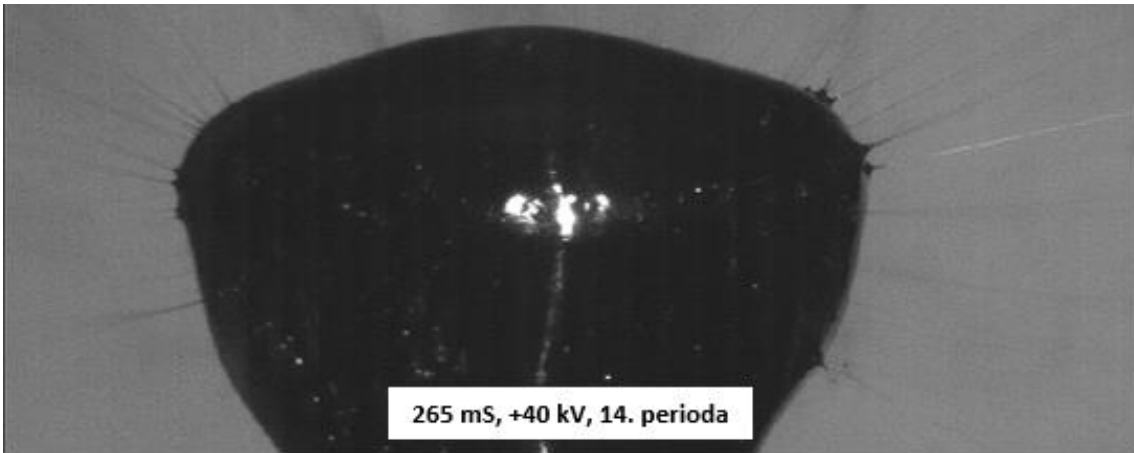


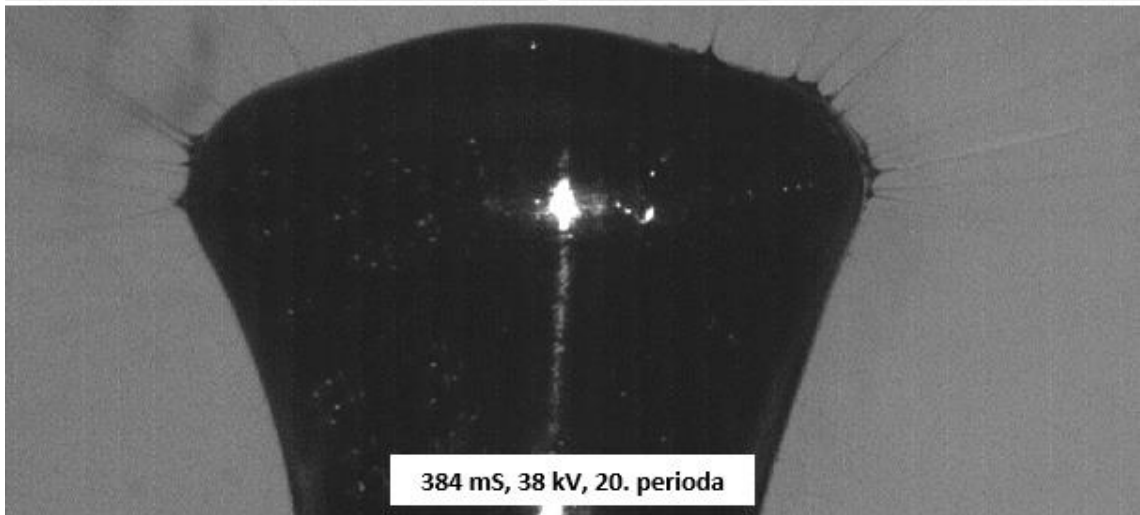
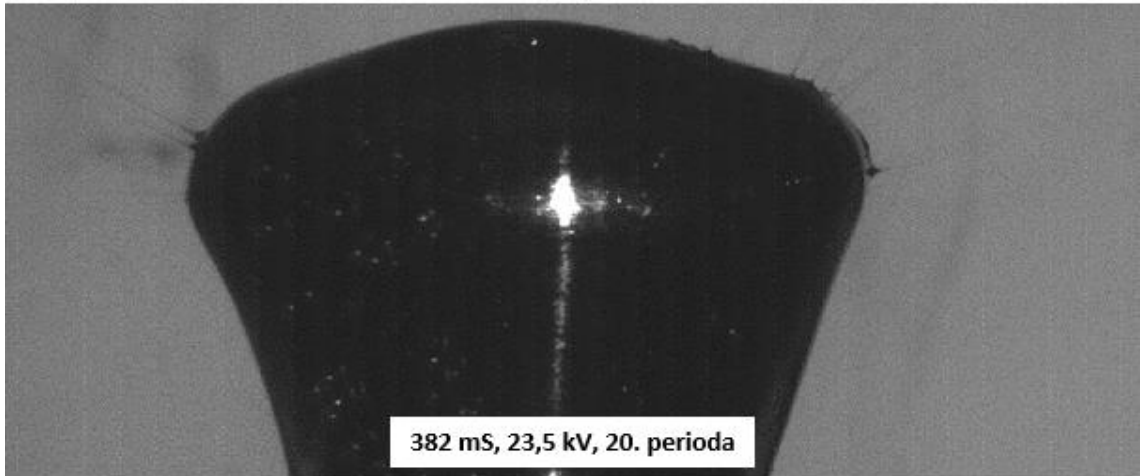
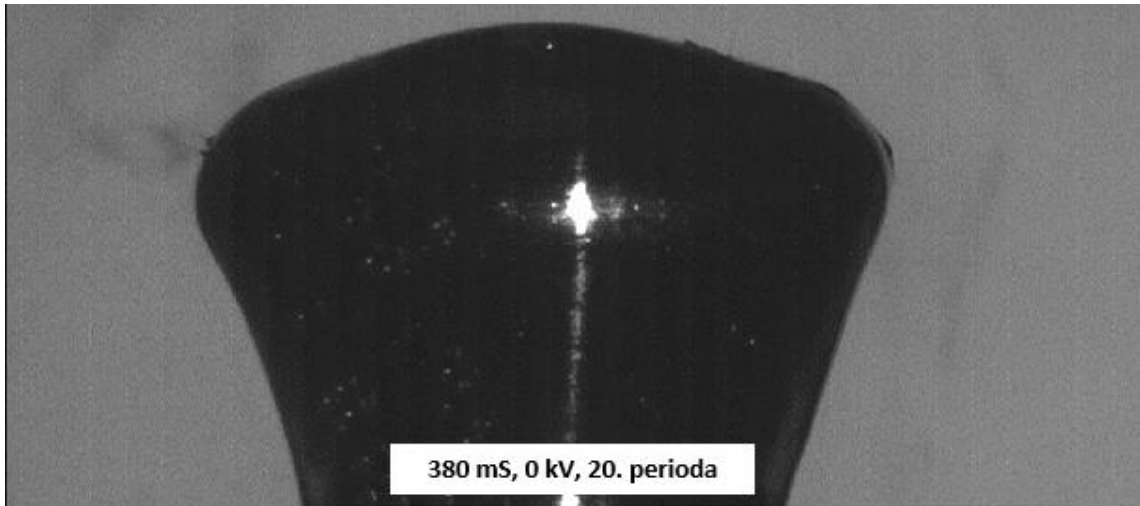


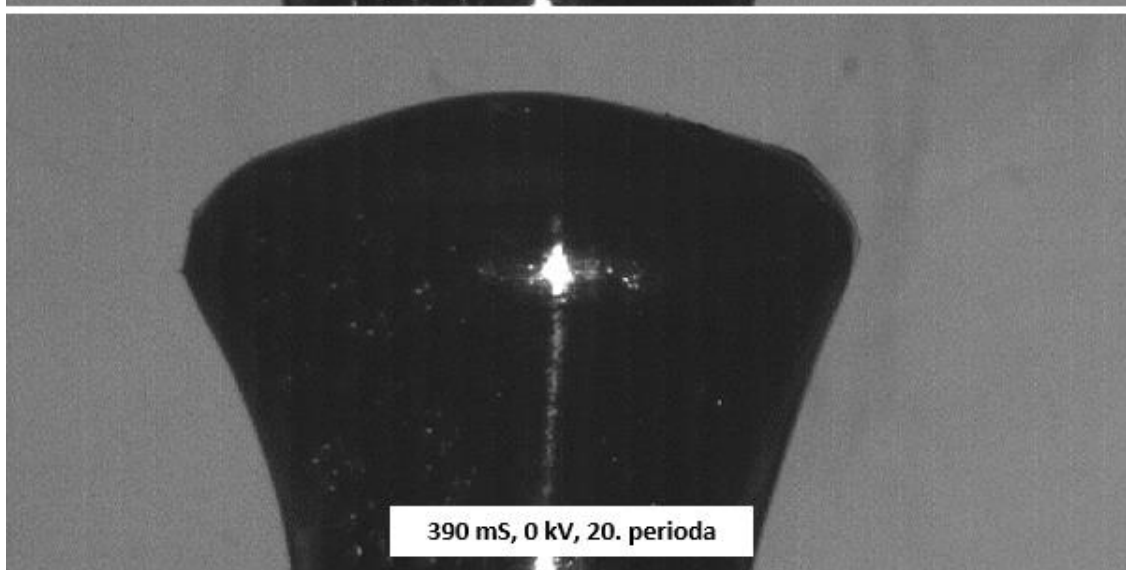
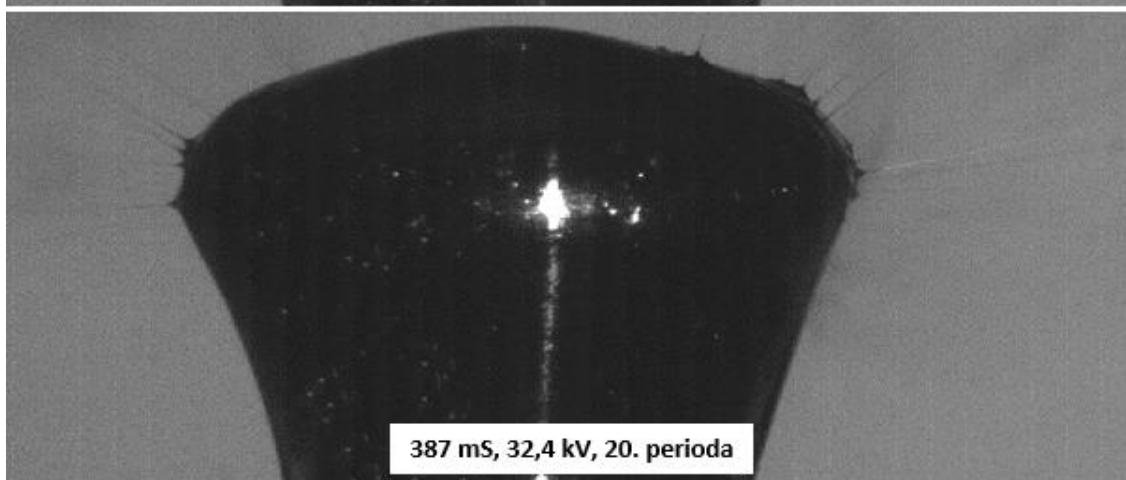
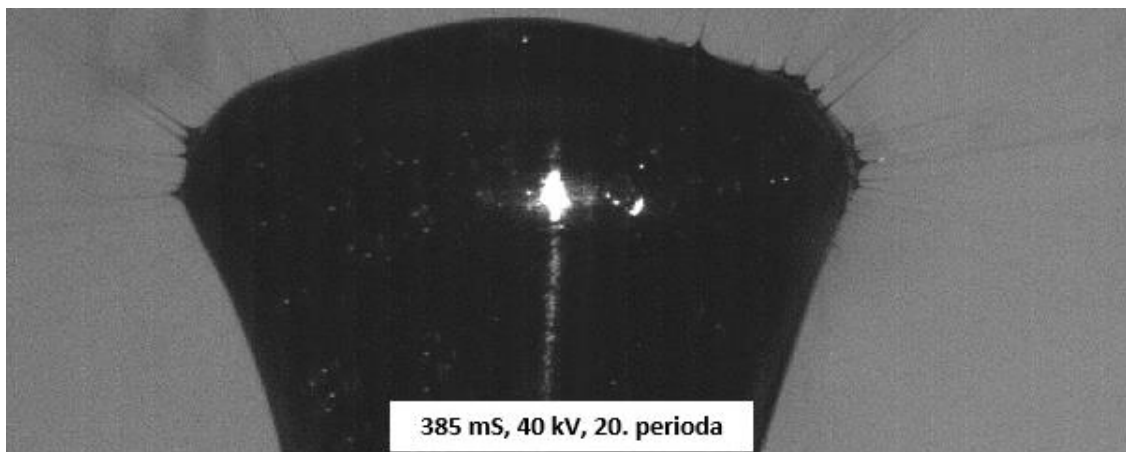






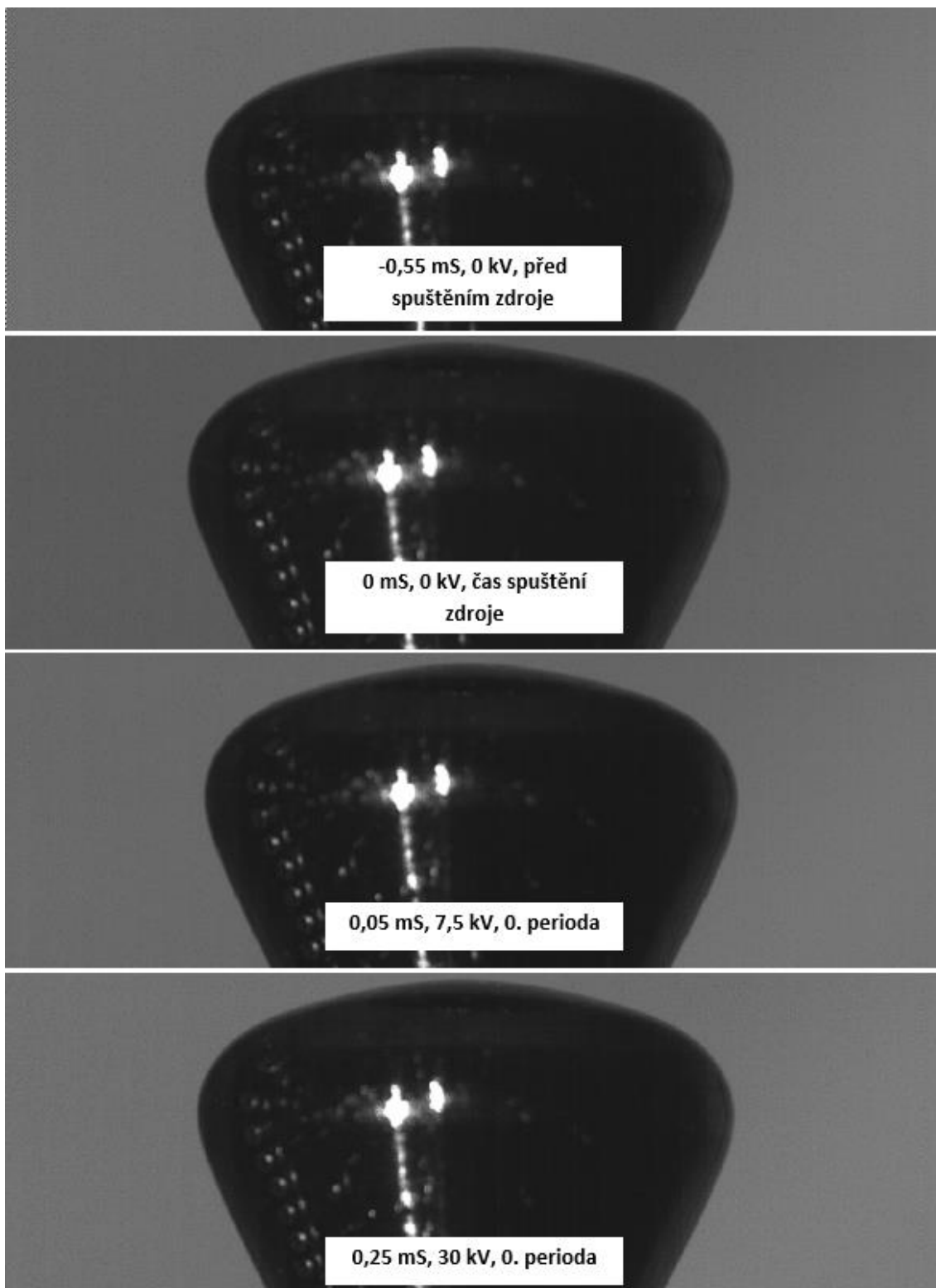




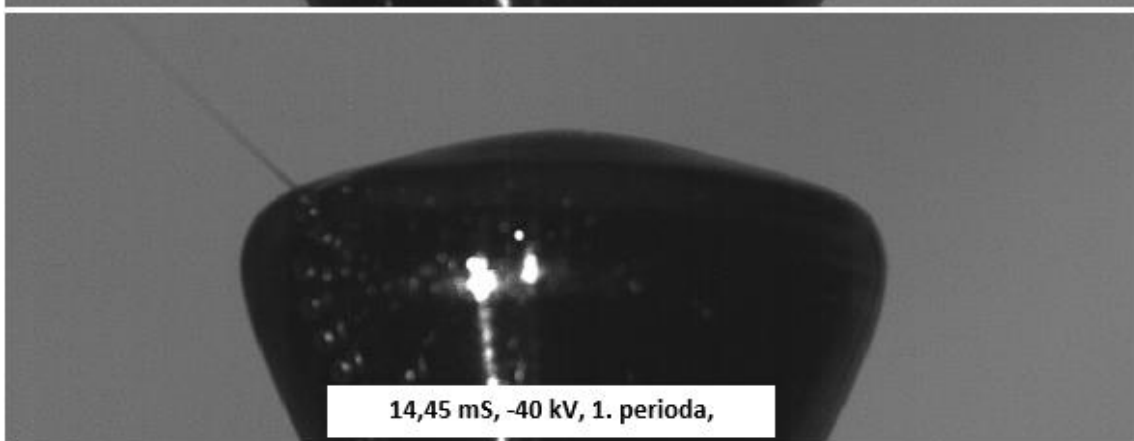
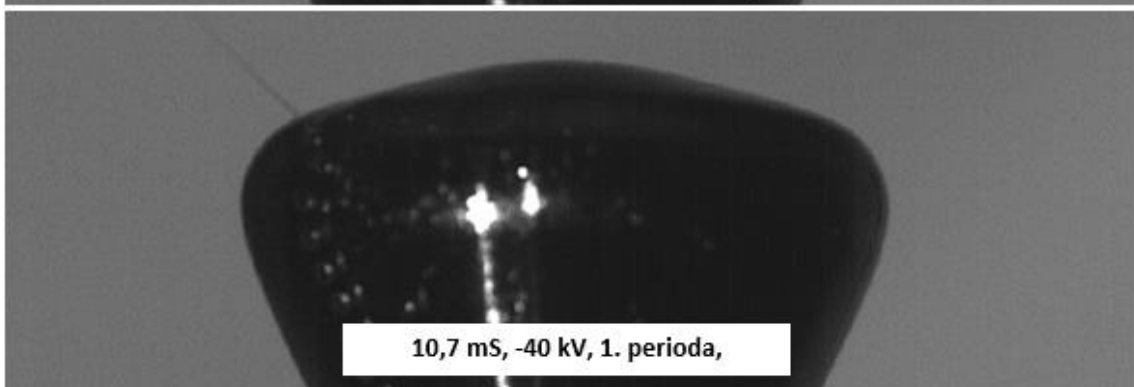
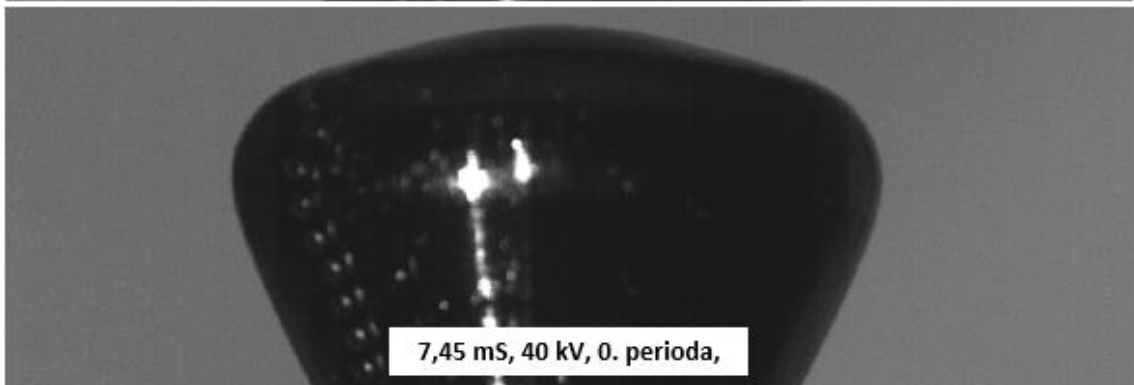
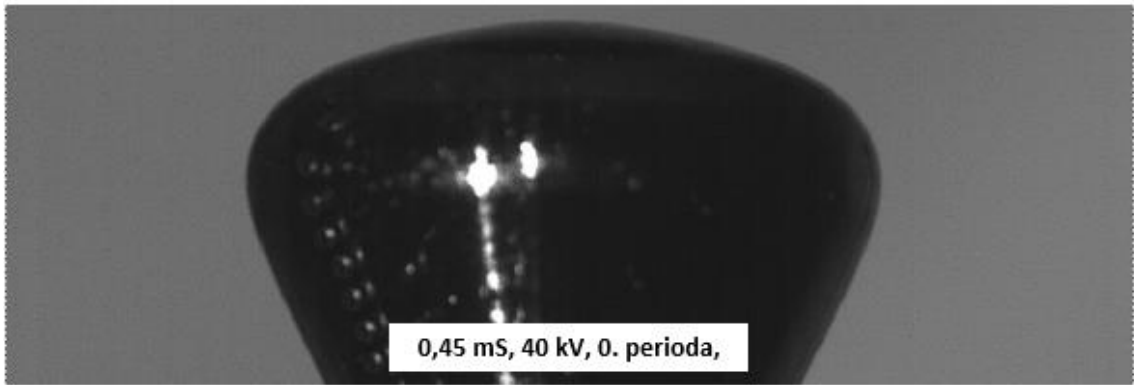


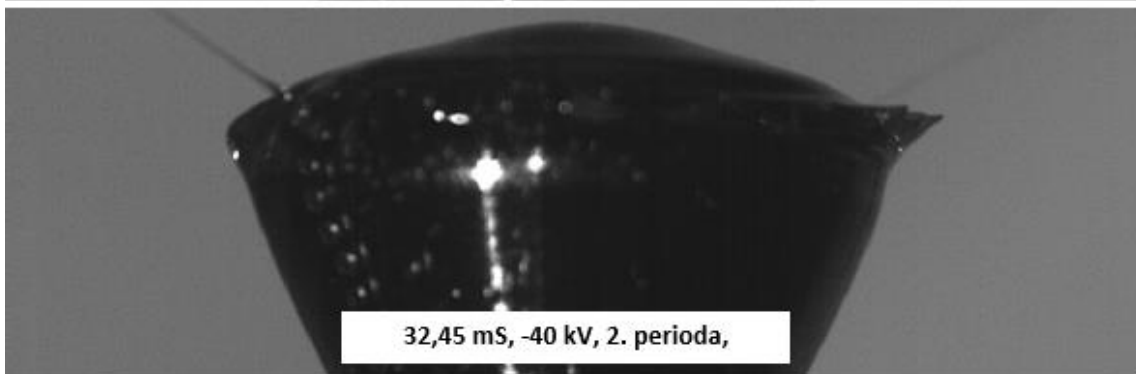
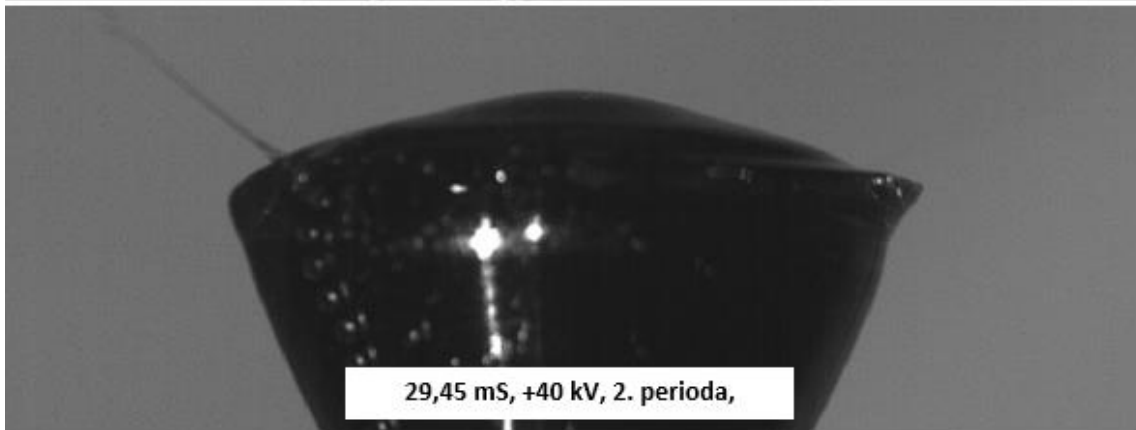
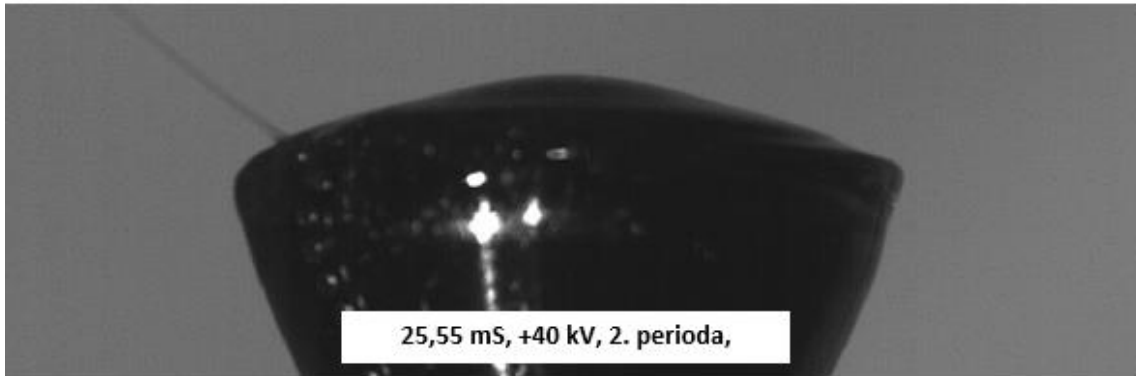
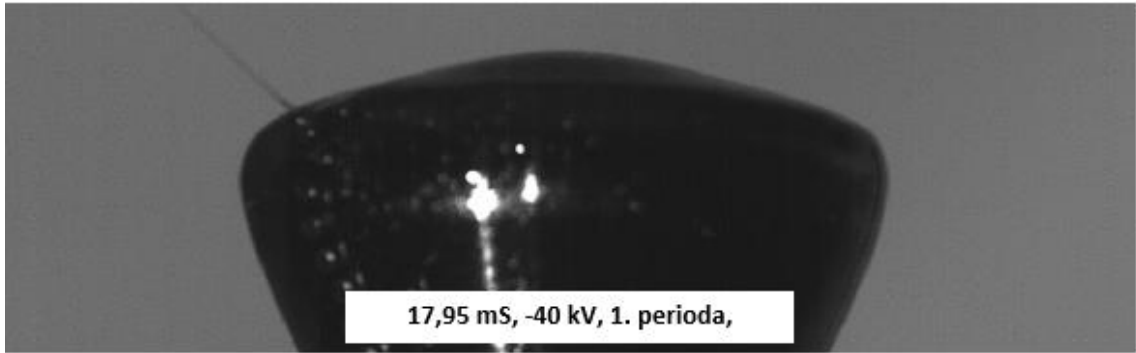
Obrázek VI.I záznam tvorby kuželů pro průběh sinus průběh

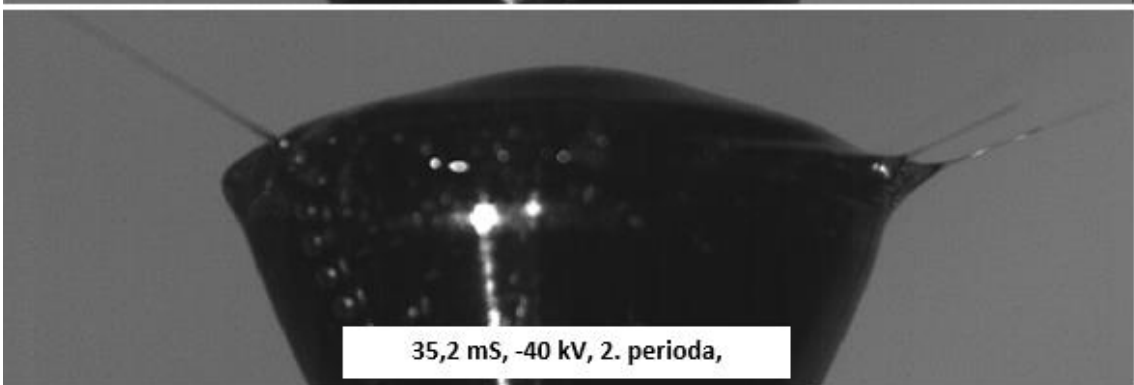
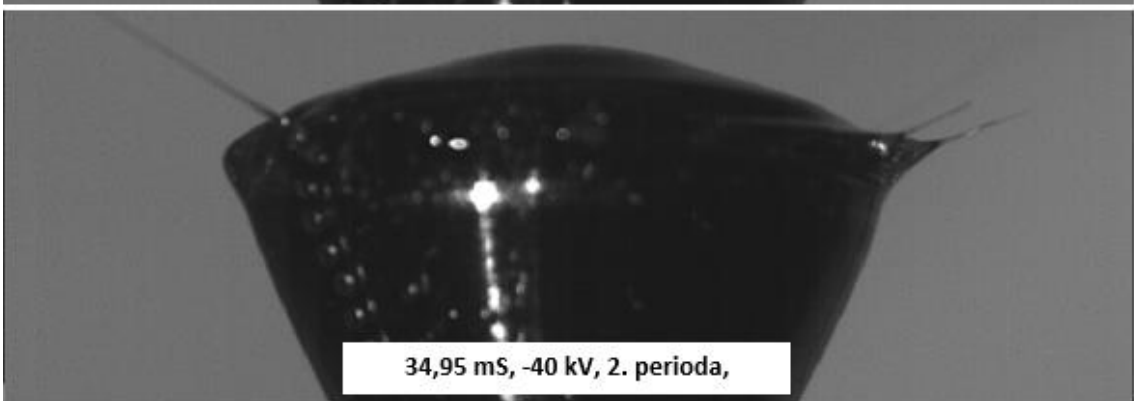
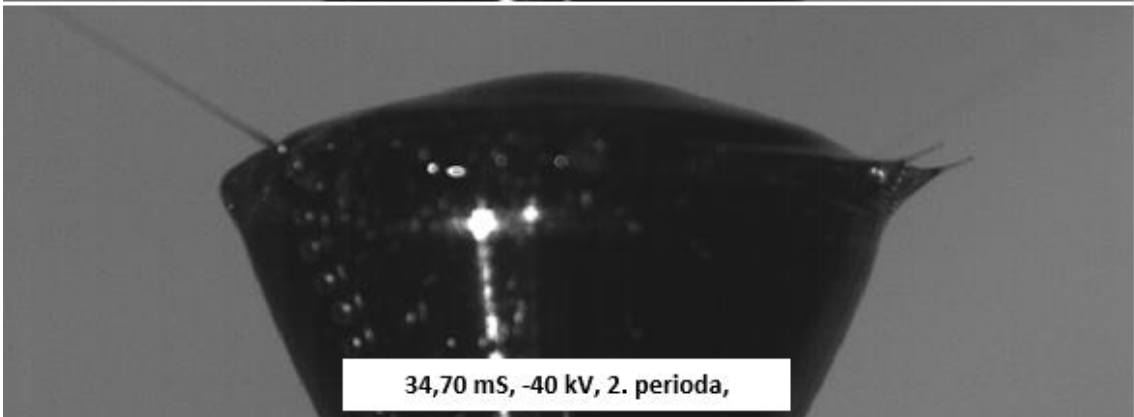
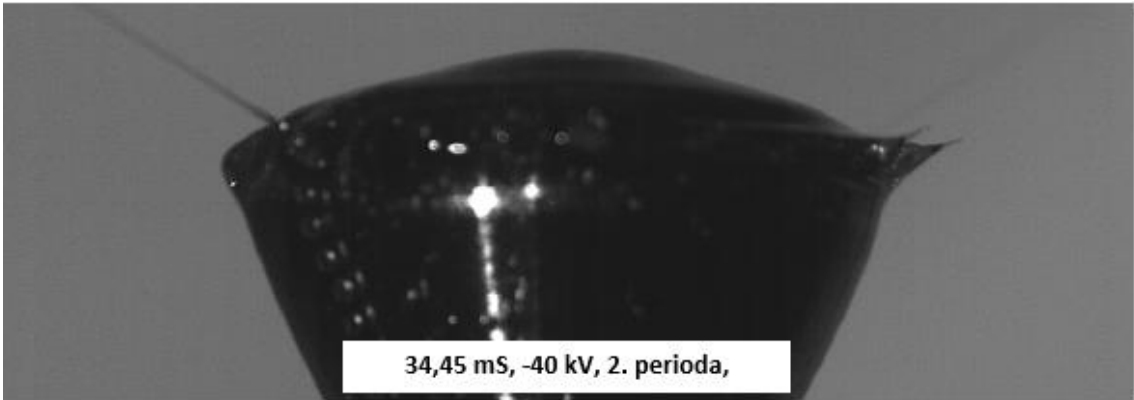
## Příloha 6.2 Sekvence průběhu zvlákňování od pro průběh napětí obdélník

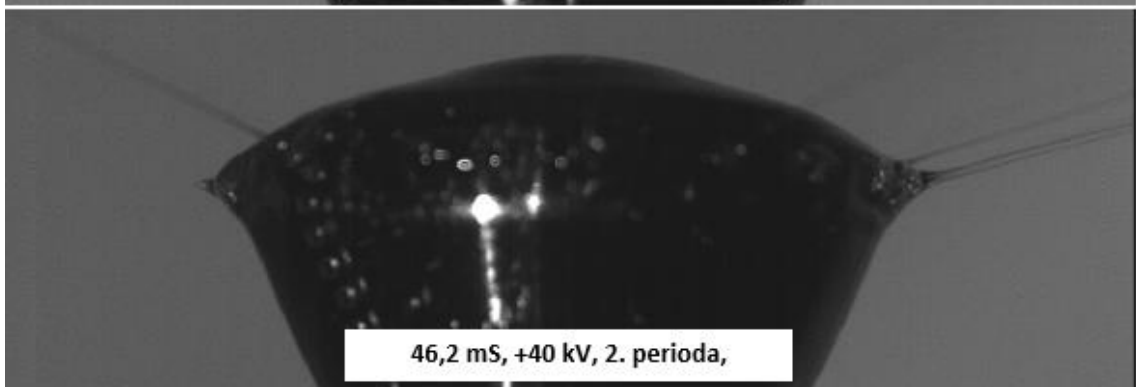
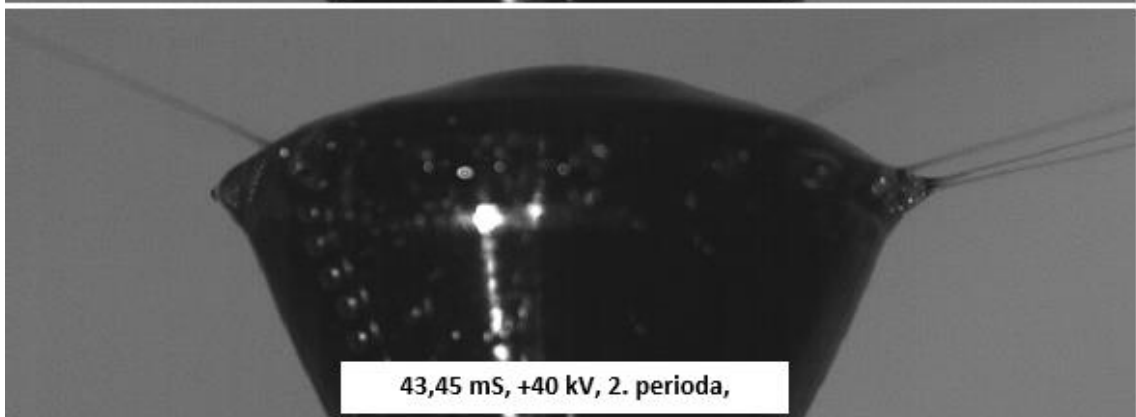
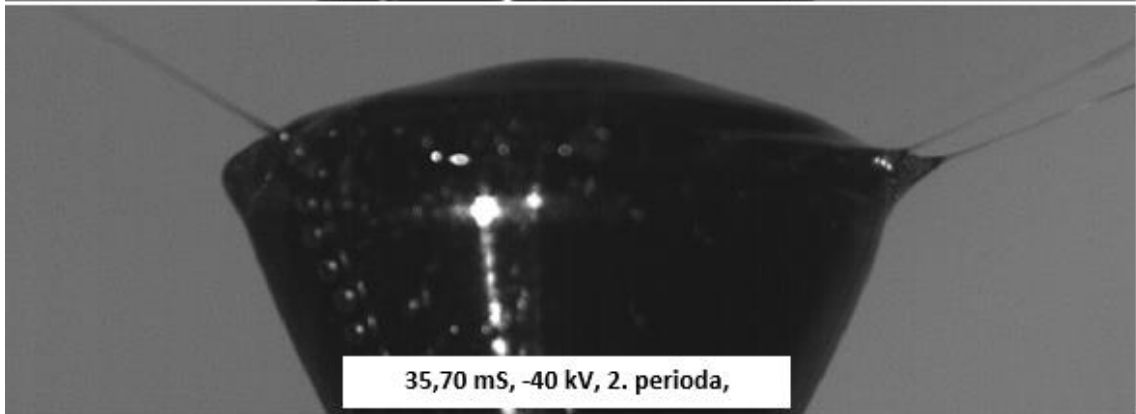
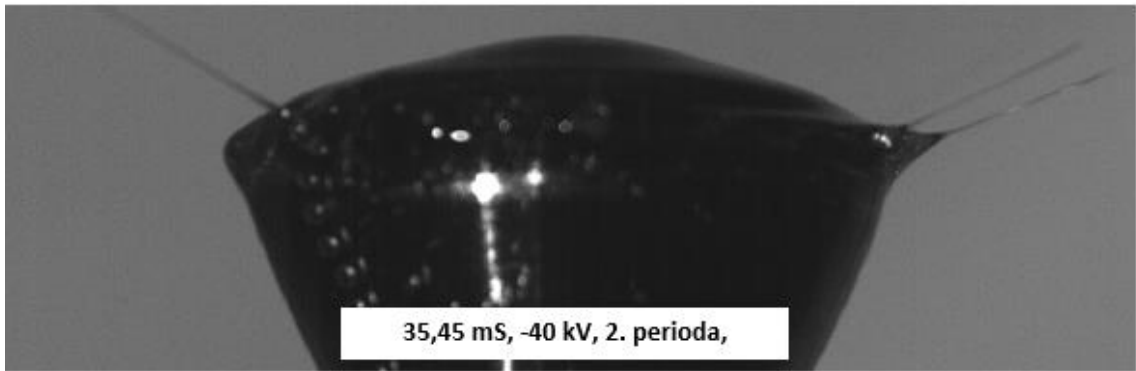


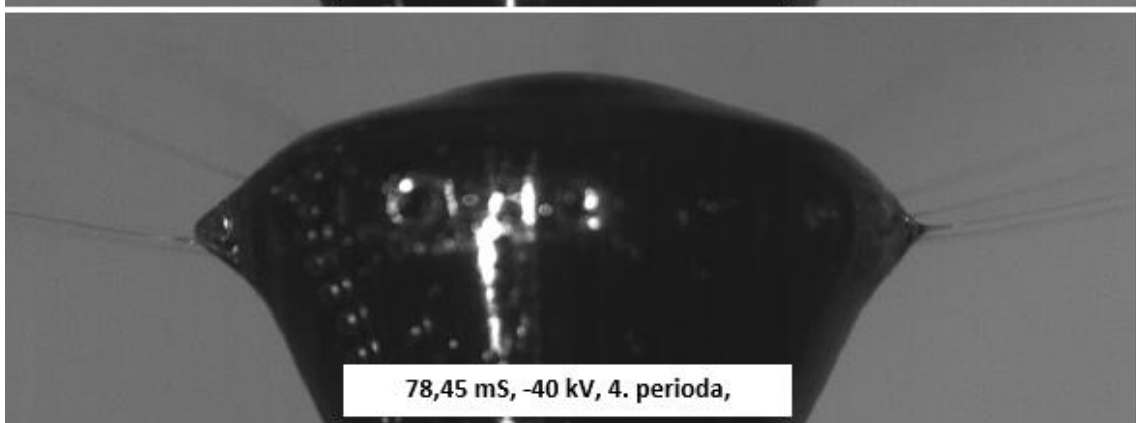
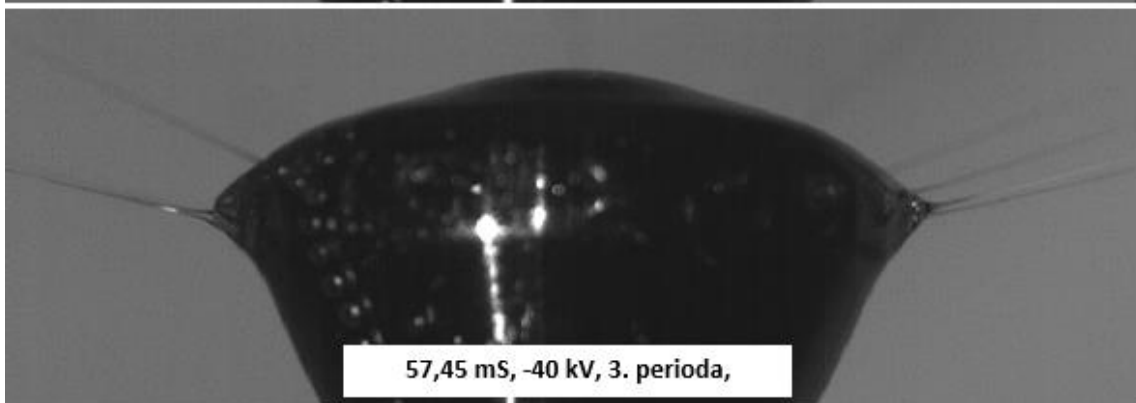
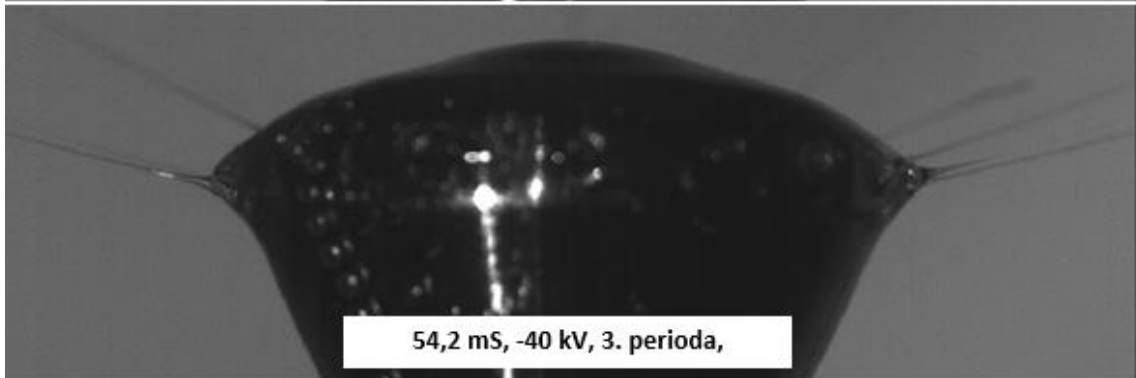
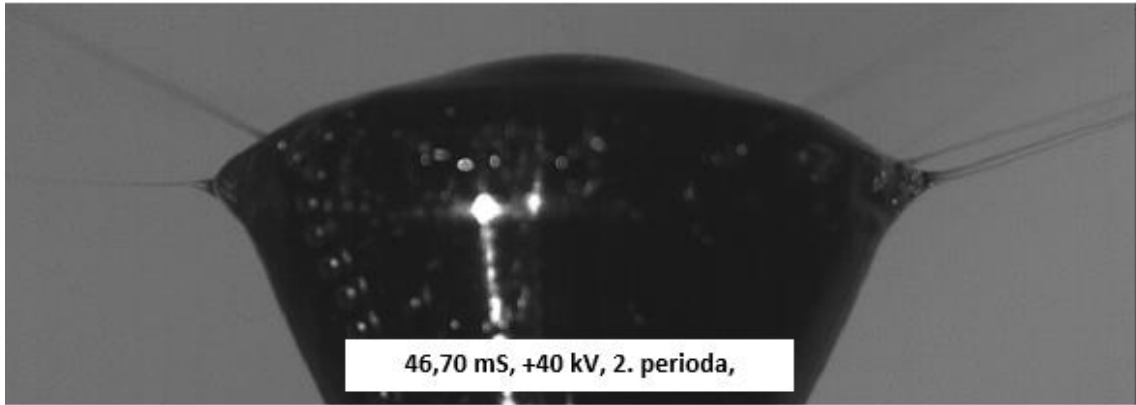


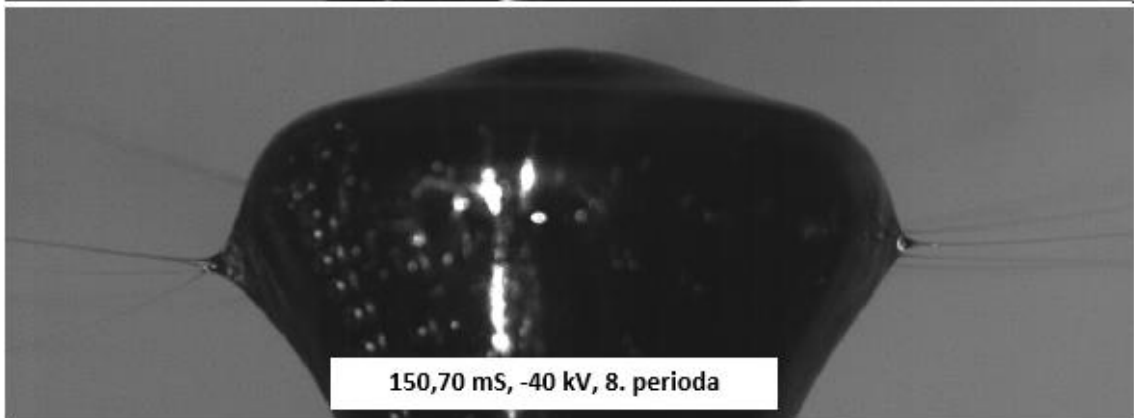
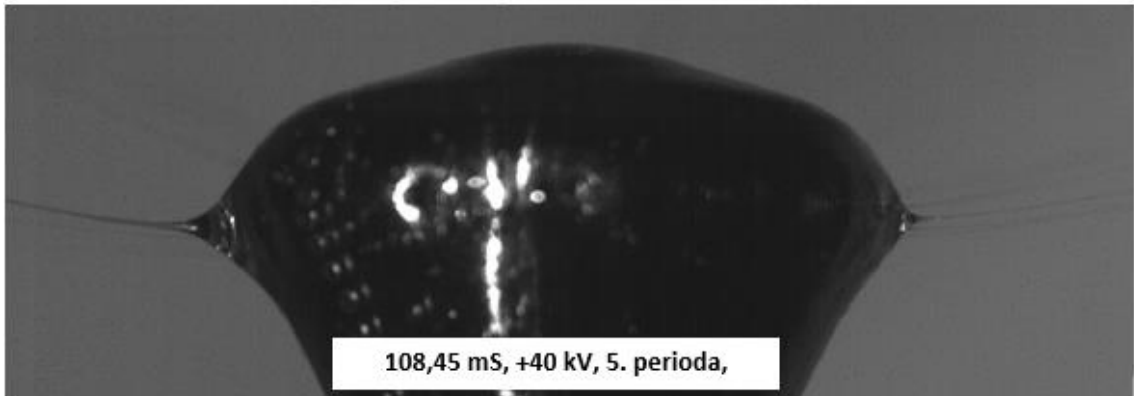
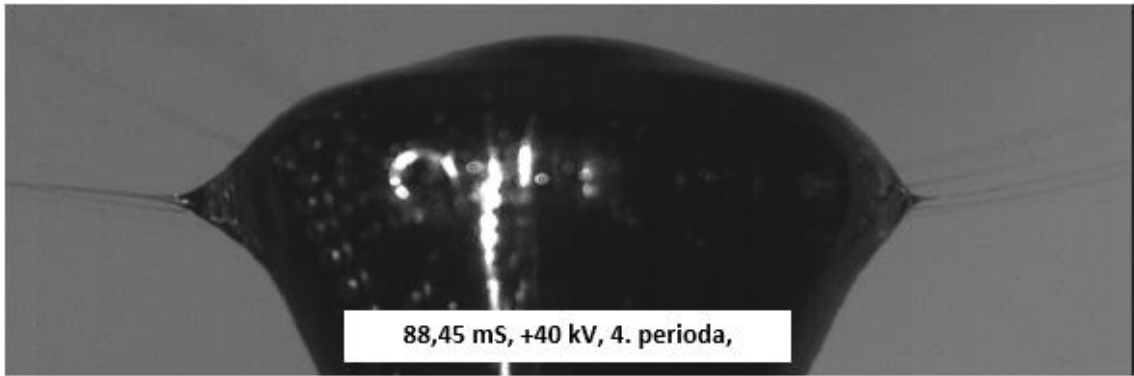
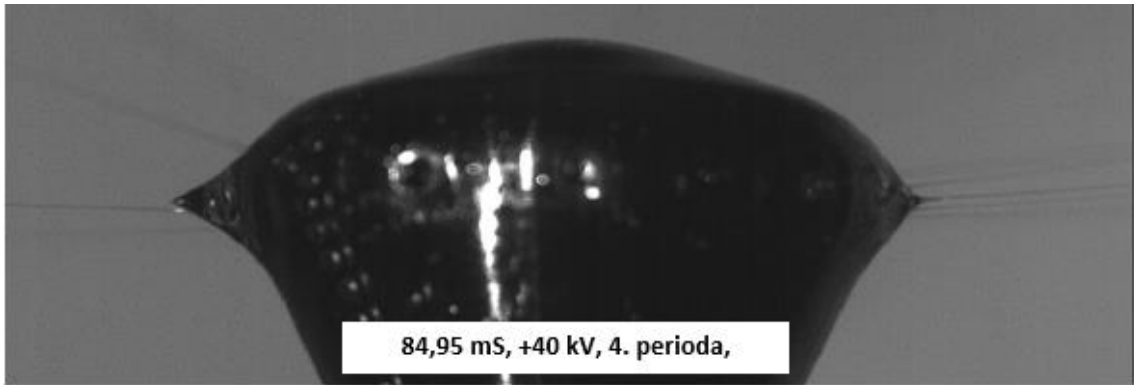


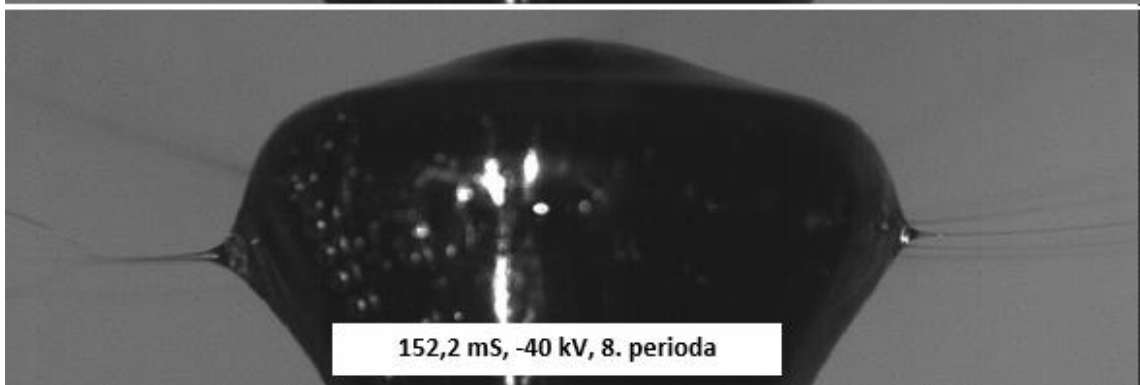
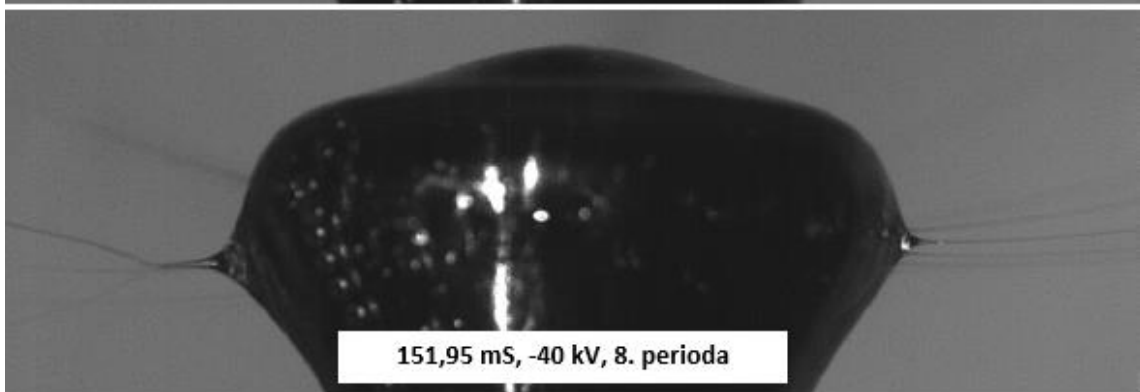
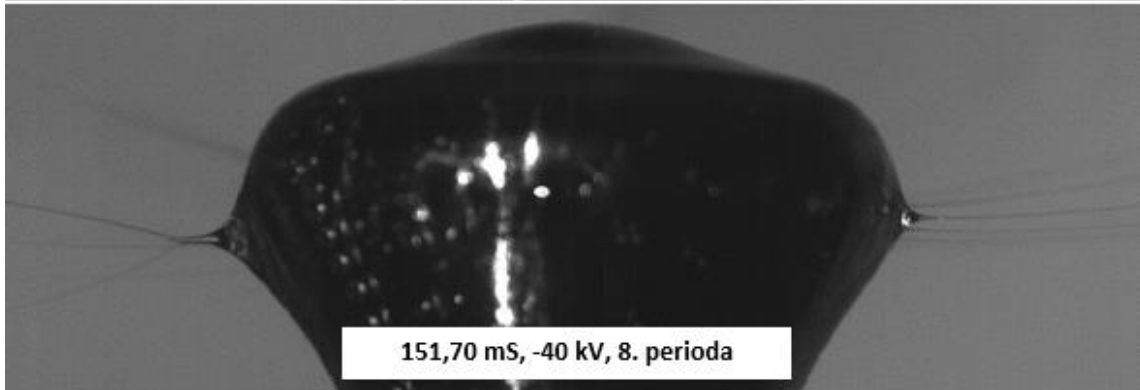
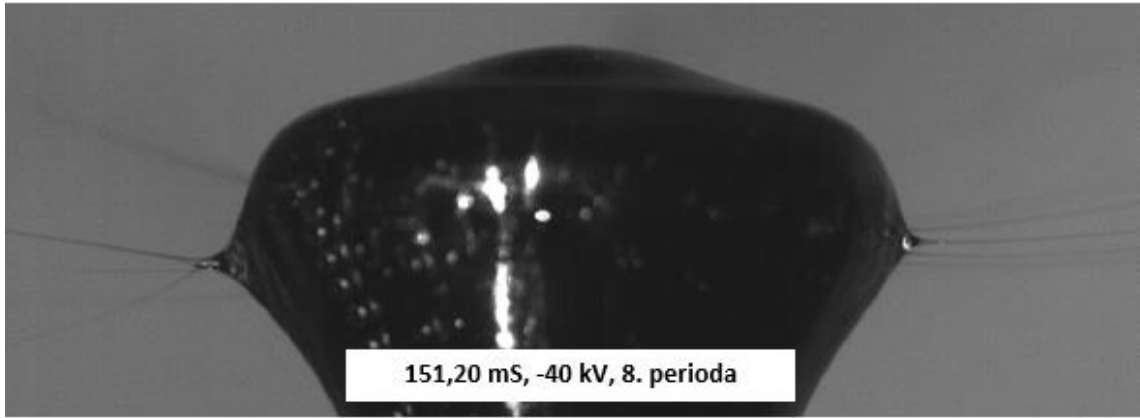


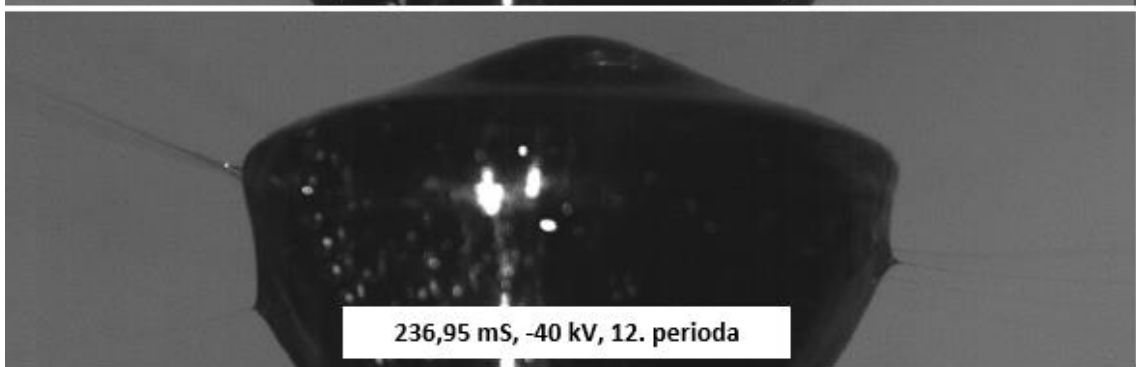
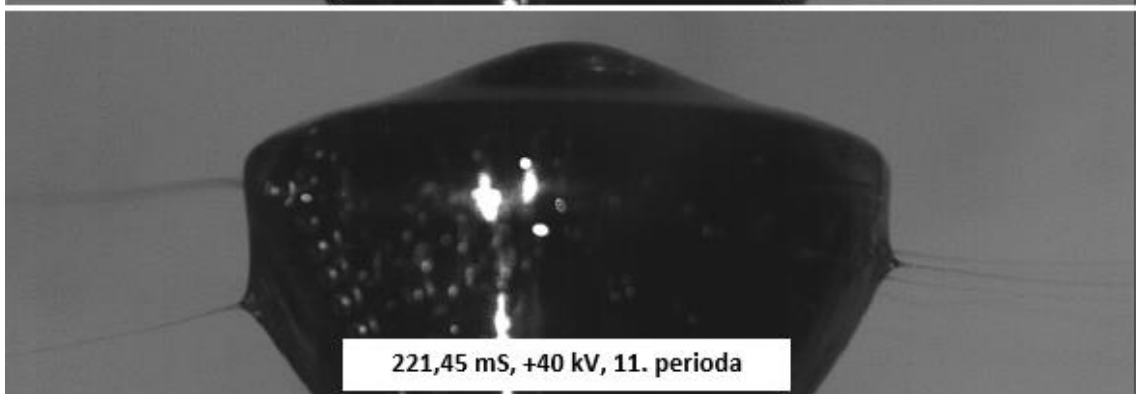
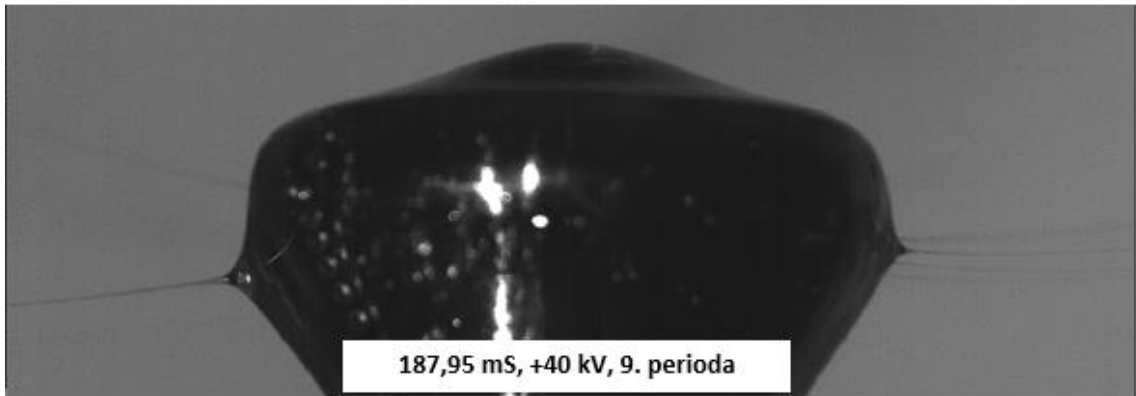
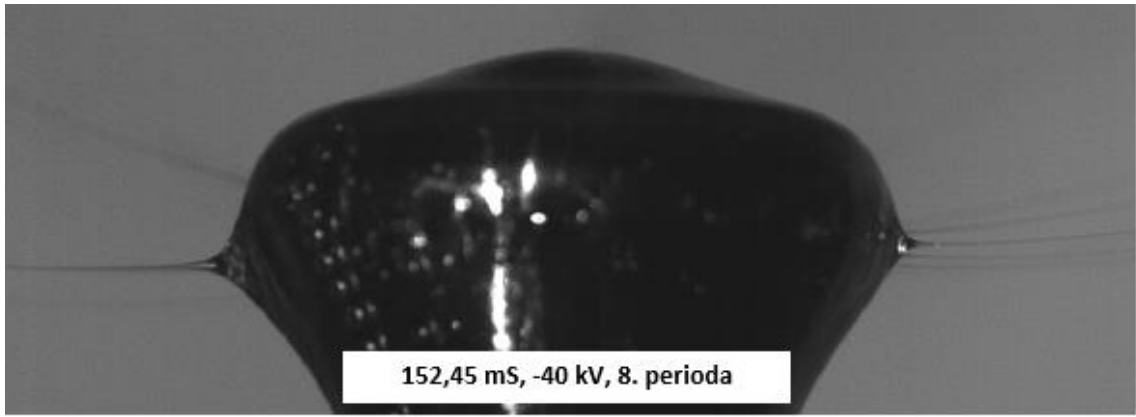




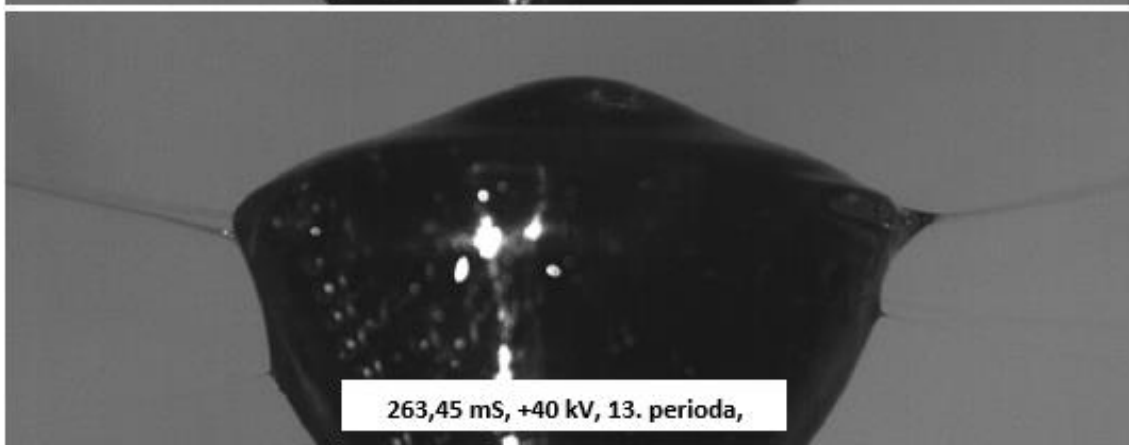
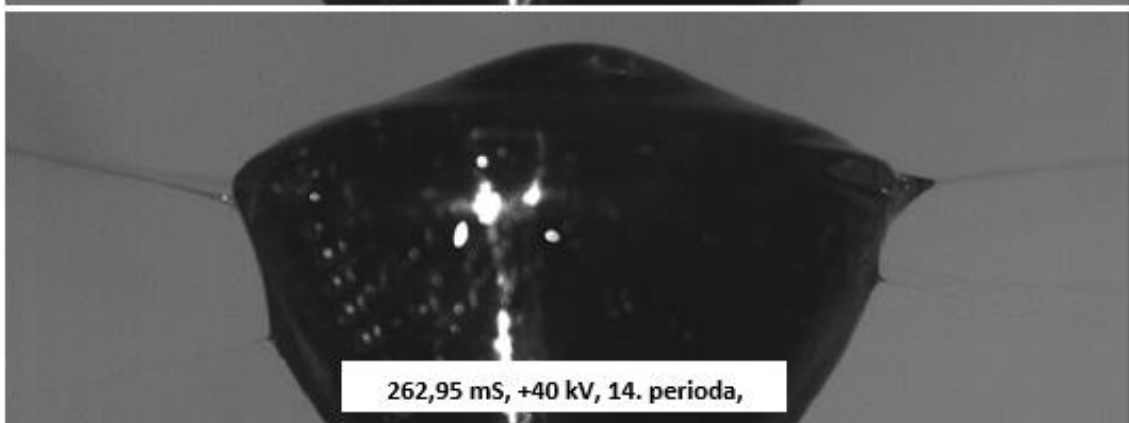
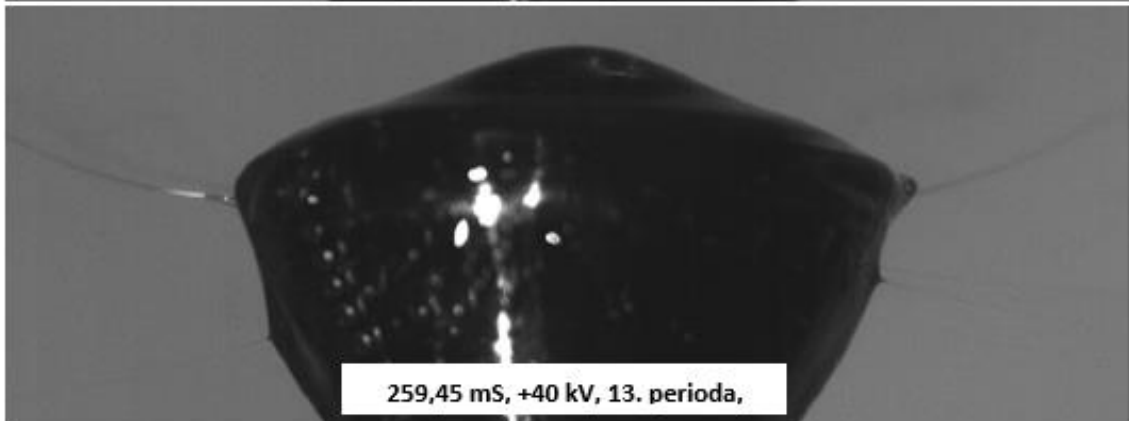
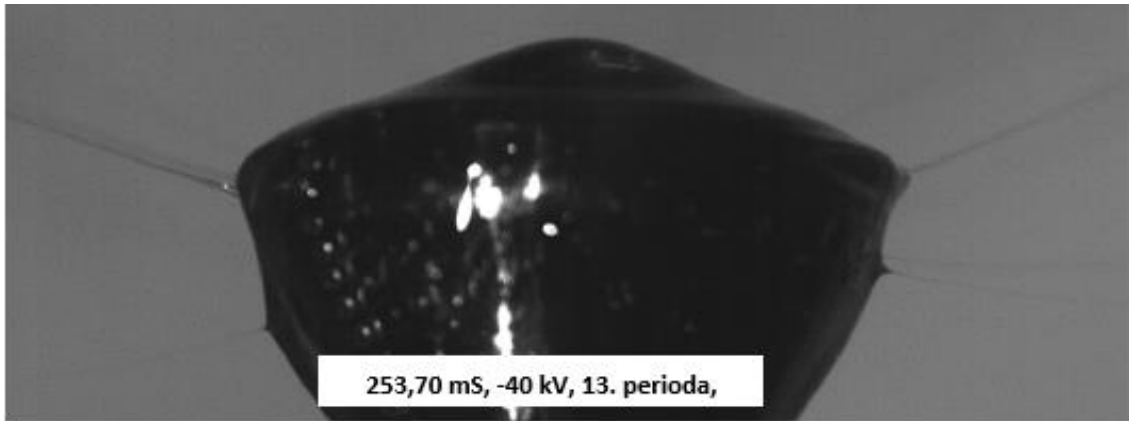


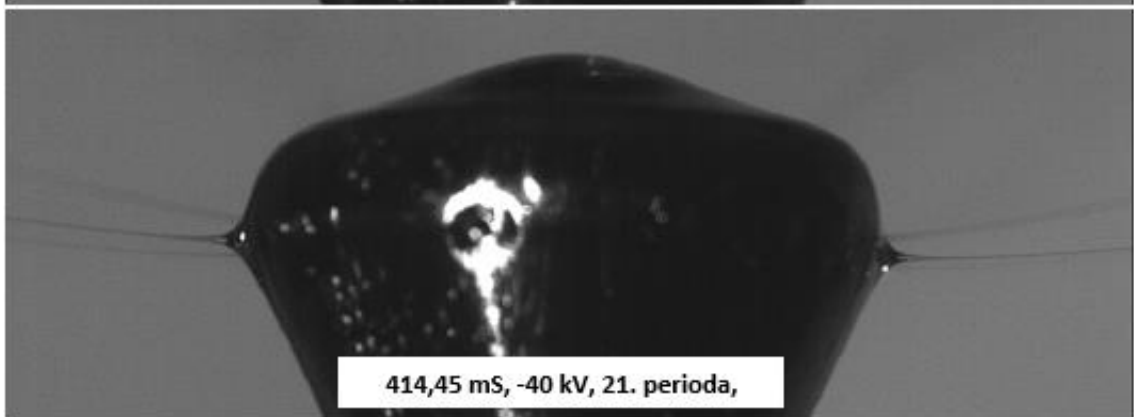
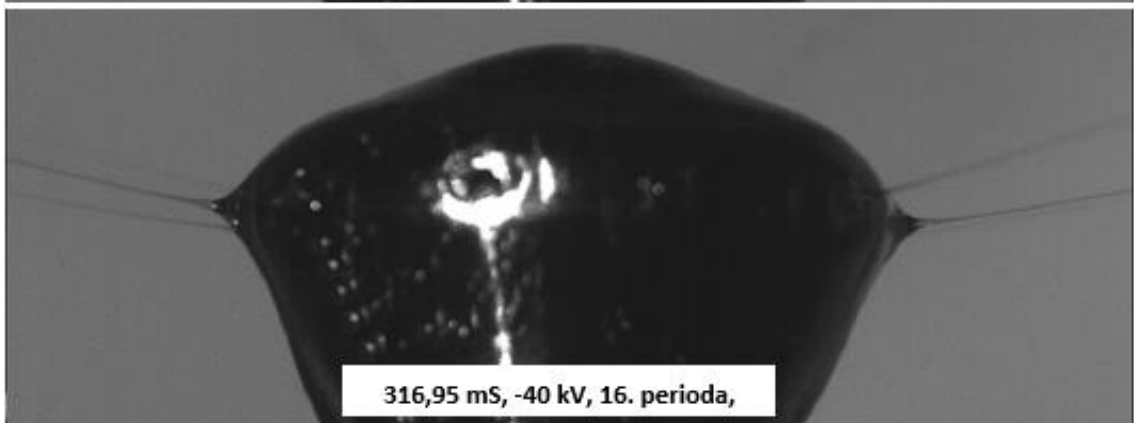
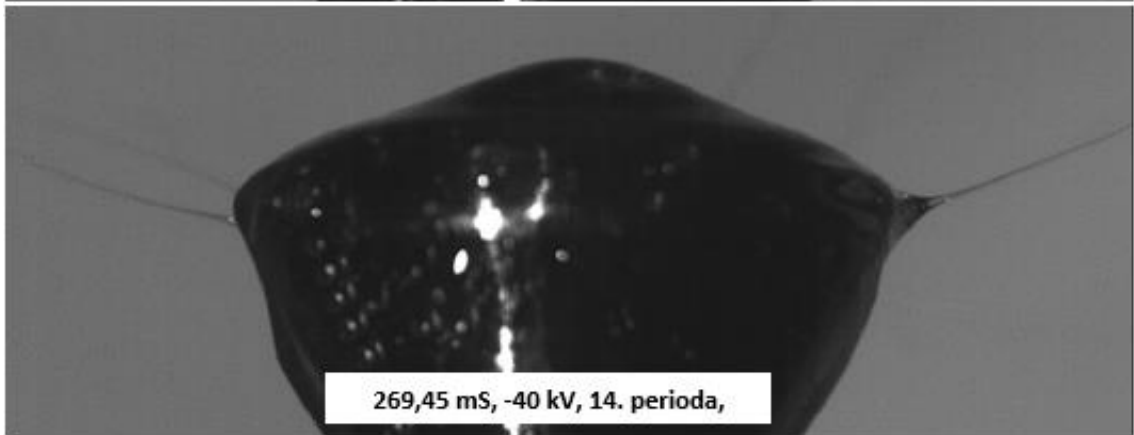
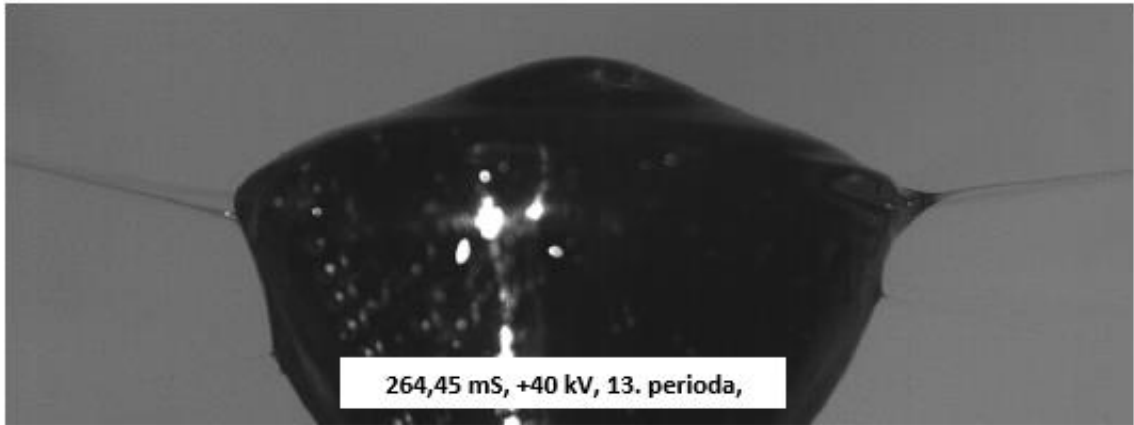


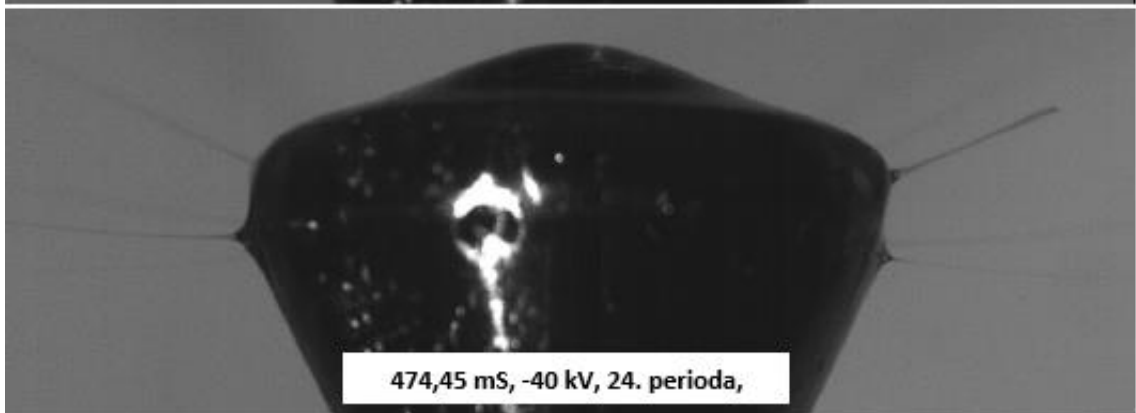
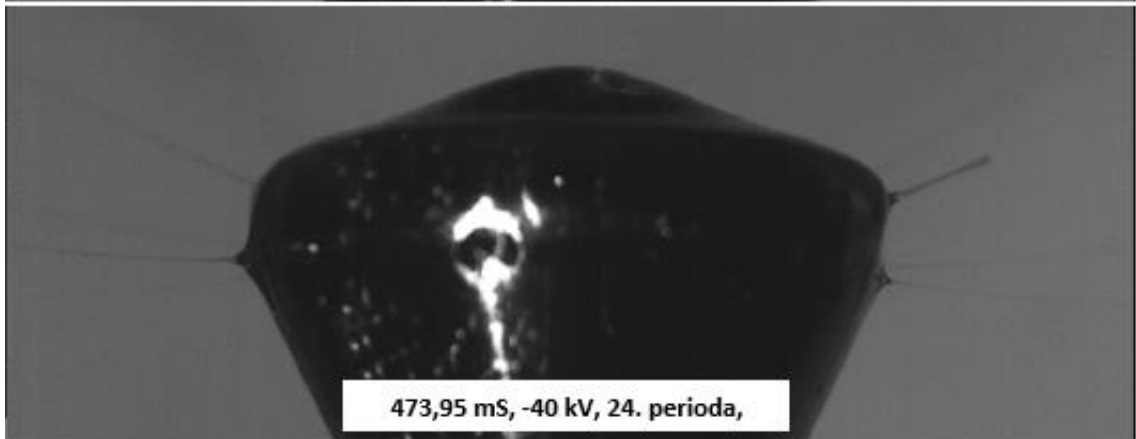
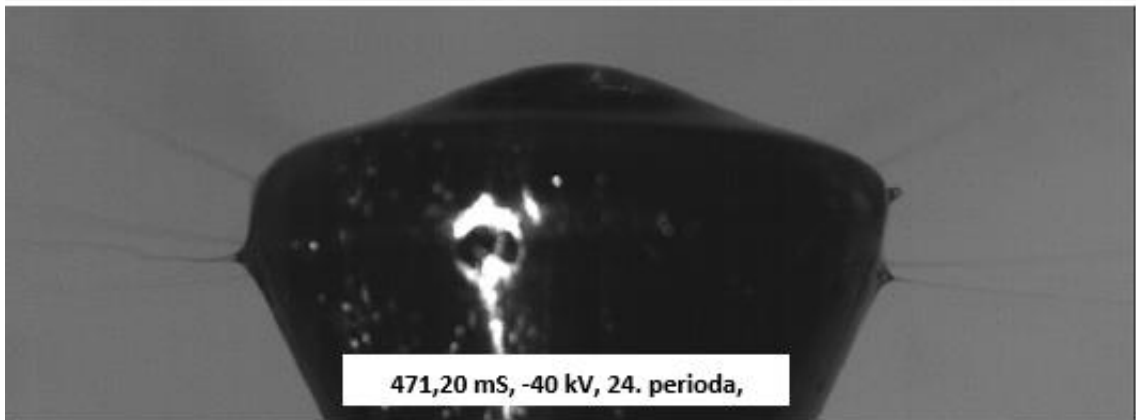
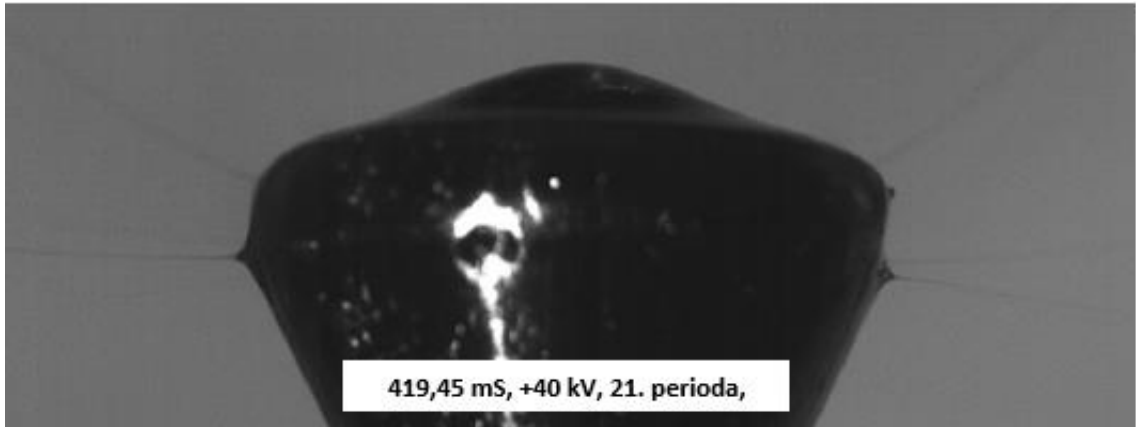












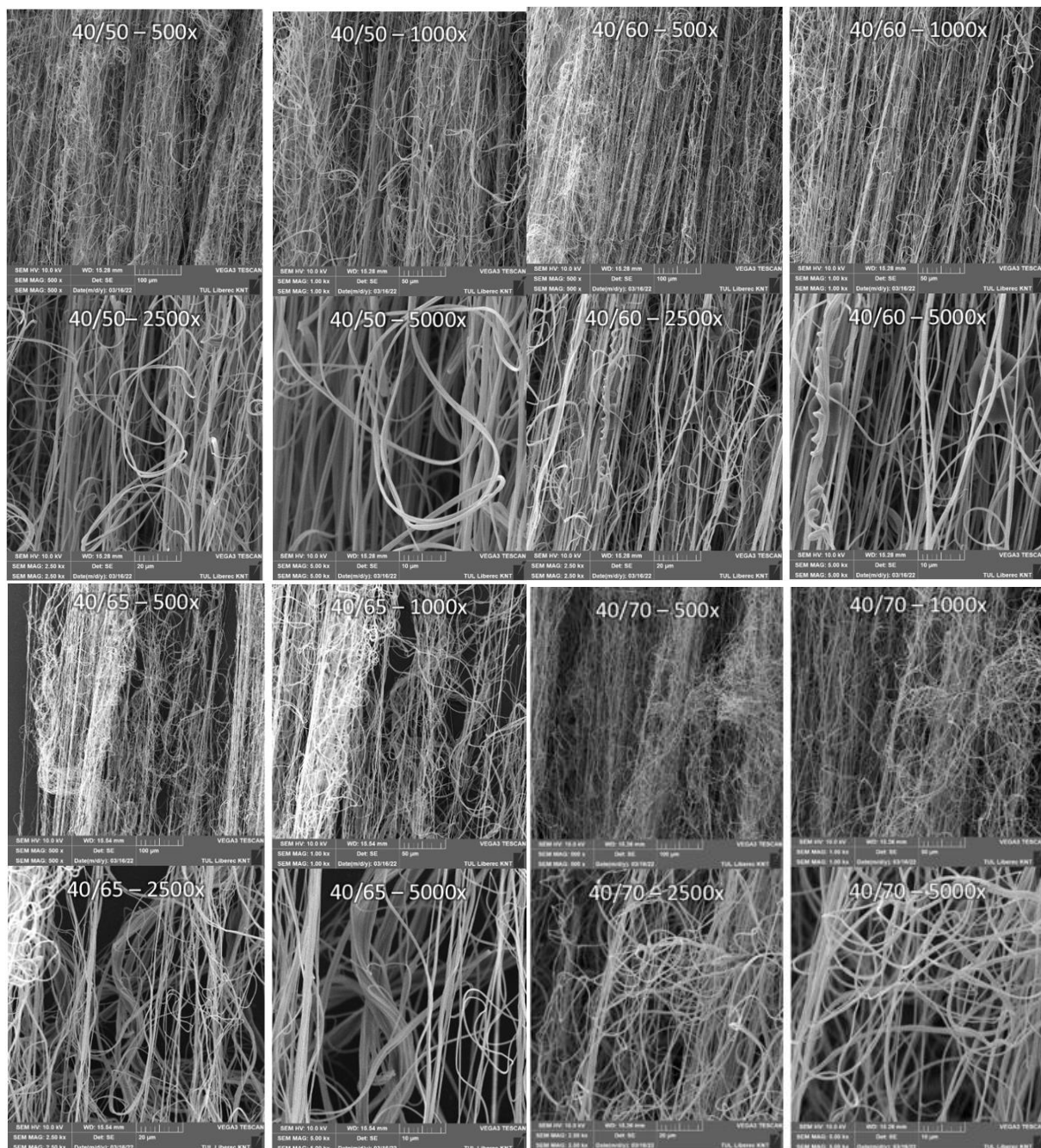


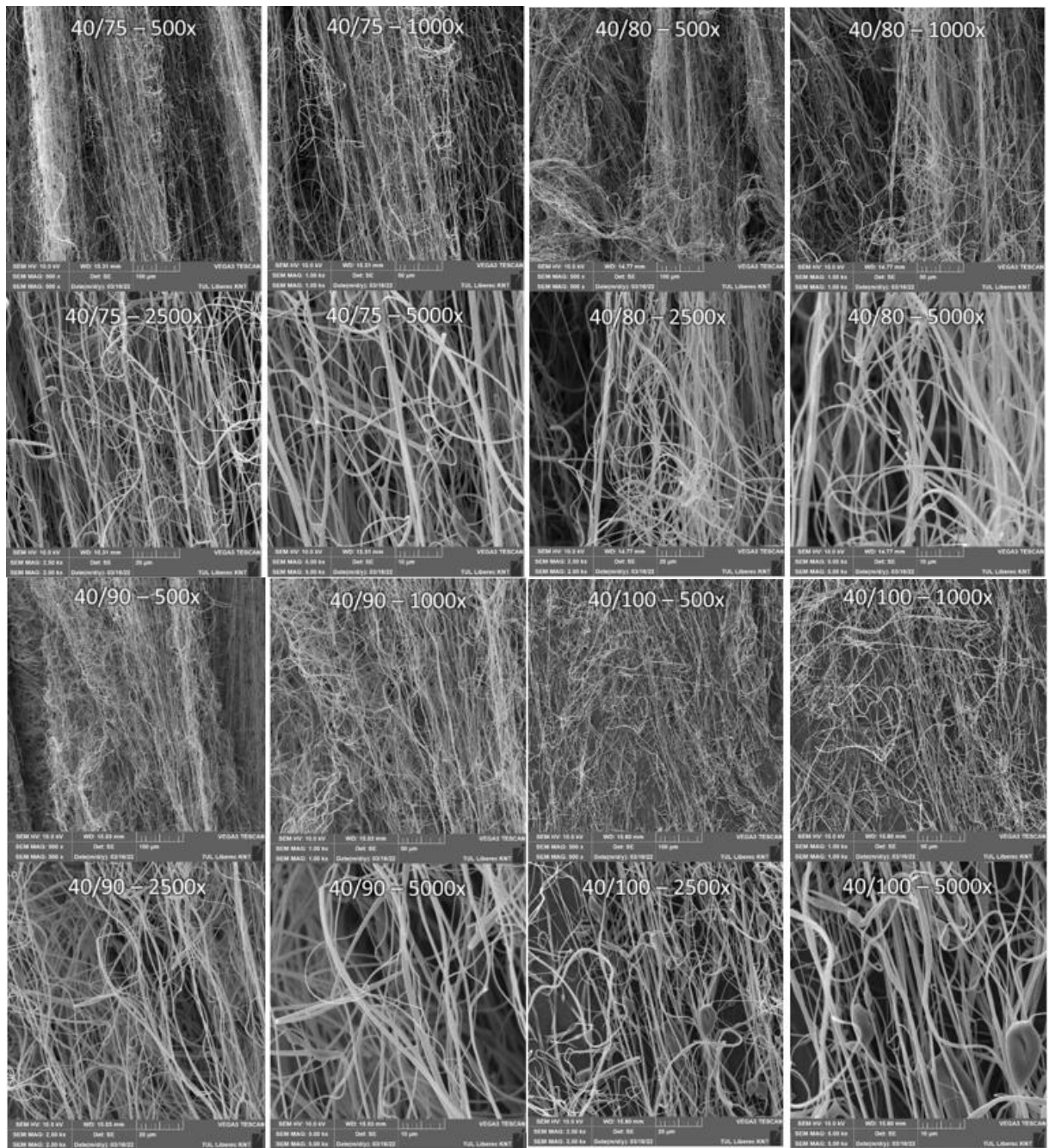
Obrázek VI.II záznam tvorby kuželů pro průběh obdélník

## Příloha 7 - Snímky vzorků pořízené pomocí SEM

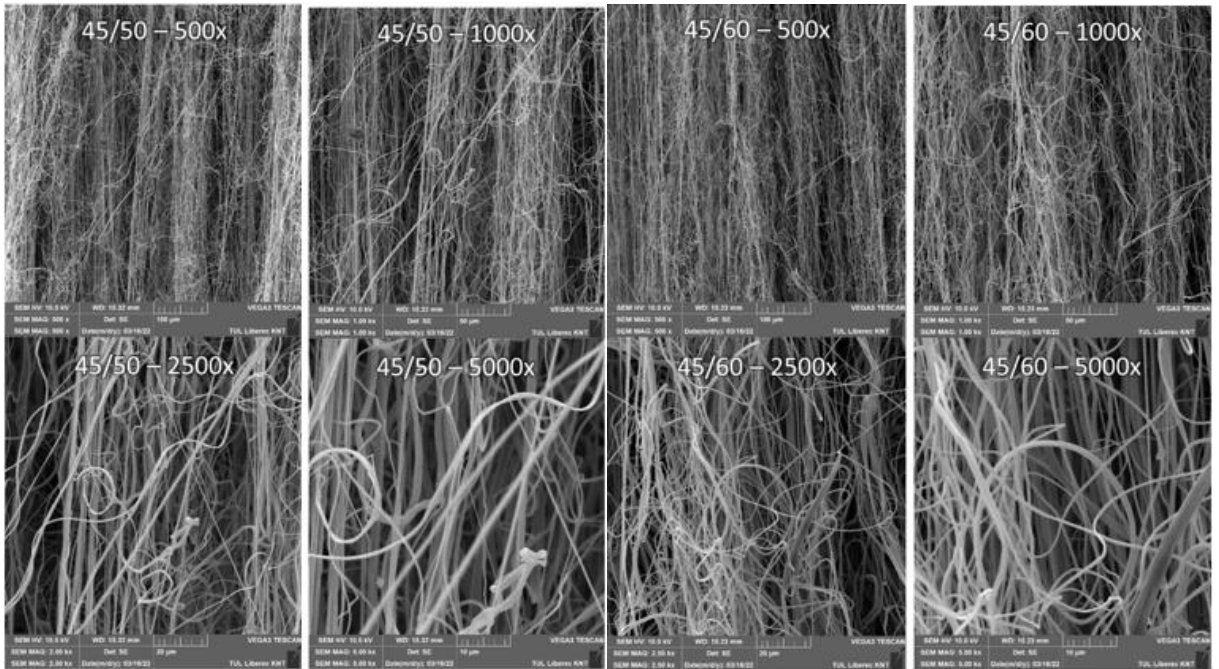
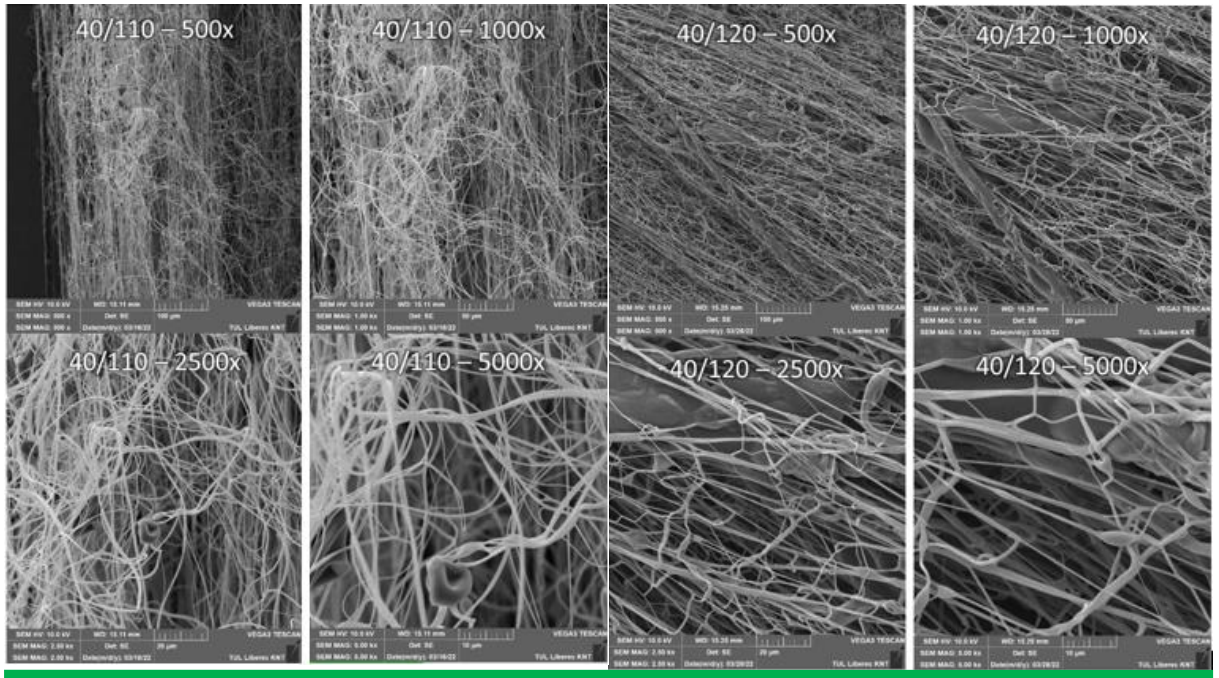
### Příloha 7.1 SEM snímky pro různá napětí a frekvence napět'ového signálu

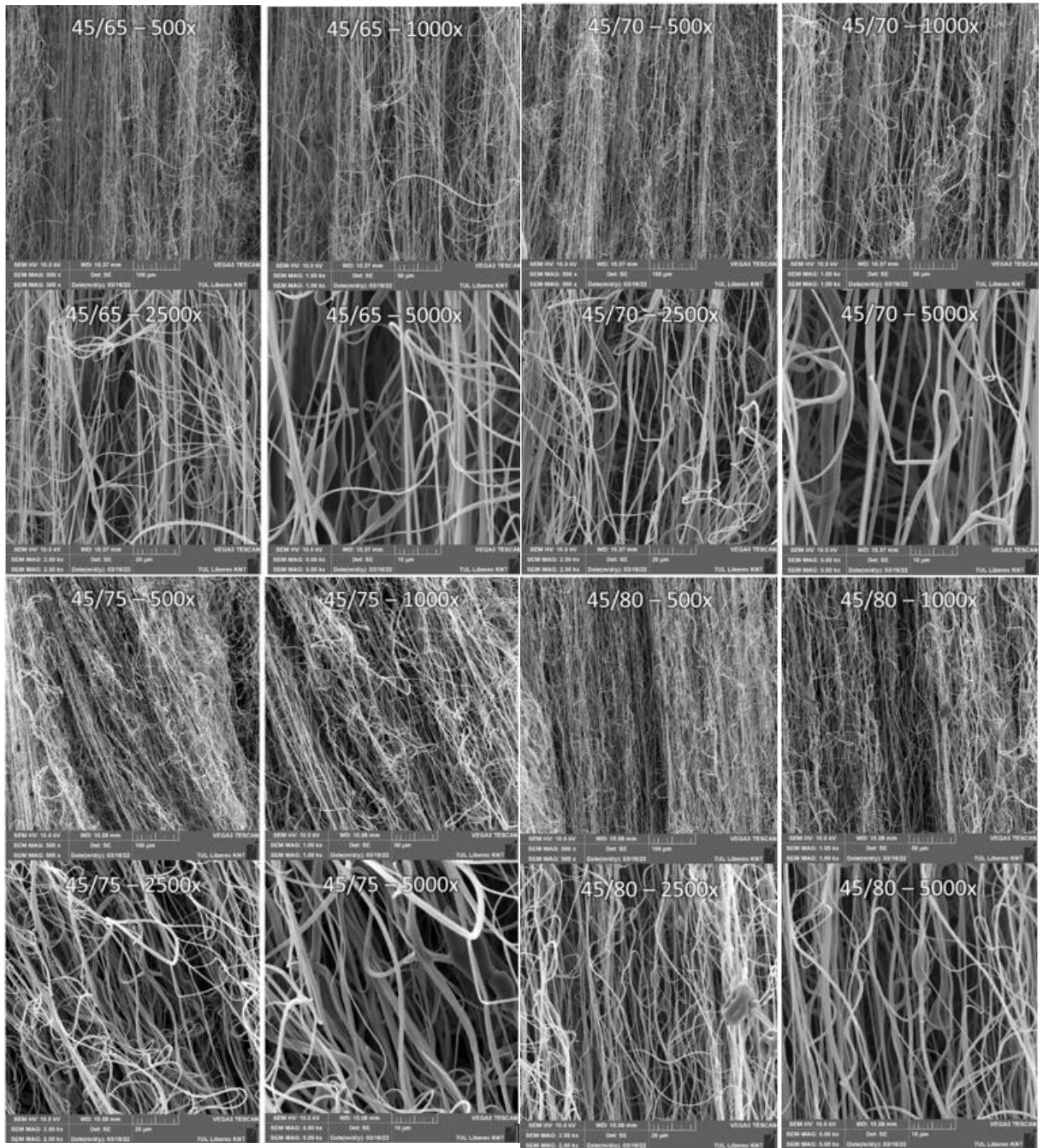
Popis jednotlivých snímků je následující:  $U_{amp}/f$  - zvětšení



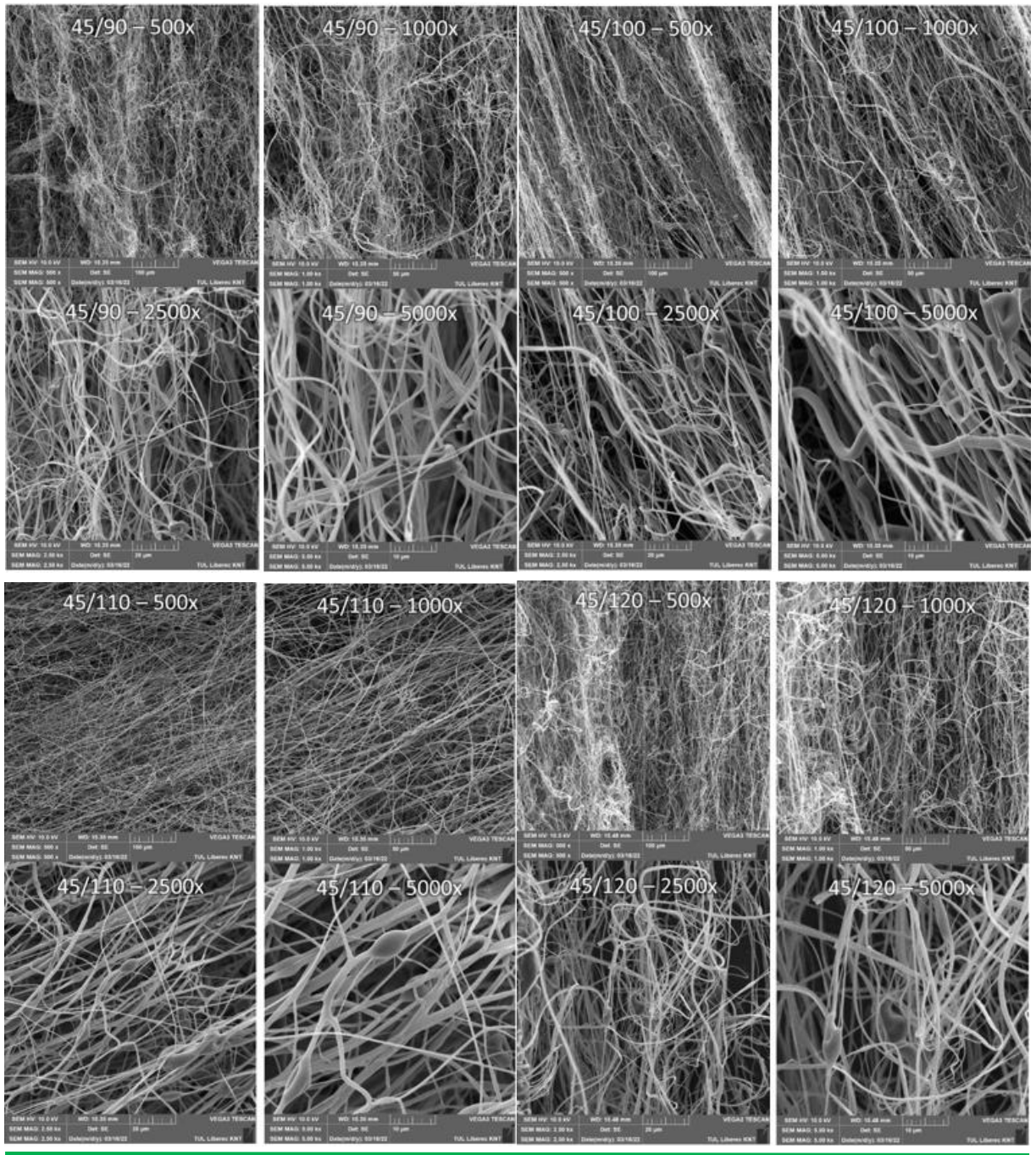


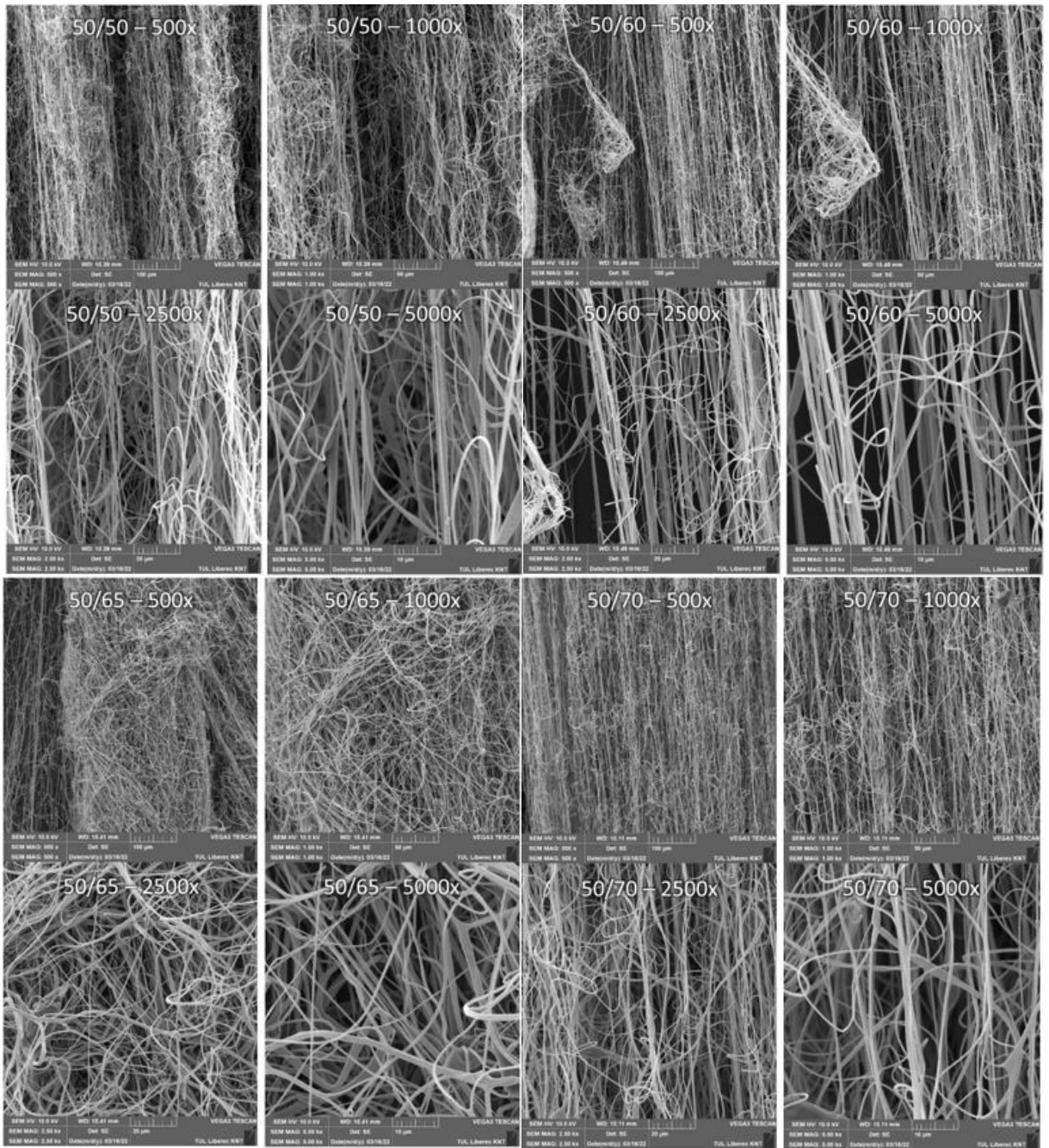




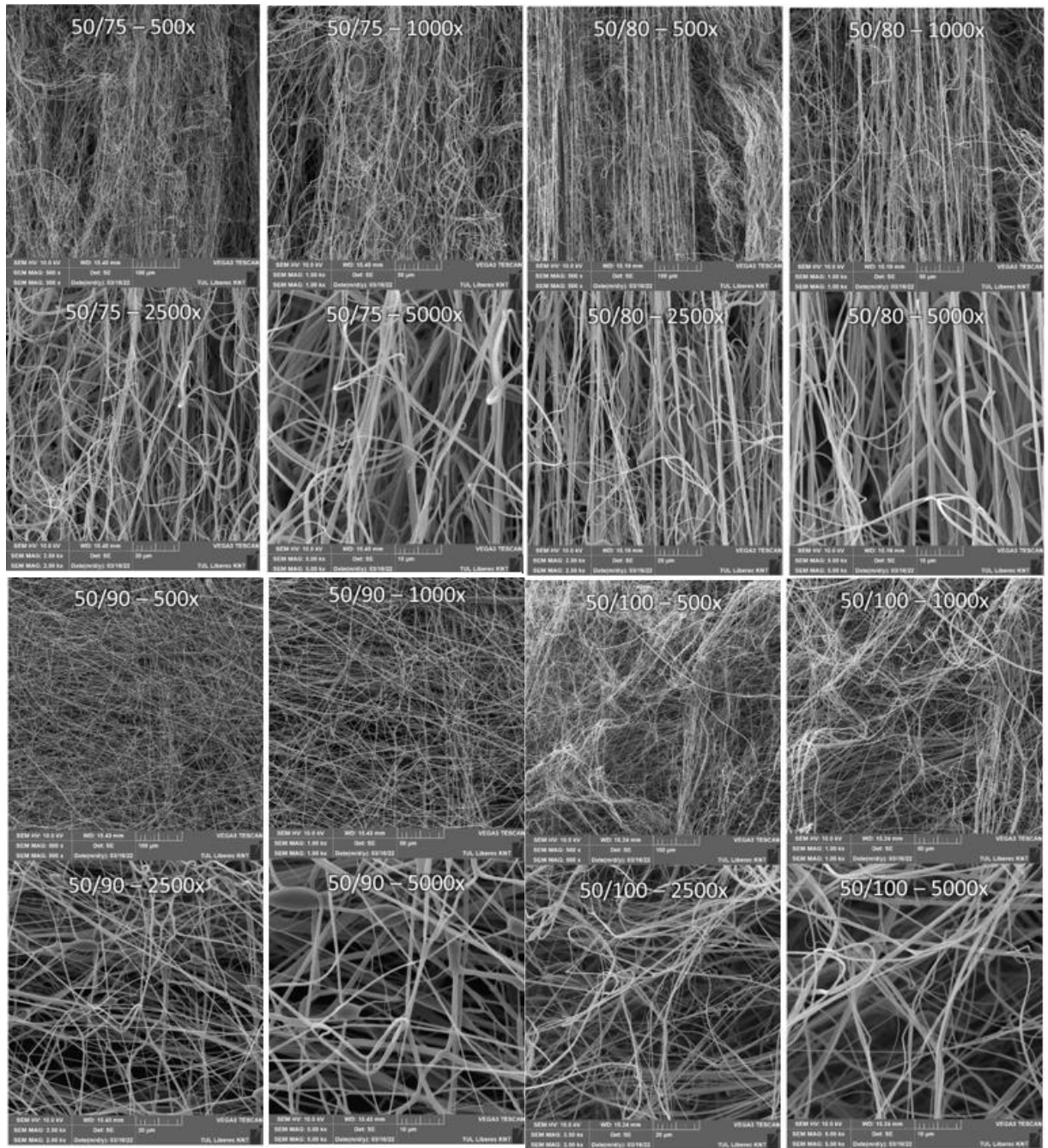


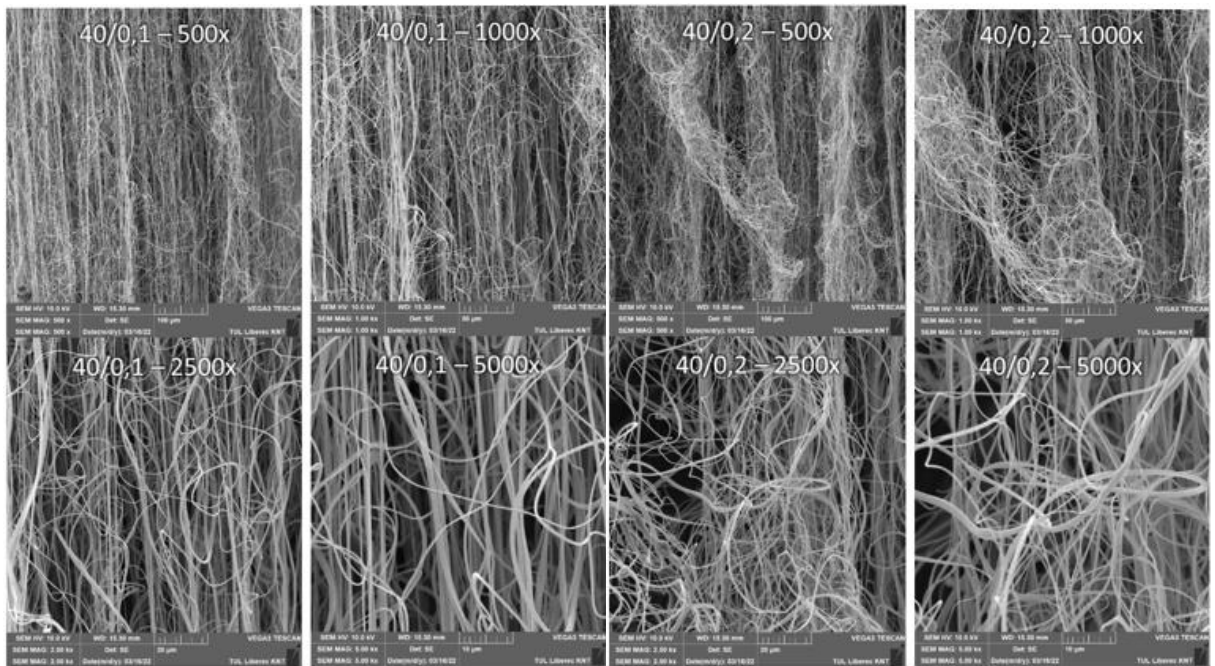
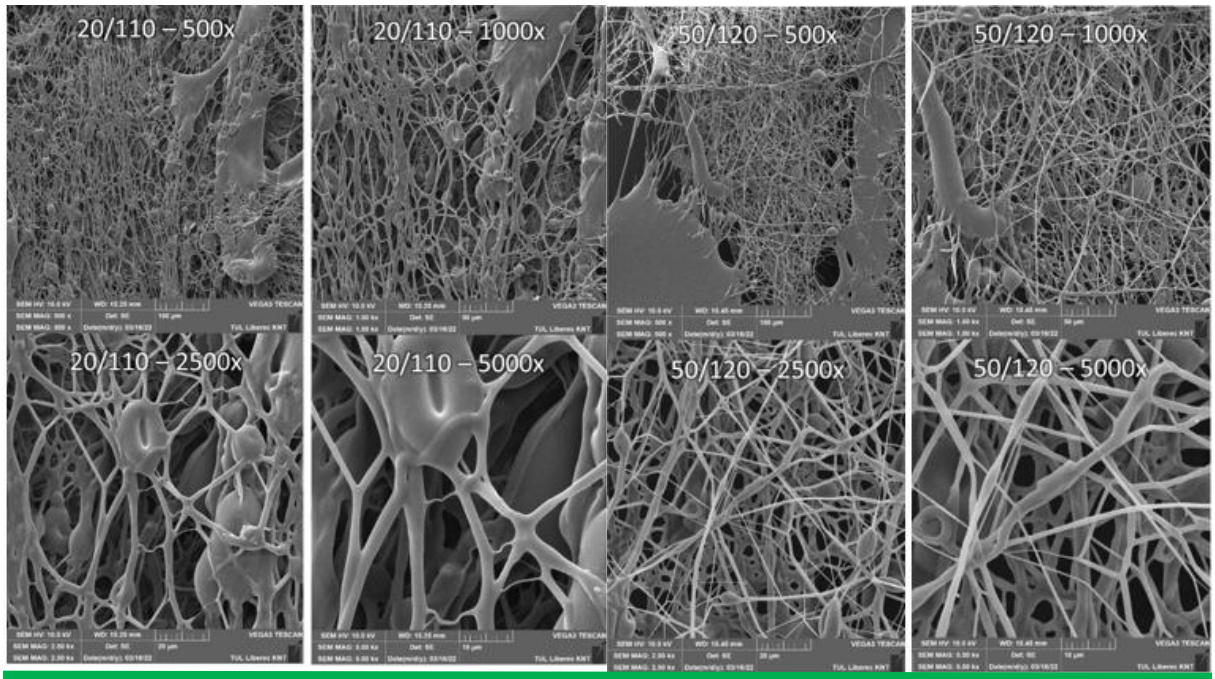


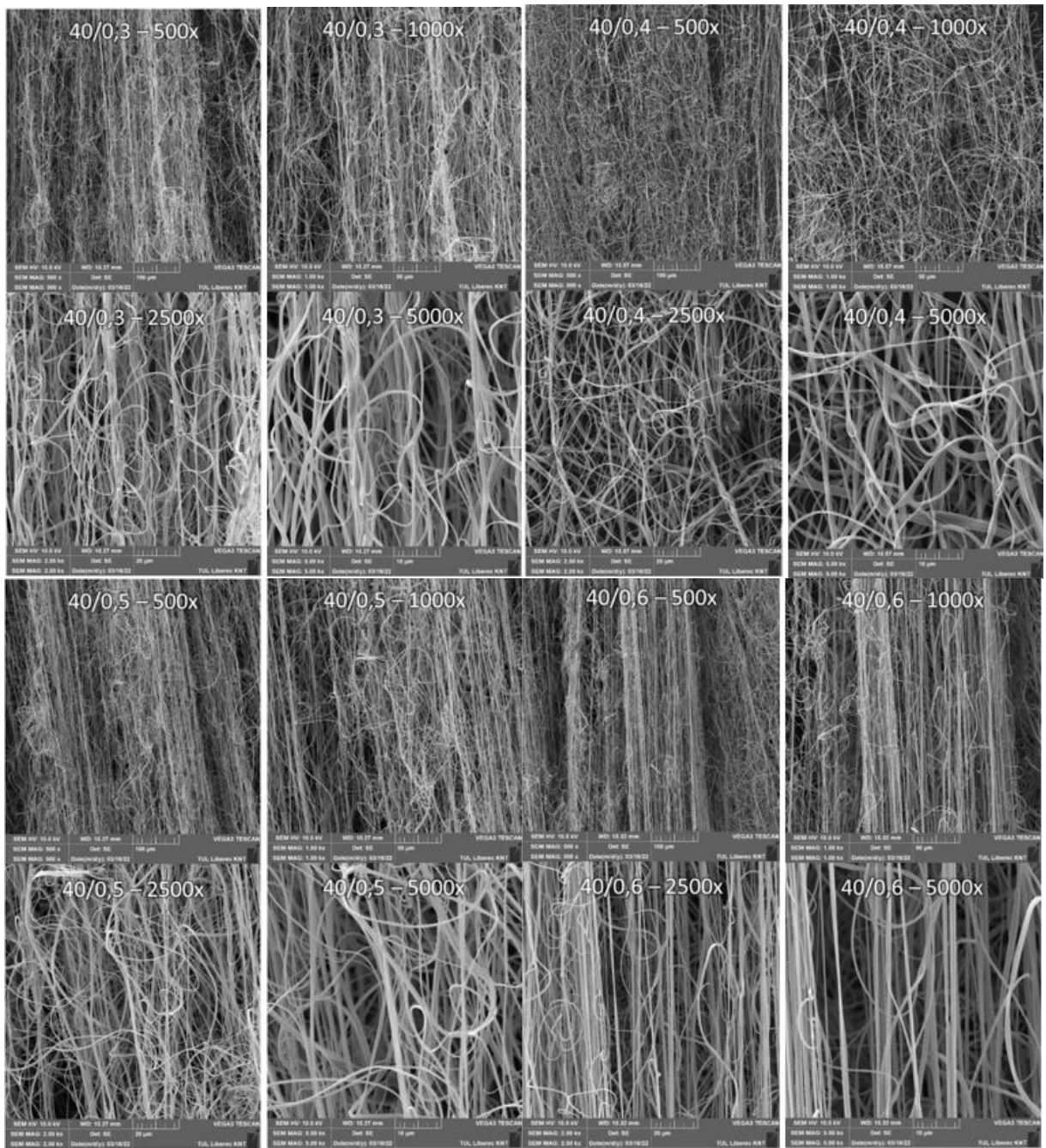




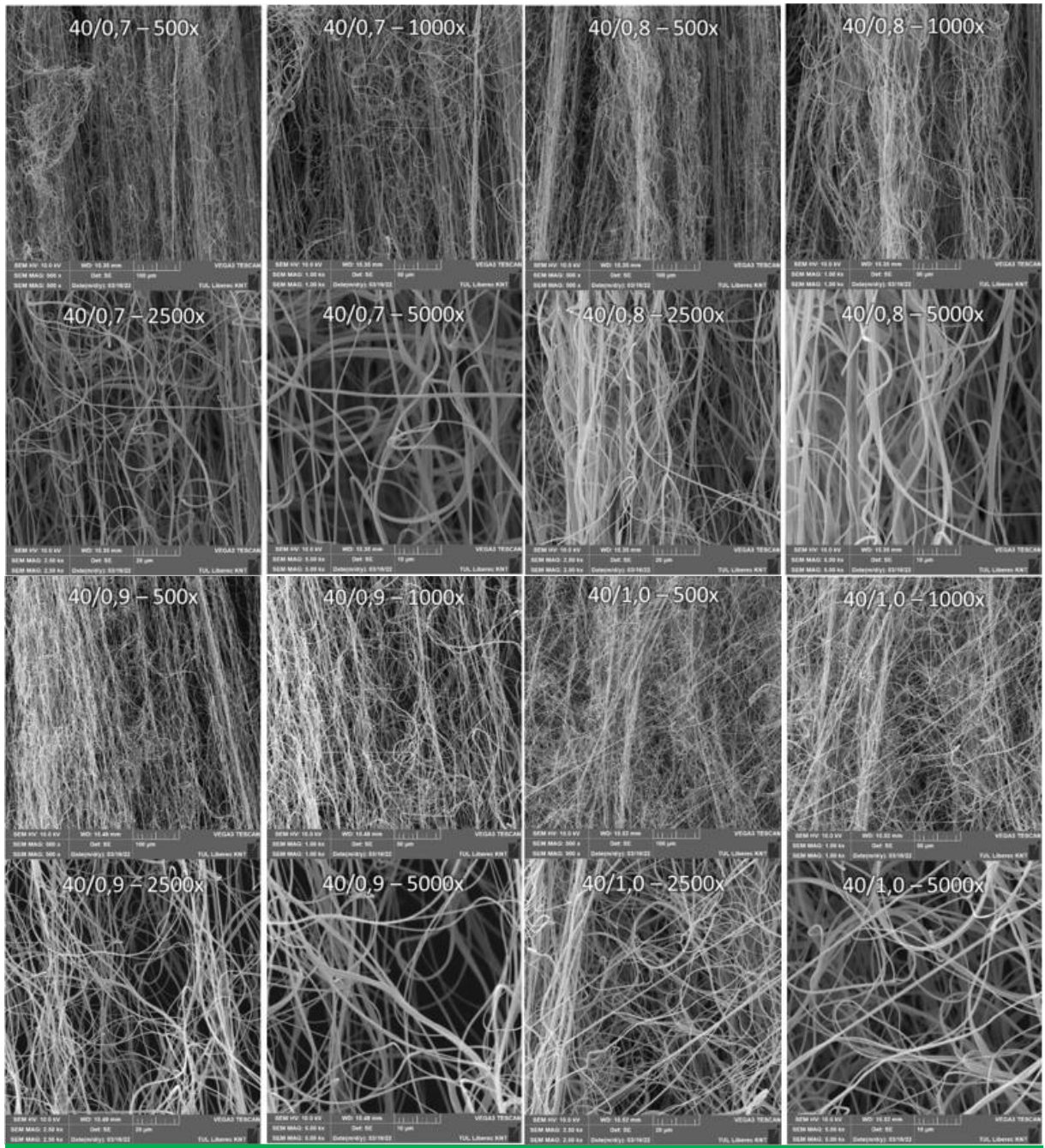






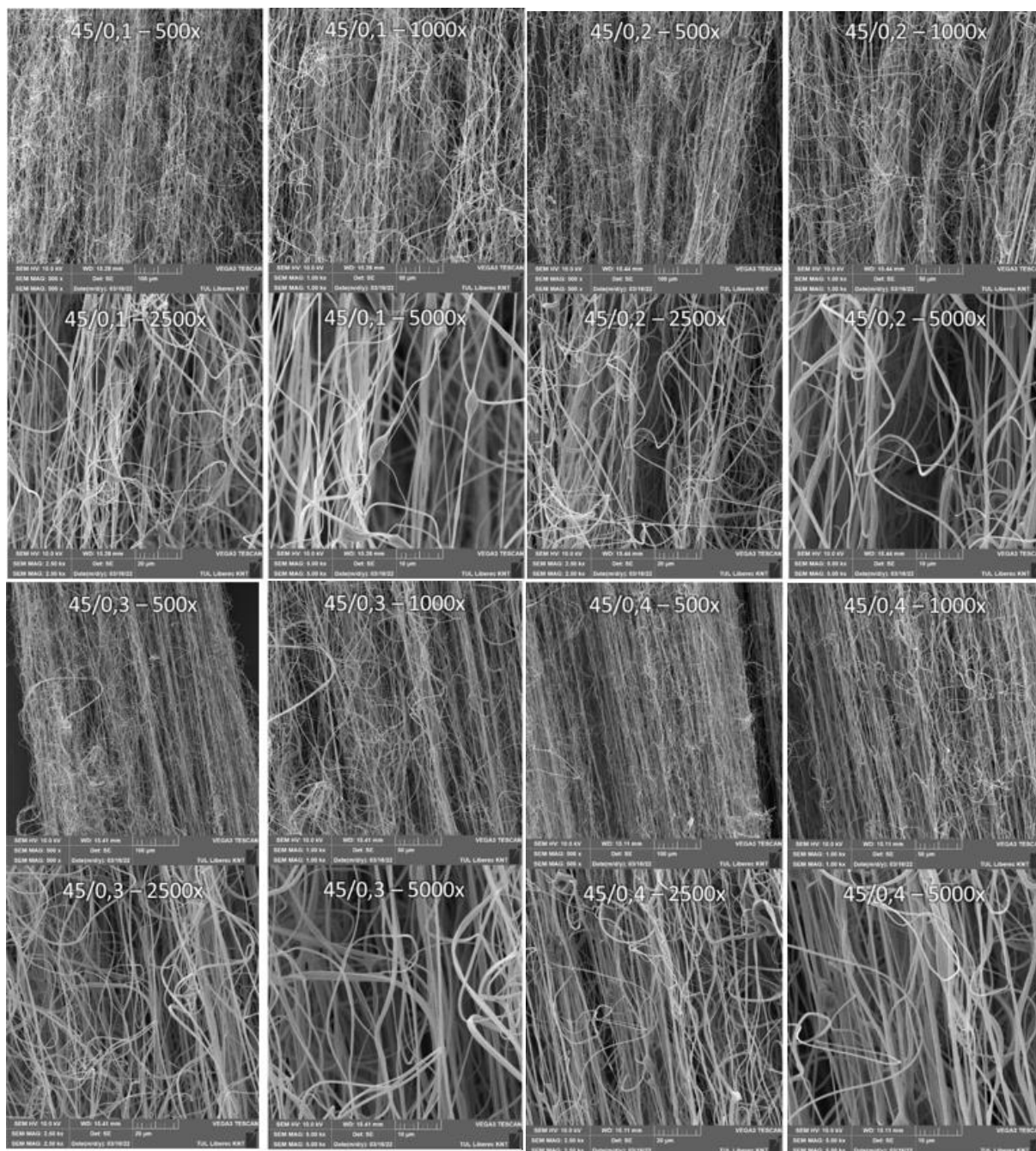


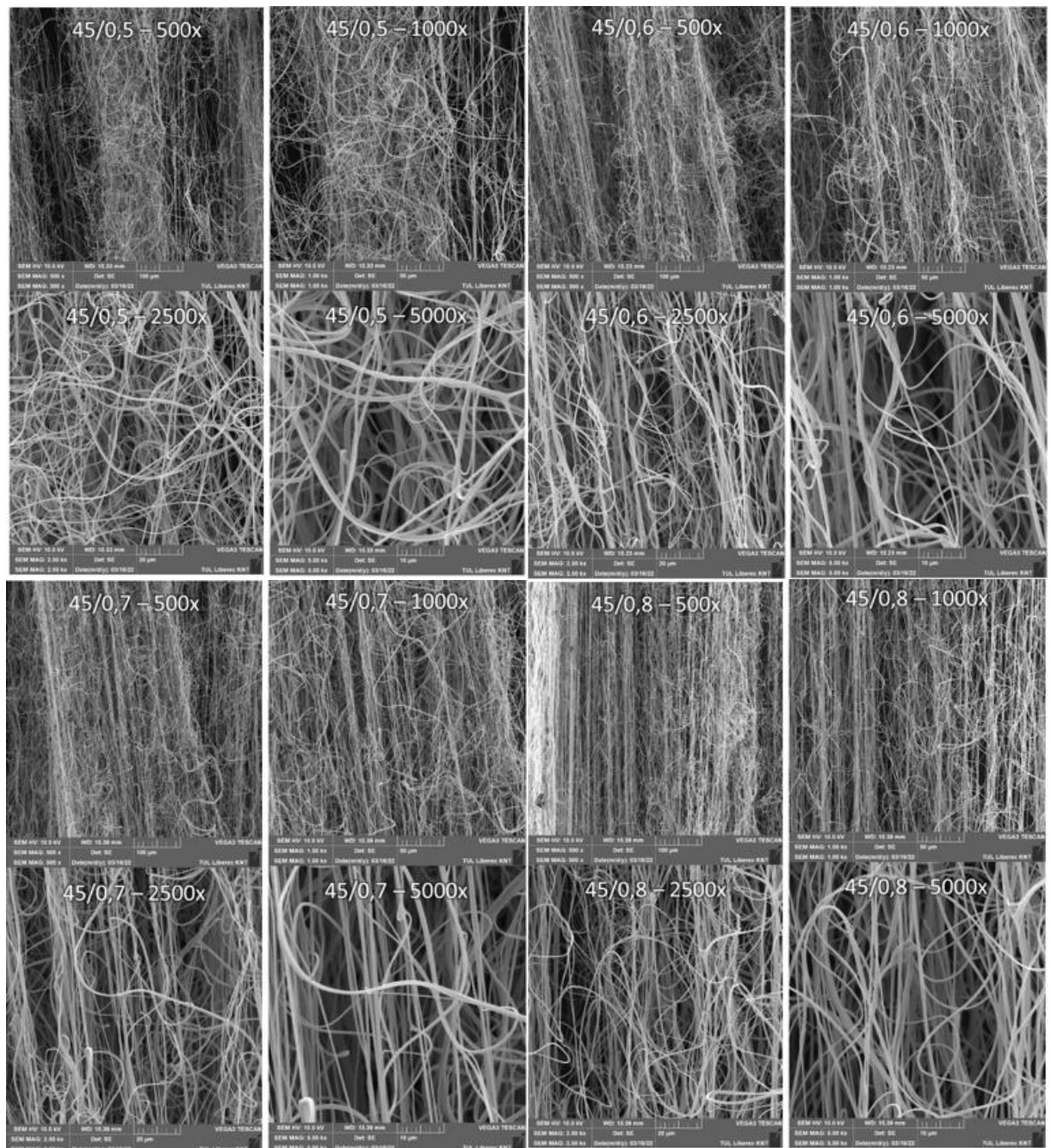




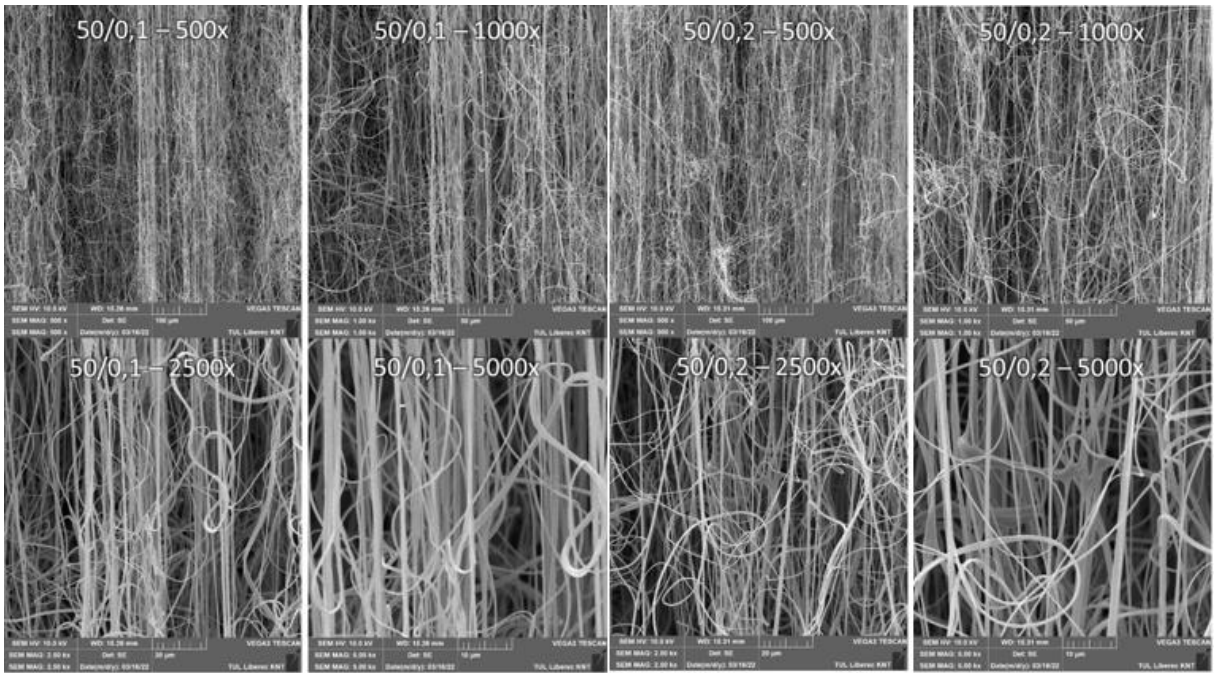
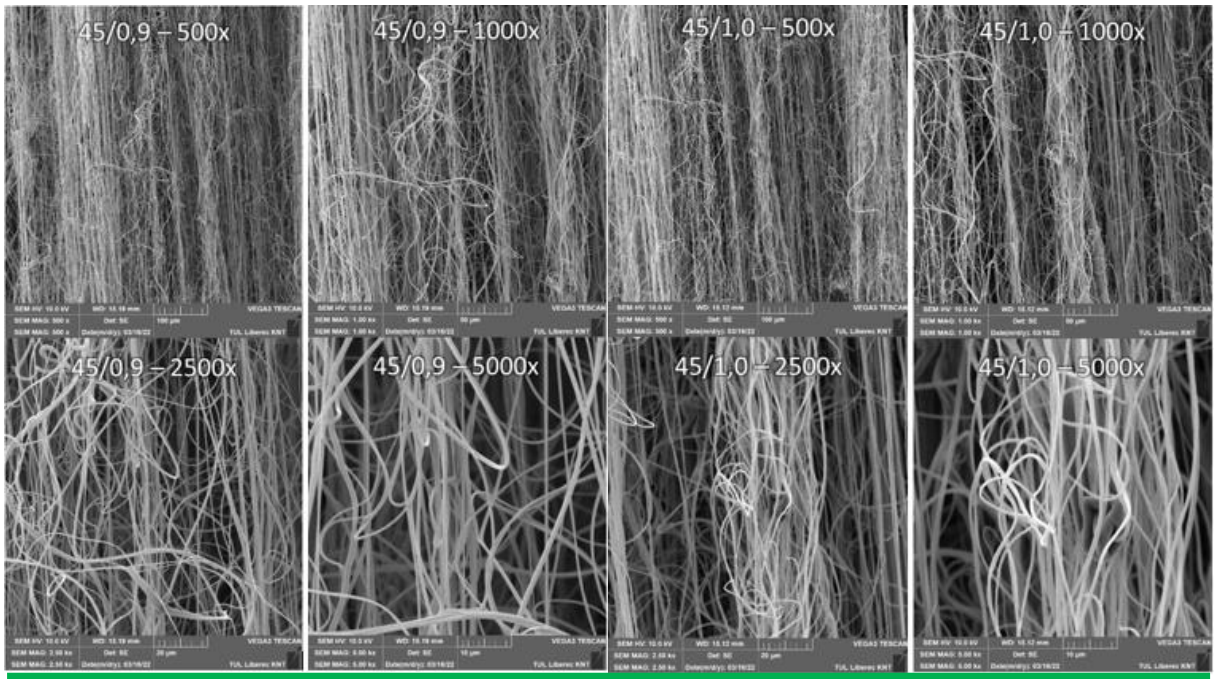
## Příloha 7.2 SEM snímky pro různé poměry modifikovaného signálu

Popis obrázků je následující:  $U_{amp}/P$  - zvětšení

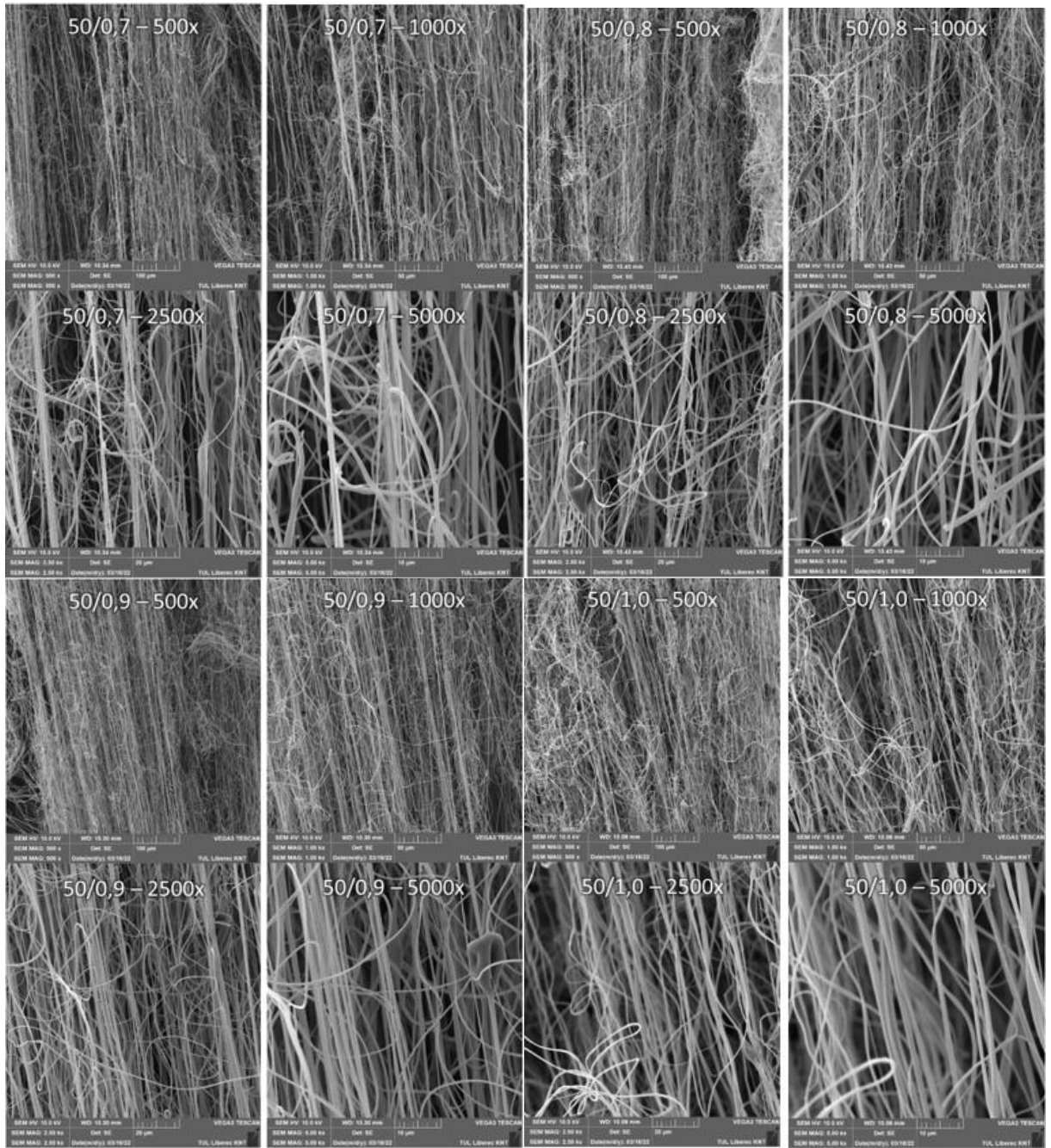










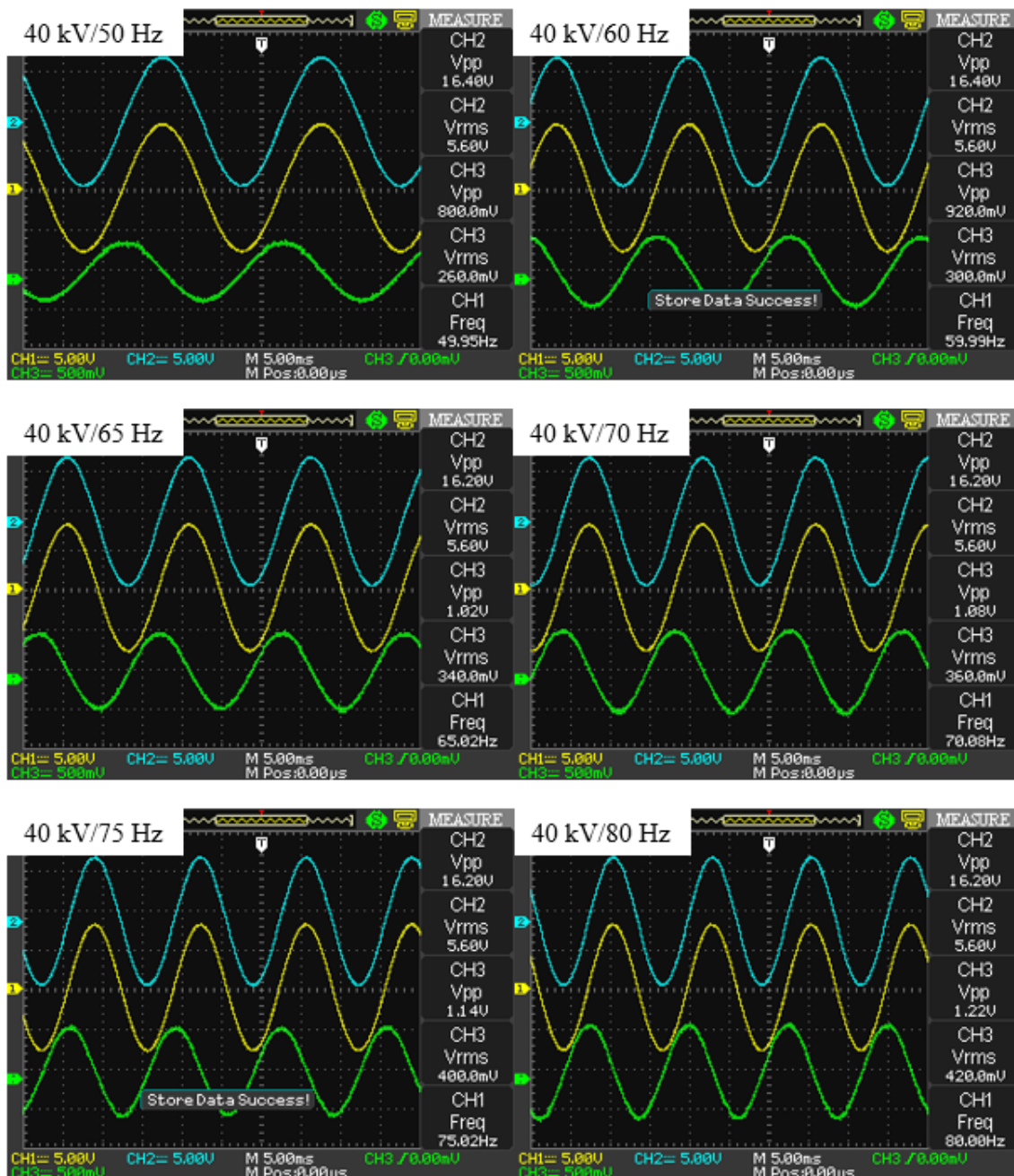


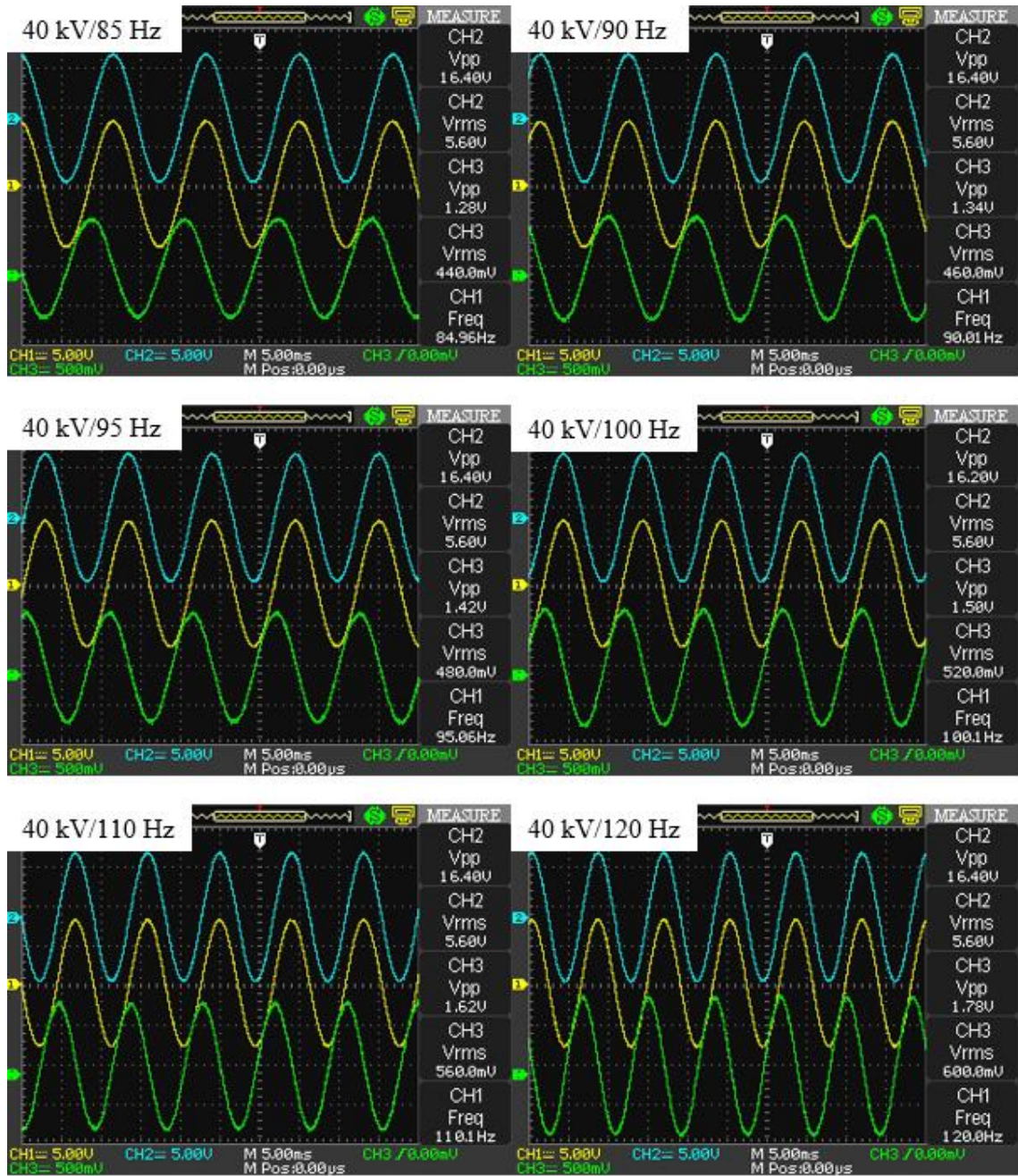


## Příloha 8 – Snímky měřených průběhů elektrických veličin při zvlákňování

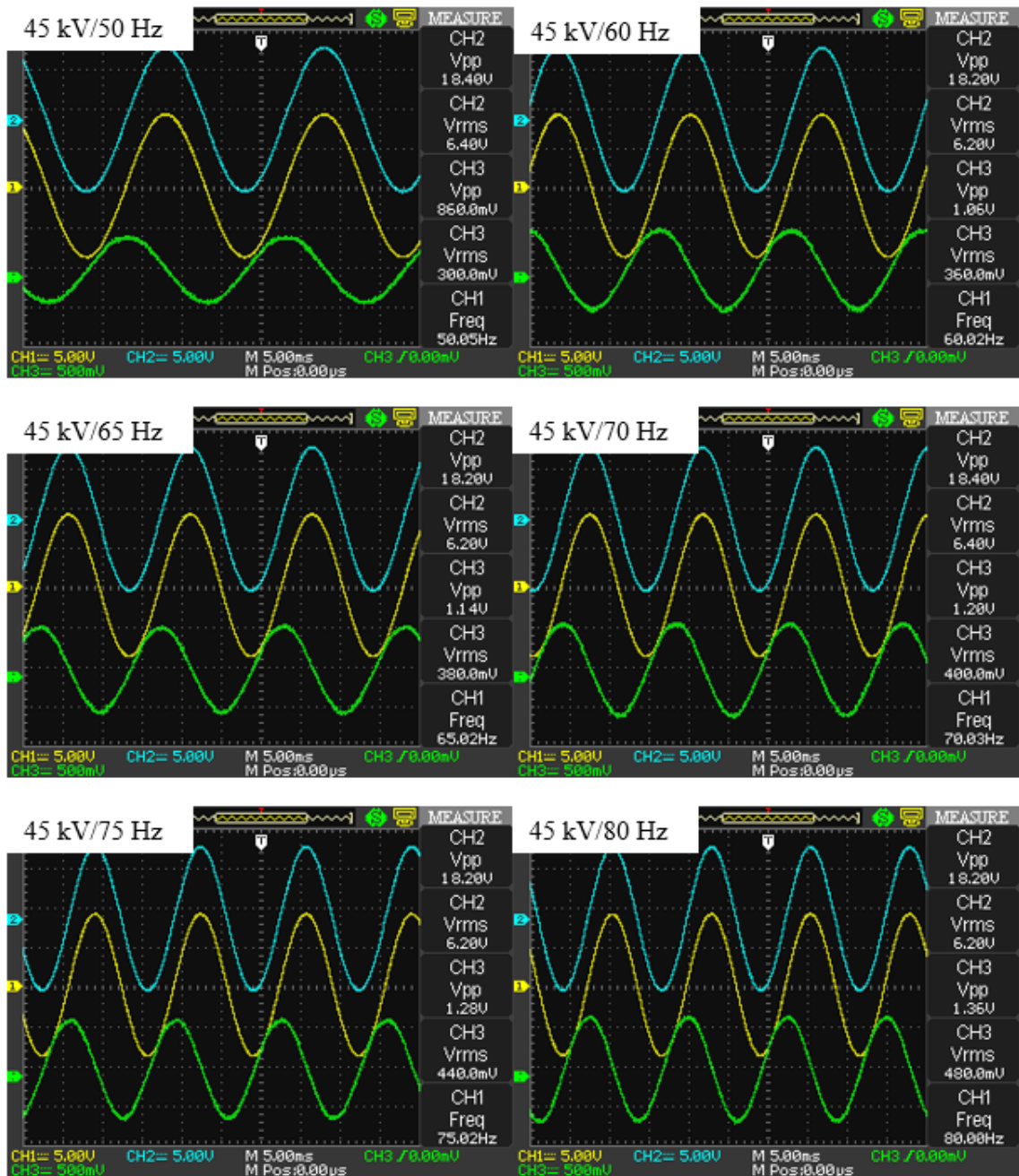
### Příloha 8.1 Záznamy napětí a proudu pro různé frekvence

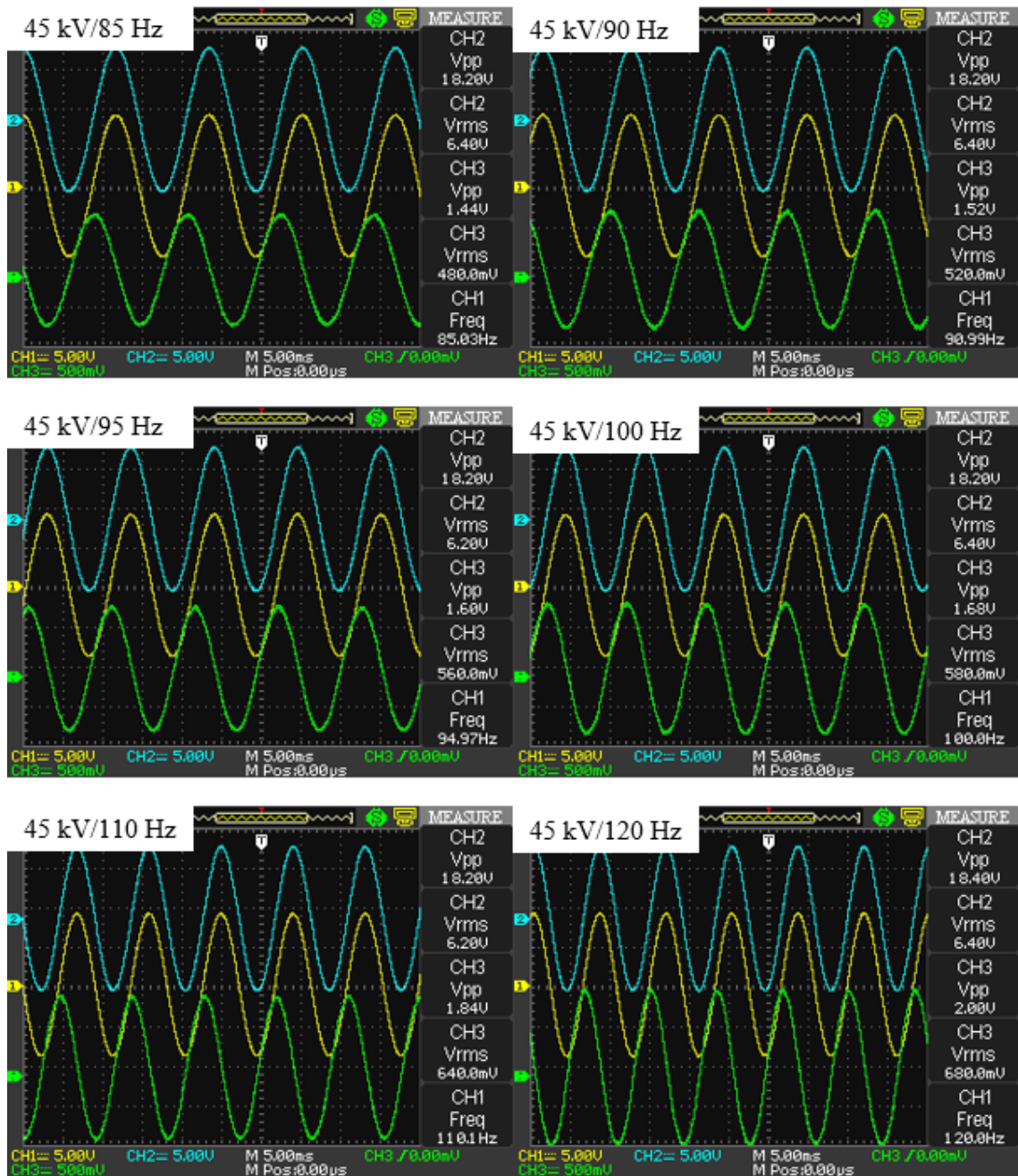
Popis jednotlivých obrazů je následující:  $U_{amp}/f$



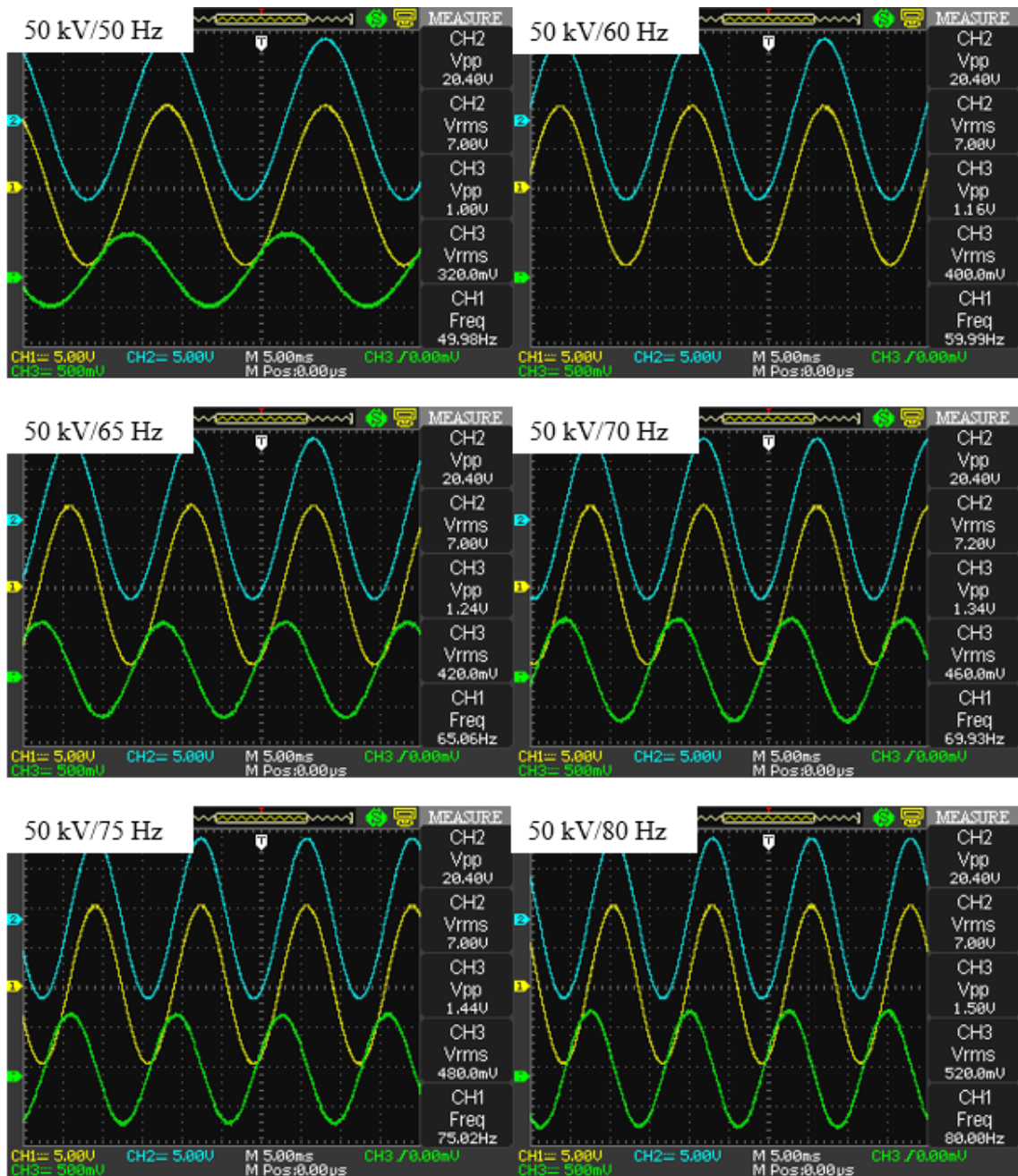


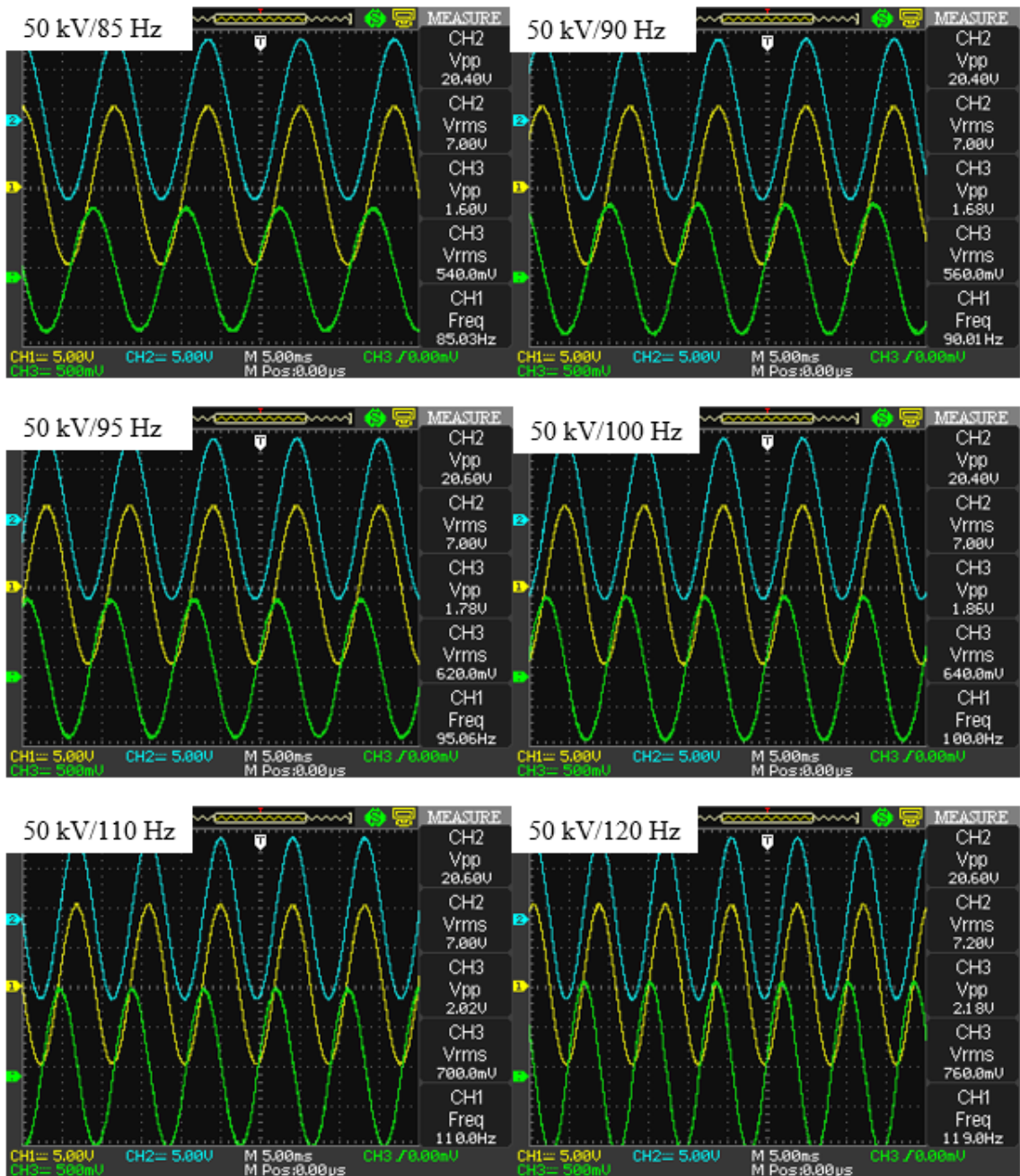












## Příloha 8.2 Záznamy napětí a proudu pro modifikované signály

Popis jednotlivých obrazů je následující:  $U_{amp}/P$

