

# Vývoj zařízení pro automatickou výrobu nanovlákenných přízí

# Disertační práce

Studijní program: Studijní obor:

Autor práce: Školitel práce: P2301 Strojní inženýrství Výrobní systémy a procesy

**Ing. Andrii Shynkarenko** prof. RNDr. David Lukáš, CSc. Katedra chemie





# 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.

25. srpna 2021

Ing. Andrii Shynkarenko

# Vývoj zařízení pro automatickou výrobu nanovlákenných přízí

## Abstrakt

Tato disertační práce předkládá kompletní postup od návrhu po realizaci a výsledky následného testování automatizované laboratorní linky pro výrobu rozmanitých mikro- a nanovlákenných struktur. Studium zvláknitelnosti a využití mikro- a nanovlákenných struktur je nekončící odborná práce, do které jsou zapojené stovky vědeckovýzkumných organizací a průmyslových podniků. Unikátní experimentální zařízení postavené v rámci disertační práce slouží jako nástroj pro studium tvorby mikro- a nanovláken a pro rozšíření oblastí využití vlákenných struktur vyhotovených pomocí tohoto stroje. Pro snazší orientaci je disertační práce rozdělena do 8-ti kapitol. Na začátku, po uvedení autorovy motivace a cílů, jsou popsané nezbytné teoretické znalosti a dovednosti pro pochopení technologií a jejich fyzikálních principů, které byly využité pro tvorbu vláken. Dále byla provedena literární a patentová rešerše na předmět existujících podobných strojů a způsobů výroby. Následně jsou popsány kompletní postupy návrhů laboratorní linky, do kterých spadá konstrukce, elektronika, automatizace a programování stroje. Další část práce pojednává o ověření funkčnosti automatizované laboratorní linky, pomocí které byla vyrobena řada mikro- a nanovlákenných struktur a provedena jejich základní morfologická analýza. Potom následuje kapitola "Diskuze a plány", kde autor uvádí návrhy pro pokračování vývoje a aktualizace zařízení.

**Klíčová slova:** automatizace, laboratorní výrobní linka, vestavěný systém, nanovlákna, metoda tažení (drawing), elektrické zvlákňování, nanovlákenná příze, scaffoldy, kapilární jevy.

Equipment development for the automatic production of nanofiber yarns

## Abstract

This dissertation presents the complete process from design to implementation and subsequent testing of an automated laboratory setup for the production of a variety of microand nanofibrous structures. The study of the spinnability and application of micro- and nanofibrous structures is a never-ending scientific pursuit involving hundreds of scientific research organizations and industrial companies. The unique experimental equipment built in the framework of this dissertation is used to study the formation of micro- and nanofibers and expand the fields of application of fiber structures made with this machine. For easier navigation, this dissertation has been divided into 8 chapters. In the beginning, the author introduces the motivation and goals, after that, the necessary theoretical knowledge is described. It is needed for understanding the technologies used to create the fibers. After that, a literature and patent review on existing similar machines and methods was conducted. Subsequently, the complete process from draft to full-scale laboratory line is described, involving machine design, electronics, automation, and programming. The next part of the thesis deals with verifying the functionality of the automated laboratory line, which was used to fabricate several micro and nanofibrous structures and perform basic morphological analysis of them. This is followed by a "Discussion and Plans" chapter, where the author provides suggestions for further development and updating of the equipment.

**Keywords:** automation, laboratory production line, embedded system, nanofibers, drawing method, electrospinning, nanofiber yarn, scaffolds, capillary phenomena.

# Poděkování

Z radostí využívám této příležitosti a chtěl bych touto cestou poděkovat za podnětné připomínky a podporu svým dvěma školitelům. Bohužel, pan profesor Olehla nás opustil a nedočkal se závěrečné kapitoly této práce. Pan profesor Lukáš bez váhání převzal tuto funkci a vedl mě po trnité cestě až k odevzdání práce. Také za cenné rady během každé etapy výroby bych chtěl poděkovat doktorovi Moučkovi.

Za pomoc při výrobě zařízení a týmové spolupráci patří poděkování Ing. Antonu Krotovovi, Ing. Jakubovi Taichovi a Dekelovi Azulay. Za pomoc při měření bych rád touto cestou poděkoval Ing. Šárce Hauzerové, Ing. Andree Klapšťové a celémů jejich družnému tymu.

Rád bych také poděkoval své rodině, která mi zajistila možnost získat vysokoškolské vzdělání a pokračovat v doktorském studiu.

Zvláštní poděkování patří mé úžasné manželce Natálce, protože to vše by nebylo možné bez její podpory a trpělivosti.

# Obsah

S	Seznam symbolů			9	
S	Seznam zkratek 11				
1	Úv	od		13	
	1.1	Mot	ivace	13	
	1.2	Cíle	disertační práce	14	
	1.3	Post	up řešení	15	
2	Teo	orie k	nanotechnologiím a tvorbě nanovláken	17	
	2.1	Elek	xtrické zvlákňování	18	
	2.1	1.1	Historie	18	
	2.1	1.2	Klasická sestava pro elektrické zvlákňování	20	
	2.1	1.3	Popis fyzikálních principů tvorby nanovláken	22	
	2.1	1.4	Faktory, které ovlivňují tvorbu a kvalitu vláken	25	
	2.2	Met	oda tažení	27	
	2.2	2.1	Historie	27	
	2.2	2.2	Klasická sestava pro výrobu vláken metodou tažení	28	
	2.2	2.3	Popis fyzikálních principů tvorby vláken	30	
	2.2	2.4	Faktory ovlivňující tvorbu a kvalitu vláken	33	
	2.3	Výh	ody orientace a speciálních tvarů nanovlákenných struktur	34	
	2.3	3.1	Paralelizovaná vlákna	35	
	2.3	3.2	Tubulární struktury	35	
	2.4	Sou	hrn kapitoly	36	
3	Pop	ois so	učasného stavu řešeného tématu; literární a patentová rešerše	37	
	3.1	Zaří	zení na výrobu vláken metodou elektrického zvlákňování	37	
	3.2	Zaří	zení na výrobu vláken metodou tažení	45	
	3.3	Zaří	zení pro automatický sběr a zpracování nanovlákenných struktur	46	
	3.3	3.1	Sběr nanovláken	47	
	3.3	3.2	Formování nanovláken	50	
	3.4	Sou	hrn kapitoly	51	
4	Rea	alizac	e zařízení pro výrobu nanovlákenných tubulárních struktur	52	
	4.1	Pop	is a součásti technologického vývoje	52	
	4.2	Výr	oba vláken metodou elektrického zvlákňování	54	
	4.2	2.1	Rotující kolektor	54	

	4.2	.2	Dávkování polymeru pro elektrické zvlákňování	57
	4.2	.3	Ohřev roztoku	59
	4.3	Sim	ulační modely	61
	4.3	.1	Simulace elektrického pole. Výpočtový model	61
	4.3	.2	Simulace vlivu natočení kolektoru na intenzitu el pole	63
	4.3	.3	Simulace vlivu tvaru průřezu tyčí kolektoru	66
	4.4	Sběr	nanovláken, jejich formování a interakce mezi stroji	68
	4.4	.1	Interakce mezi stroji	69
	4.4	.2	Koncový efektor manipulátoru	70
	4.4	.3	Sběr nanovláken z rotujícího kolektoru	72
	4.4	.4	Formování nanovlákenné příze	73
	4.5	Výro	oba nanovláken pomocí metody tažení	76
	4.5	.1	Extrudér pro husté polymerní roztoky	77
	4.5	.2	Ohřívač pro výrobu vláken z taveniny	79
	4.5	.3	Další navržené efektory pro manipulátor	80
	4.6	Náv	rh a výroba pracovního stolu	80
	4.7	Soul	ırn kapitoly	82
5	Ele	ktron	ika a automatizace procesu	83
	5.1	Prop	ojení elektroniky zařízení	84
	5.2	Zajiš	štění přesného polohování rotačních a lineárních pohybů	87
	5.3	Prog	ramování firmwaru pro ovládání hardwaru zařízení	89
	5.4	Návi	rh vestavěného ovládacího uživatelského modulu	92
	5.5	Graf	ické uživatelské rozhraní	95
	5.6	Kon	iunikační protokol mezi hardwarovou částí a vestavěným ovládacím	06
	57	mou Zajiž	ulem štění možnosti aktualizací zařízení	90 07
	5.8	Soul	nrn kapitoly	99
6	Evr	orim	enty a anlikaça	100
U	<b>Ел</b> р 6.1	Znáz	zornění nanovlákenných struktur	100
	6.1	.1	Struktura typu jádro - plášť	100
	6.1	.2	Obklopení tubulárních objektů nanovlákennou vrstvou	101
	6.1	.3	Stoprocentní nanovlákenná příze vyhotovená metodou tažení nebo	
	5.1	-	elektrického zvlákňování	102
	61	.4	2D orientovaná struktura nanesená metodou tažení na podložku	
	0.1		vyrobenou metodou elektrického zvlákňování	103
			vyroothou motouou ciekurekeno zvraknovani.	103

	6.1	1.5	Modifikace metody STEP	103
	6.2	Ma	teriály pro experimenty	104
	6.3	Vyl	notovení některých struktur	106
	6.3	3.1	Ověření základních technologií	107
	6.3	3.2	Vyhotovení vzorku typu jádro - plášť	108
	6.3	3.3	Obklopení tubulárních objektů nanovlákennou vrstvou	110
	6.3	3.4	Nanovlákenná dutá trubicovitá struktura	111
	6.3	3.5	Orientované struktury vyhotovené metodou tažení	111
	6.3	3.6	Výroba vláken metodou STEP	112
	6.4	Sou	ıhrn kapitoly	113
7	Dis	kuze	e a plány	114
	7.1	Zdo	okonalování zařízení	114
	7.1	1.1	Bezkontaktní zjištění přítomnosti a orientace vláken	114
	7.1	1.2	Použití taveniny na drawing/STEP metodu	115
	7.1	1.3	Další zdokonalování zařízení	117
	7.2	Odl	borné ohlasy práce	118
	7.3	Sou	ıhrn kapitoly	119
8	Záv	věr		120
	8.1	Zho	odnocení výsledků pro vědní obor a pro praxi	121
	8.2	Doj	poručení na pokračování práce	122
S	eznam	n pou	žité literatury	123
S	eznam	n odb	orných publikací autora	138
S	eznam	n pate	entů, funkčních vzorků a softwarů	140
S	eznam	n obra	ázků	141
S	eznam	ı tabı	ılek	145
S	Seznam příloh			146

# Seznam symbolů

$V_{ m C}$	kritické elektrické napětí
h	délka kapiláry
R	poloměr kapiláry
γ	povrchové napětí kapaliny
l	velikost vzduchové mezery mezi špičkou zvlákňovací elektrody a
	kolektorem
E	vektory elektrického pole
q	náboj
Κ	kritická elastická energie
ξ	deformační gradient
$v_0$	počáteční rychlost tažení
τ	relaxační čas
δ	míra narušení (výchylka kapaliny od tvaru dokonalého válce)
λ	vlnová délka
μ	růstový faktor míry narušení
$\Delta L$	kompenzační vzdálenost
$L_0$	počáteční délka příze
Z.	zákrut příze na jednotku délky
d	průměr příze
$\varphi$	úhel zákrutu
$L_p(t)$	délka příze (roste s časem)
D	průměr kartáče
$L_k$	vzdálenost mezi kartáči
$L_p$	délka příze
$V_s$	průtok roztoku stříkačkou
$d_s$	vnitřní průměr stříkačky
$l_s$	max. délka stříkačky
$d_j$	průměr jehly
$l_j$	délka jehly
$C_{smax}$	maximální rychlost proudění roztoku stříkačkou
C <sub>smin</sub>	minimální rychlost proudění roztoku stříkačkou
$\rho_r$	hustota roztoku
v <sub>r</sub>	kinematická viskozita roztoku
$\eta_r$	viskozita roztoku
$\lambda_s$	součinitel tření pro stříkačku
$\lambda_j$	součinitel tření pro jehlu
ξ	místní ztrátový součinitel
$d_p$	přechodový průměr
$p_s$	maximální tlak na píst stříkačky
t	teplota
ρ	hustota

γ	součinitel teplotní objemové roztažnosti
$d_h$	vnitřní průměr hadiček
$l_h$	celková délka hadiček
$V_h$	objem kapaliny v hadičkách
Re	Reynoldsovo číslo
С	rychlost proudu kapaliny
V	objemový průtok soustavou
$d_z$	vnitřní průměr zásobníku
$h_z$	vnitřní výška zásobníku
$V_z$	objem zásobníku
$d_{otl}$	malý průměr dutiny otopného tělesa
$d_{ot2}$	velký průměr dutiny otopného tělesa
$d_{ot3}$	malý průměr otopného tělesa
$d_{ot4}$	velký průměr otopného tělesa
lot1	vnitřní délka otopného tělesa
l <sub>ot2</sub>	vnější délka otopného tělesa
$A_{ot}$	plocha spirály otopného tělesa
t <sub>ot</sub>	tloušťka spirály otopného tělesa
V <sub>ot</sub>	objem kapaliny v otopném tělese
ξot	ztráta v otopném tělese (ztrátové součinitele místních odporů)
$\varDelta p_{\mathrm{\check{c}}}$	potřebný dopravní tlak čerpadla
m <sub>voda</sub>	minimální množství kapaliny v okruhu bez ohřevu
C <sub>p</sub>	měrná tepelná kapacita vody
Q	potřebné teplo pro ohřev
Po	potřebný výkon ohřívače pro statický objem

# Seznam zkratek

2D	Dvoudimenzionální
3D	Třídimenzionální
API	Rozhraní pro programování aplikací
AVČŘ	Akademie věd České republiky
CNC	Počítačově číslicově řízené
CSI	Camera Serial Interface
ČSN	České technické normy
DC	Stejnosměrný motor
DIY	Do it yourself
DLP	Digital Light Processing
DMAC	Dimethylacetamide
DSI	Display Serial Interface
FP	Fakulta pedagogická
FS	Fakulta strojní
FT	Fakulta textilní
GMP	Good Manufacturing Practices
GPU	Grafický procesor
GUI	Graphic User Interface
HDMI	High-Definition Multi-media Interface
HF	Vysokofrekvenční
HID	Human Interface Device Profile
HV	Vysokonapěťový
$I^2C$	Multi-masterová počítačová sériová sběrnice
IDE	Programové vybavení pro vývojáře
ISIC	International Student Identity Card
ISO	International Standards Organization
ITIC	International Teacher Identity Card
KKY	Katedra aplikované kybernetiky
KNT	Katedra netkaných textilií a nanovlákenných materiálů
KSA	Katedra výrobních systémů a automatizace
LCD	Displej z kapalných krystalů
LED	Elektroluminiscenční dioda
MEW	Melt Elektrowriting
MIT	Massachusettský technologický institut
NTC	Negistor
OS	Operační systém
PCL	Polykaprolakton
PDP	Pipety s pozitivním vytlačením
PEO	Polethylenoxidem
PLCL	Polykaprolaktonu
PMMA	Polymethylmethakrylát

PVA	Polyvinylalkohol
PVDF	Polyvinylidenfluoridu
PWM	Pulzně šířková modulace
RAM	Operační paměť
RFID	Radio-Frequency Identification
RGB	Systém barevného zobrazení: červená, zelená, modrá
SDA	Synchronous data
SEM	Rastrovací elektronový mikroskop
SGS	Studentská grantová soutěž
SLA	Stereolitografie
SLC	Synchronous clock
SSH	Zabezpečený komunikační protokol v počítačových sítích
STEP	Spinneret based Tunable Engineered Parameters
SVOČ	Studentská vědecká a odborná činnost
RIV	Rejstřík Informací o Výsledcích státem podporovaného výzkumu a vývoje
TUL	Technická Univerzita v Liberci
UID	Identifikátor uživatele
USB	Univerzální sériová sběrnice
UV	Ultrafialové záření

# 1 Úvod

Lidstvo se vždy snažilo poznávat svět, ve kterém žije. Vedeni touto touhou se vědci ponořovali do studia věcí kolem nás stále hlouběji a s větším smyslem pro detail. Díky této důslednosti byl po mini- a mikro světech objeven i nanosvět spolu s jeho unikátními vlastnostmi. Věda a výzkum kolem nanovláken a jejich využití je vždy aktuální téma, které nemá tendenci být zapomenuto. Každý rok se objevují nové oblasti použití této technologie a zájem o ni neustále roste jak ve výzkumných laboratořích, tak v průmyslu.

V úzké spolupráci s oddělením Bioinženýrství na Katedře chemie FP TUL a Katedrou netkaných textilií na FT TUL, pod vedením prof. Davida Lukáše, bylo navrženo postavit do té doby neexistující stroj, který by umožňoval provedení velkého počtu různých experimentů pro výrobu takzvaných přesných nanovlákenných přízí, výrobu vícevrstvých tubulárních struktur a také umožňující spojit dvě úplně rozdílné technologie výroby nanovláken, kterými jsou elektrické zvlákňování a výroba individuálních mikrovláken metodou tažení.

### 1.1 Motivace

Hlavním motivujícím faktorem doktorské práce byla snaha vytvořit zařízení - katalyzátor pro další vědeckou práci - pro užitečný návazný výzkum a vývoj nanovlákenných materiálů. Primárním cílem je využít zamýšlený laboratorní stroj pro aplikační sféru - zdravotnictví. Například na výrobu testovacích vzorků drenážního implantátu pro léčbu onemocnění glaukomu. Další využití se plánuje v elektrotechnice, například pro vývoj miniaturních flexibilních/ohebných kondenzátorů. Dále, díky spojení dvou technologií tvorby nanovláken, by zařízení mělo umožnit měnit výrobní parametry mimo jiné díky unikátní konstrukci koncového efektoru manipulátoru pro sběr a tvorbu zákrutu. Tento stroj otevírá také nové možnosti pro tvorbu a testování nových nanovlákenných vícevrstvých struktur. Například stále se objevují další možnosti využití, jako je vývoj senzorů ve formě nití obsahujících nanovlákna, výroby umělých svalů, cév nebo materiálů pro záchyt a testování chemických látek. Zařízení, vyvinuté v rámci této disertační práce, používají i studenti pro tvorbu bakalářských, inženýrských a dokonce i disertačních prací.

#### 1.2 Cíle disertační práce

Stěžejním cílem disertační práce je vyvinout laboratorní technologické zařízení pro automatizovanou výrobu přesných tubulárních a niťových struktur tvořených z mikro- a nanovláken. Přičemž velký důraz je kladen na paralelní orientaci vláken ve vytvořených strukturách. Hlavními předpokládanými i existujícími uživateli daného laboratorního zařízení jsou především vědecko-výzkumné organizace a univerzitní laboratoře.

Jedná se o multifunkční automatizovanou linku, která se skládá ze zařízení pro výrobu mikro- a nanovláken pomocí technologie elektrického zvlákňování, zařízení pro výrobu mikro a nanovláken pomocí metody tažení a manipulátoru zajišťujícího sběr nanovláken z vedlejších strojů s jejich následným formováním do vícevrstvé příze s požadovanou strukturou, tj. především zákrutem. Automatizovaná linka musí být umístěna v zakrytovaném prostoru s digestoří pro odsávaní škodlivých látek, které se mohou uvolnit z rozpouštědel a materiálů použitých během experimentů.

Jeden z primárních požadavků na navrhované zařízení spočívá v myšlence o rozvíjení výrobních možností v oblasti variability nanovlákenných struktur, a proto při navrhování zařízení byl také kladen požadavek na zabezpečení dostatečné míry modulárnosti stroje. Řízení a konstrukce zařízení musí být přizpůsobeny k jednoduchým aktualizacím a rozšířením.

Aby zamýšlený laboratorní stroj byl použitelný, je potřeba dosáhnout opakovatelnosti/reprodukovatelnosti výroby jednotlivých nanovlákenných struktur. Proto je potřeba zabezpečit co nejvyšší úroveň automatizace výroby s minimálním dohledem a zásahy obsluhy.

Systém řízení, software, firmware a hardware musí být také navrženy zcela na míru a vyhovovat výše uvedeným požadavkům.

Vedlejším cílem této disertační je zpracování technické dokumentace, aby spolu s textem práce sloužily jako podklad pro zaškolení provozovatele zařízení, případně pro opravy či modernizaci.

Hlavním požadavkem pro nanovlákenné tubulární struktury byla výroba vícevrstvých nanovlákenných přízí s použitím kombinace metody tažení a elektrického zvlákňování.

#### 1.3 Postup řešení

Pro úspěšnou realizaci disertační práce byl kladen důraz na management projektu. Na začátku řešení disertační práce byly stanoveny přesné cíle, navržen postup a harmonogram řešení. Byl sestaven seznam potřebných materiálů atd., což je na první pohled modelem konvenčního/běžného přístupu k vedení a řešení projektu. Konvenční metody řízení vyžadují přesnou specifikaci výsledného produktu, ale charakter této dané disertační práce a její naplň je v určité míře inovativní a experimentální, což přesnou specifikaci částečně omezuje. Během řešení projektu nebyly dostupné odpovídající podklady pro jeho realizaci, nebo podklady nestačily pro stanovení odhadu nákladů a času pro dosažení cílů projektu. V průběhu řešení také docházelo k určitým korekcím plánovaných výstupů.

Na základě výše uvedených bodů bylo rozhodnuto aplikovat agilní metodiky pro řešení disertační práce. Na obrázku 1.1 jsou schematicky znázorněny dva druhy postupu řešení dané úlohy.



Konvenční:

*Obrázek 1.1: Schematické znázornění dvou přístupů k řešení projektu: konvenční a agilní* 

Téma této disertační práce je velice rozsáhlé a mezioborové, proto byl můj postup inkrementální a empirický. Hlavní produkt disertační práce, což je laboratorní zařízení, byl rozdělen do určitých modulů a byl dodáván ve formě dílčích přírůstků. Každý z těchto přírůstků přinášel určitou hodnotu k úplnému a komplexnímu řešení. Empirismus se projevoval v postupném zkoušení hrubých funkčností zařízení a jejich předěláváním, optimalizací a zdokonalováním v jednotlivých iteracích mé práce. Důležitým bodem při řešení problému byla těsná spolupráce s budoucími uživateli stroje. Konečný uživatel ode

mne přijímá iterativní dodávky, vyjadřuje se k nim a koriguje požadavky a další směr vývoje zařízení. Během řešení daného projektu po určitých iteracích (obzvlášť konstrukčních) proběhly diskuze s plánovanými provozovateli zařízení a jejich požadavky a připomínky byly hned zohledněny.

Iterace jsou podrobněji popsány v kapitolách 4 a 5. Obecně se dá práce rozdělit do úvodní části, kde jsou popsané teoretické dovednosti a rešerše postavené úlohy, dále následuje návrh a realizace zařízení a poslední část je věnována experimentálním zkouškám, kterými ověřuju funkčnost realizovaného zařízení.

# 2 Teorie k nanotechnologiím a tvorbě nanovláken

Vzhledem k tomu, že vlastní téma této disertační práce je mezioborové, je vhodné pro pochopení předmětu a sledovaných cílů disertační práce uvést čtenáře do tématu nanotechnologií. To znamená objasnit základní pojmy a seznámit se základnými principy zvlákňování.

Oblast nanotechnologie obsahuje jevy techniky, zařízení nebo struktur, jejichž rozměry odpovídají velikosti nanometrů, tedy úrovni atomového a molekulárního měřítka. Za nanotechnologie lze označit jen takové systémy a materiály, jejichž aplikace nebo způsoby tvorby mají alespoň jeden rozměr nebo svoji vnitřní strukturu v intervalu velikostí 1-100 nm (tj. 0,001 – 0,1  $\mu$ m) [1]. Dále musí nanotechnologie využívat fyzikálních nebo chemických vlastností na úrovni skupin atomů a molekul tak, že výsledné materiály mají neobvyklé charakteristiky v porovnání se stejným materiálem nebo systémem, který nemá složky s rozměry o větších měřítcích [1]. Vykazování neobvyklých fyzikálních vlastností souvisí s vysokým poměrem povrchu k objemu nanovláken. Například nanovlákna s průměrem ~100 nm mají specifický povrch ~1000 m<sup>2</sup>/g. [1]. Výhoda velkých povrchových ploch ve vláknech je často kombinována s flexibilitou povrchové funkčnosti, kterou lze použít např. pro biomedicínské účely. Díky těmto vlastnostem jsou polymerní nanovlákna optimálními kandidáty pro mnoho důležitých aplikací [2–5].

První pokusy o výrobu nanomateriálů jsou známy již z třicátých let minulého století a první zmínky o tomto jevu pocházejí z roku 1888 (Boys). V posledních letech pojem nanotechnologie je jedním z nejvíce užívaných termínů řady vědních oborů. Nanotechnologie mají obrovský význam pro světovou ekonomiku a společnost zejména v oboru polovodičů, informačních technologií a molekulárního inženýrství. Věda a výzkum v rozměrech nanometrů znamená významný pokrok v materiálovém inženýrství, nanoelektronice, medicíně, energetice, biotechnologiích, informačních technologiích, atd. Nanotechnologie je označována jako další průmyslová revoluce [6].

Pojem zvlákňování vyjadřuje praktickou schopnost tvořit vlákna z daného materiálu. V současné době existuje řada metod pro tvorbu nanovláken. Některé mají malou produktivitu a jsou spíš vhodné pro laboratorní přípravy, jiné se podařilo posunout do úrovně vhodné k průmyslové produkci. Mezi ně patří: elektrické zvlákňovaní neboli elektrospining (angl.. electrospinning) [3, 5, 6], dloužení (drawing) [7], foukání taveniny (meltblown), odstředivé zvlákňování (force spinning) [8], syntéza s pomocí šablon (template synthesis) [9, 10], fázová separace (phase separation) [11] a další [2–4, 12]. V této disertační práci se

soustředím hlavně na dvě technologie: metodu tažení (neboli drawing) a metodu elektrického zvlákňování.

Dobře víme, že "bez respektování historie není možné porozumět současnosti, natož plánovat budoucnost", proto je nejdříve popsán vznik technologií, s důrazem na technologické aspekty vývoje. Dále je uvedeno, jaké součásti jsou nezbytné pro výrobu mikro a nanovláken, popis samotné výroby vláken a také je popsáno, jaké faktory ovlivňují tvorbu, kvalitu a morfologie vláken.

#### 2.1 Elektrické zvlákňování

#### 2.1.1 Historie

Elektrické zvlákňování není novou technologií. Její základy položil už v 16. století anglický lékař a vědec William Gilbert, který popsal chování magnetických a elektrických jevů [13], ale praktické využití této technologie nastalo až na začátku 20. století. První patenty zabývající výrobou vláken z polymerů pomocí elektrického zvlákňovacího procesu vznikly již v roce 1902 - 1903 a patří Johnu Cooleyovi a Williamu James Mortonovi [14-16]. Také bych chtěl uvést přínos vědce českého původu Johna Zeleného, který v roce 1914 začal pokusem o matematický model chování tekutin vystavených elektrickým silám. Zelený objevil, že trysky kapaliny podobné jemným vláknům mohou být emitovány z elektricky nabité kapičky kapaliny za přítomnosti elektrického potenciálu. Jeho pokusy položily základ moderní techniky elektrického zvlákňování z jehly [17], tzv. needle-electrospinning. Ale zásadní patent, ve kterém bylo podrobně popsáno elektrické zvlákňování z polymeru, se objevil až v roce 1934. Jeho původcem je Anton Formhals. V dalších letech 1934-1944 Anton Formhals publikoval řadu patentů popisujících experimentální nastavení pro výrobu polymerních vláken za použití elektrické síly, čímž významně přispěl k rozvoji elektrického zvlákňování pomocí vysokonapěťového elektrického pole [18]. Jeho polymerní vlákna byla vytvořena z roztoku acetátu celulózy vloženého do elektrického pole mezi dvěma elektrodami nesoucími elektrické náboje opačné polarity. Jedna z elektrod byla umístěna do roztoku a druhá na kolektor. Jednoduché schéma nastavení je vidět na obrázku 2.1. Navzdory časnému objevu nebyl tento postup komerčně využíván a byl zastíněn jinými tehdejšími technikami výroby vláken.



Obrázek 2.1: Schematické znázornění experimentálního zařízení pana Formhalse

Další důležitý nález učinil Geoffrey Ingram Taylor v 60. letech. Taylor vytvořil teoretický základ elektrického zvlákňování, který se používá dodnes. Jeho práce přispěla k elektrickému zvlákňování matematickým modelováním tvaru kužele, tvořeného kapičkou tekutiny pod účinkem elektrického pole, který je podle něj pojmenován jako "Taylorův kužel" [3].

V 70. letech byly podniknuty některé pokusy o komercializaci výroby nanovláken. Například společnost Bayer předložila řadu patentů o zvlákňování [19] a společnosti jako Donaldson Company a Freudenberg již používaly výsledek procesu elektrického zvlákňování ve svých produktech pro filtraci vzduchu a kapalin [20].

V polovině 90. let se výroba nanovláken stala významnou oblastí výzkumu. Nejdůležitější výzkum v této oblasti provedla skupina Renekera na univerzitě v Akronu [21, 22] a skupina Rutledge na MIT [23–26]. Studie ukázaly, že mnoho organických polymerů by mohlo být elektricky zvlákňováno a vyhotovené vlákno může dosáhnout rozměru nano. Také ve svých studiích charakterizovali tato elektricky zvlákňovaná vlákna. Byl to přelomový okamžik, a od té doby se publikace o elektrickém zvlákňování každým rokem exponenciálně zvyšují (viz obrázek 2.2).



Obrázek 2.2: Počet publikací s klíčovým slovem "electrospinning" na Web of Science [27]

V současné době metoda elektrického zvlákňování nabízí možnost přípravy jemných vláken z různých materiálů, jako jsou syntetické a přírodní polymery, polymerní blendy/směsi, jakož i kovy a keramické materiály [28]. Elektrické zvlákňování je zatím nejefektivnější metodou přípravy nanovláken [29].

#### 2.1.2 Klasická sestava pro elektrické zvlákňování

Pro získaní nanovláken metodou elektrického zvlákňování je potřeba disponovat třemi základní prvky: zdroj vysokého elektrického napětí, který je použit na vytvoření elektrického pole (o intenzitě nad 0.5 kV/cm) mezi kapkou polymerní taveniny nebo polymerního roztoku na špičce jehly a kolektorem. Kolektor je druhá nezbytná součást. Kolektorem je zpravidla elektroda, která slouží pro zachycení nanomateriálu. Poslední prvek experimentální soustavy je přesný lineární dávkovač, který zajištuje dávkování materiálu (například polymerního roztoku), ze kterého budou nanovlákna vyhotovena. Schematický diagram typické sestavy pro elektrické zvlákňování je vidět na obrázku 2.3, kde (1) - stříkačka s roztokem polymeru, (2) - kovová jehla, (3) - zdroj vysokého napětí, (4) - uzemněný kolektor a (5) - lineární dávkovací zařízení, například injekční pumpa.



Obrázek 2.3: Schematický diagram typické sestavy pro elektrické zvlákňování

Pro provedení experimentu výroby nanovláken stačí obyčejná medicínská jehla a kus hliníkové fólie, ty poslouží jako zvlákňovací tryska a sběrač. Dále je potřeba naplnit stříkačku polymerem ve formě roztoku nebo taveniny, který má být elektricky zvlákňován. Na injekční stříkačku je potřeba působit určitou rychlostí pomocí modulačního injekčního čerpadla. Zdroj vysokého napětí určité polarity se používá na vytvoření elektrického pole (o intenzitě nad 0.5 kV/cm) mezi kapkou polymerní taveniny nebo polymerního roztoku na špičce kovové jehly a kolektorem. Pohyb polymerního roztoku přetvořeného v trysku se pak zrychluje směrem k uzemněnému kolektoru. Kolektor je zpravidla napojený na zdroj vysokého napětí s opačnou polaritou. Elektrické zvlákňování se obvykle provádí při

pokojové teplotě s atmosférickými podmínkami, ale v některých případech může být vyžadováno dobře kontrolované a řízené prostředí (např. s vhodnou vlhkostí, teplotou a tlakem). V takovém případě je oblast elektrického zvlákňování uzavřena do speciálního zakrytovaného prostoru.

Existují tři typická umístění jehly vůči kolektoru při elektrickém zvlákňování: horizontální a vertikální buď shora dolů, nebo zdola nahoru [30–32]. V horizontálním systému jsou špička jehly a kolektor uspořádány tak, že elektrické zvlákňování probíhá paralelně se zemským povrchem. Gravitace v tomto případě působí kolmo na převažující směr elektrické síly a rychlost kapaliny. V systému shora dolů dochází k tvorbě vláken ve směru gravitace. V systému zdola nahoru dochází k tvorbě vláken proti směru gravitace [33]. Jehla také může mít v sobě více otvorů pro tvorbu koaxiálních nanovláken [34].

Během procesu klasického elektrického zvlákňování s využitím statického plochého kolektoru, na který se nanovlákna zachytávají, vzniká neorientovaná nanovlákenná vrstva. Ale existuje metoda, pomocí které lze ovlivnit jejich převažující orientaci. Pro tvorbu vrstvy paralelně orientovaných nanovláken je potřeba během elektrického zvlákňování použít speciální kolektory [35, 36]. Tvar kolektoru a také jeho statický nebo dynamický typ hraje důležitou roli při utváření morfologie nanovlákenných vrstev. Dále je uvedeno několik typů kolektorů, které ovlivňují charakter uspořádání nanovláken ve výsledné vrstvě. Níže na obrázku 2.4 je vidět schematické znázornění takových kolektorů. Jejich varianty jsou:

- a) Hladký rotující válec. Orientace vláken kolmo na osu válcovité elektrody je podmíněna dostatečně velkou obvodovou rychlostí. Kolektor však neposkytuje vysoce paralelizovaná nanovlákna a vyžaduje optimalizaci rychlosti otáčení bubnu, protože vysokorychlostní otáčení bubnu může způsobit poškození nanovláken [12, 37].
- b, c) Drátěný rotující válec nebo kolektor karuselového typu [38]. Daný typ kolektoru může vést k vysoce orientovaným nanovlákenným strukturám, ale nevýhodou je tvorba silných vrstev v místech zachycení vláken, kde po určité dosažené tloušťce zachycené nanovlákenné vrstvy nemusí k další orientaci vláken docházet [39].
- d) Hladký disk rotující v rovině procházející osou zvlákňovací trysky se také používá k získání vysoce vyrovnaných nanovlákenných svazků. Je však třeba optimalizovat rychlost otáčení disku, aby nedocházelo k poškozování nanovláken. Nevýhodou tohoto způsobu je také menší plocha, na kterou se zvlákňuje [40].

 e) Statické paralelní elektrodové kolektory. Produkují vysoce vyrovnaná nanovlákna. Je však obtížné získat silnější nanovlákennu vrstvu nebo delší paralelní úseky nanovláken [41].



Obrázek 2.4: Schematické znázornění kolektoru pro elektrické zvlákňování: a) hladký rotující válec, b) drátěný rotující válec, c) kolektor karuselového typu, d) hladký disk rotující v ose zvlákňovací trysky, e) statické paralelní elektrodové kolektory. (Obrázky inspirovány [12])

Mimo uvedené kolektory existuje ještě mnoho dalších, například statické kolektory určité geometrie [12], kolektor typu vodní lázně [42] nebo rotující kotouč s prohlubní po obvodu [12] apod. Ale dopodrobna probírat každý z nich není podstatné pro dané téma disertační práce.

#### 2.1.3 Popis fyzikálních principů tvorby nanovláken

Na první pohled elektrické zvlákňování působí jako velmi jednoduchá a snadno kontrolovatelná technika výroby nanovláken. Ale na rozdíl od jednoduchosti sestavy pro tyto způsoby výroby nanovláken jsou fyzikální mechanismy elektrického zvlákňování mnohem komplikovanější. Modelování procesu formování vláken je předmětem rozsáhlého výzkumu [43]. Tvorba nanovláken je založena na jednoosém dloužení viskózního a elastického roztoku působením elektrické síly. Přesněji řečeno, kapka polymerního roztoku držená jeho povrchovým napětím na otvoru zvlákňovací trysky (špičce kapiláry) je vystavena působení elektrických sil vlivem vysokého napětí. V důsledku tohoto elektrického pole je na povrchu kapaliny indukován elektrický náboj. Se zvyšováním intenzity elektrického pole, odpudivé elektrické síly postupně kompenzují síly povrchového napětí kapiček na rozhraní kapalina-vzduch a původně polokulovitý povrch kapek se prodlužuje do tvaru kuželu známého jako Taylorův kužel, o kterém jsme se již zmínili dříve v této kapitole. Pod rostoucím elektrickým polem kapička dosáhne kritického stavu, při kterém odpudivý elektrický tlak překoná tlak kapilární způsobený povrchovým napětím roztoku. To způsobí výstřik proudu/trysky nabité tekutiny ze špičky tak zvaného Taylorova kužele. Popsaný

proces je znázorněn na obrázku 2.5, kde fáze 1 - nedochází k deformaci kapiček, pokud není elektrické napětí. Fáze 2 - náboje se hromadí kolem kapičky při aplikaci nízkého napětí. Fáze 3 - Coulombova repulze/coulombické odpuzování přemůže povrchové napětí a kapička se začne deformovat do tvaru Taylorova kuželu. Fáze 4 - při vysokém napětí Taylorův kužel přejde do "tryskového režimu" a ze špičky se vytlačí vlákno.



*Obrázek 2.5: Schematické znázornění fází deformace kapiček roztoku polymeru / taveniny na kapilární špičce při elektrickém zvlákňování* 

Vystřikované trysky polymerního roztoku procházejí nestabilním a rychlým bičujícím pohybem v prostoru mezi zvlákňovací jehlou a kolektorem, kde se rozpouštědlo (pokud bylo použito) odpařuje a vytváří ze zbylého polymeru elektricky nabité polymerní vlákno, které je cestou ke kolektoru mechanicky napjaté a zmenšuje se co do svého průměru [44, 45]. Fotografie menisku polyvinylalkoholu (PVA) ve vodném roztoku ukazující vlákno získané z Taylorova kužele procesem elektrického zvlákňování, jak je vidět na obrázku 2.6.



Obrázek 2.6: Fotografie menisku polyvinylalkoholu ve vodném roztoku ukazující vlákno získané z Taylorova kužele procesem elektrického zvlákňování [46][47]

Pro teoretický výpočet hodnoty kratičkého napětí Taylor odvodil vzorec, ve kterém popisuje formování kužele při dosažení kritického elektrického napětí  $V_{\rm C}$  na kapku na konci kapiláry o délce *h* a poloměru *R*. Tento vzorec je potřebný hlavně pro pochopení jevu elektrického zvlákňování, jeho matematicko-fyzikální podstaty.

$$V_c^2 = 4\ln\left(\frac{2h}{R}\right)(1.30\pi R\gamma)(0.09),$$
(1)

kde,  $\gamma$  – povrchové napětí kapaliny, l – velikost vzduchové mezery mezi špičkou zvlákňovací elektrody a kolektorem.

Taylor vyjádřil hodnotu úhlu, který nastane při rovnováze povrchového napětí polymerního roztoku s elektrickými silami. Jeho hodnota je 49,3°. Dalším zvýšením elektrického pole je dosaženo kritické hodnoty, při které dojde k překonání povrchového napětí a ze špičky Taylorova kuželu je vytažen nabitý proud kapaliny. Tento proud kapaliny je následně zachycen na kolektoru. Tak vznikají elektricky vyrobená nanovlákna, která mají zpravidla náhodnou orientaci a při odpařování rozpouštědla dojde k jejich ztuhnutí. Náboj na nanovláknech je neutralizován ionty vzduchu, nebo se časem rozptýlí do okolí. Tímto postupem nelze získat ujednocená nanovlákna, ale pouze nanovlákennou vrstvu [12].

Jednoduché kolektory s plochým tvarem umožňují rovnoměrné rozložení elektrického pole a na tyto povrchy se vlákna ukládají v náhodné orientaci. Ale z předchozí kapitoly víme, že existují i jiné typy kolektorů, pomocí kterých lze vytvářet paralelizované vlákenné vrstvy s vysokým stupněm uspořádání [48, 49]. Případ s rotujícími kolektory, kde orientace vláken je podmíněna její dostatečně velkou obvodovou rychlostí, je zcela srozumitelný a jednoduchý. Více zajímavé jsou ale kolektory, kde k orientaci vláken dochází nejenom rotací, ale pomocí manipulace s elektrickým polem. Mezi nimi jsou drátěný rotující válec, kolektor karuselového typu a statické kolektory s paralelními elektrodami.

Pro vysvětlení daného jevu se obrátíme na výsledky studia Dan Lia [50], kde byl namodelován a proveden experiment s elektrickým zvlákňováním na statické paralelní křemíkové destičky (viz obrázek 2.7).



Obrázek 2.7: Elektrické zvlákňování na statické paralelní křemíkové destičky podle Dan Lia [50]

Li *a kol.* uvedli, že vlákna mohou nabývat orientci, když jsou dvě elektrody kolektoru umístěny paralelně vůči sobě. Jelikož jsou obě destičky na stejné hodnotě elektrického napětí, čáry ukazující intenzitu elektrického pole (tzv. elektrické siločáry) se rozvětvují od singulární linie, která rozděluje meziprostorovou mezeru na polovinu (viz obrázek 2.7 b). V blízkosti dvou nabitých desek mají vektory E elektrického pole opačné směry. K tomu dochází v případě, pokud jsou dva identické náboje q umístěny v různých polovinách mezery mezi křemíkovými deskami. To znamená, že náboje budou tlačeny silou F = qE směrem k různým deskám.

Pro paprsek polymeru, který pod vlivem vysokého elektrického napětí začal svoji cestu od zvlákňovací jehly směrem ke kolektoru, tato specifická geometrie elektrod funguje jako přirozené zařízení pro paralelizaci úseků nanovláken. Když se řetězec kladně nabitých prvků spojených prostřednictvím viskoelastického média přiblíží k elektrodám a chystá se "přistát" mezi nimi, elektrická síla táhne části trysky/nanovlákna různými směry. Navíc, protože jsou nanovlákna nabitá, navzájem se odpuzují. Výsledkem je, že nanovlákna se vyrovnávají kolmo na podlouhlý směr desky a navzájem se nedotýkají. Schematické znázornění procesu zarovnání je uvedeno na obrázku 2.8.



Obrázek 2.8: Schematické znázornění procesu zarovnání paprsku nanovláken a jejich paralelizace mezi dvěma souhlasně nabitými podlouhlými deskami

#### 2.1.4 Faktory, které ovlivňují tvorbu a kvalitu vláken

Tato kapitola je velice důležitá pro pochopení vlivu různých technologických a materiálových parametrů pro získaní žádaných nanovláken a k jejich kontrole. Proces elektrického zvlákňování je ovlivňován řadou nastavitelných parametrů, které se dají rozdělit do určitých skupin: parametry zařízení/technologické parametry (aplikované napětí,

rychlost dávkování, vzdálenost mezi špičkou zvlákňovací jehly a kolektorem), parametry roztoku/materiálové parametry (koncentrace, vodivost, viskozita, povrchové napětí, molekulová hmotnost polymeru), okolní podmínky (teplota, vlhkost, tlak) a další proměnné. Protože je tato práce koncipována také jako rychlý průvodce pro budoucího uživatele zařízení, jsou všechny tyto proměnné a jejich účinky na proces a konečný produkt elektrického zvlákňování podrobně diskutovány v řadě vědeckých článků a navíc jsou představeny v tabulce 1 [33].

Název parametru	Účinek	Zdroj
Napětí na zvlákňovací elektrodě / kapiláře	Zvětšení: menší Taylorův kužel, tenčí vlákna, menší póry; velmi vysoké napětí způsobuje více polymerních trysek a může vést k tvorbě kuliček/kapek.	[51–54]
	Zmenšení: větší Taylorův kužel, silnější vlákna, větší póry; napětí pod prahovou hodnotou (Vc vzorce (1)) zastaví tvorbu paprsku.	
Rychlost dávkování	<ul> <li>Zvětšení: silnější vlákna, velké póry; nadměrný průtok způsobuje vydutý Taylorův kužel a vede k tvorbě "mokrých" nanovláken.</li> <li>Zmenšení: tenčí vlákna, menší póry; příliš malá rychlost dávkování způsobí, že Taylorův kužel ustoupí do trysky.</li> </ul>	[51–53, 55]
Vzdálenost mezi špičkou zvlákňovací jehly a kolektorem	Zvětšení: způsobí účinné snížení elektrické intenzity, což má za následek silnější vlákna; velká vzdálenost nemusí být vhodná pro roztoky s rozpouštědly s rychlým odpařováním. Zmenšení: pokles vzdálenosti způsobí efektivní zvýšení elektrické intenzity; pro tvorbu vláken je dostačující minimální vzdálenost.	[51, 53, 56]
Koncentrace polymeru	Zvětšení: silnější vlákna, větší póry; velmi vysoká koncentrace zastaví elektrické zvlákňování; při střední koncentraci na vláknech vznikají sraženiny připomínající fazole/korálky. Zmenšení: tenčí vlákna, menší póry; pokud je polymer dostatečně vodivý při poměrně nízkých koncentracích místo elektrospiningu dochází k elektrosprayingu.	[51, 53, 57]
Elektrická vodivost polymeru	Zvětšení: tenčí vlákna, menší póry; s extrémně vysokou vodivostí mohou vznikat nestability, při kterých je pravděpodobná tvorba několika trysek. Zmenšení: silnější vlákna, větší póry; pro elektrické zvlákňování je vyžadována minimální vodivost.	[51, 53, 58]
Viskozita polymeru	Zvětšení: silnější vlákna, větší póry; extrémně viskózní roztoky nelze elektricky zvlákňovat. Zmenšení: tenčí vlákna, menší póry; velmi nízká viskozita způsobuje tvorbu sraženin.	[51, 57, 59]

Tabulka 1: Stručný přehled faktorů, které mají vliv na tvorbu a kvalitu vláken

Dourshouá nanžtí	Zučtěpní vedo k postobilitě trugola roztoku a volmi vygolajím	[51 57
Povicilove napeti	Zveisem. vede k nestabilite trysek, tozioky s venin vysokym	[31, 37,
polymeru	povrchovým napětím nelze elektricky zvlákňovat.	60, 61]
	Zmenšení: velmi nízké povrchové napětí zvyšuje tendenci	
	k porušení paprsků a tvorbě kapek.	
Molekulární hmotnost	Zvětšení: snižuje se počet sraženin, ale vytvářejí se silnější	[51, 54,
polymeru	vlákna.	58]
	Zmenšení: tloušťka vláken klesá, ale při velmi nízké	
	molekulové hmotnosti se objevují sraženiny.	
Teplota vzduchu ve	Zvětšení: průměr vlákna se zmenšuje, ale při příliš vysoké	[51, 53,
zvlákňovací komoře	teplotě dochází k rychlejšímu odpařování rozpouštědla a	62]
	vlákna se můžou přestat chytat na kolektor.	
	Zmenšení: průměr vlákna se zvyšuje	
Vlhkost ve zvlákňovací	Zvětšení: vyšší vlhkost způsobuje tenčí vlákna v důsledku	[51, 53,
komoře	pomalejšího odpařování rozpouštědla; zvyšuje výskyt a	62–65]
	velikost kruhových pórů na vláknech.	
	Zmenšení: nižší vlhkost umožňuje efektivnější a rychlejší	
	odpařování rozpouštědla, což má za následek silnější vlákna.	

K ostatním parametrům, které můžou ovlivnit výsledný produkt, a které nejsou uvedeny v tabulce patří například:

- čas zvlákňování. Delší časy mají za následek akumulaci iontů v blízkosti trysky, což vede k nestabilitě procesu;
- parciální tlak par rozpouštědla. Rozpouštědla s vysokým parciálním tlakem se odpařují rychleji a mají tendenci produkovat tenčí vlákna [53, 66];
- doba relaxace řetězce polymeru v roztoku. Doba relaxace polymeru musí být nad určitou kritickou hodnotou, aby byl polymer zvláknitelný. Pokud je doba relaxace polymeru dostatečně velká, může se zvlákňování zlepšit i u příliš zředěných polymerních roztoků [67];
- relativní rychlost kolektoru. Zvýšení této rychlosti má za následek nižší průměr vlákna a stupeň orientace vláken má tendenci se zvyšovat až na kritickou rychlost, pak rychlost začíná být destruktivní [68, 69].

# 2.2 Metoda tažení

### 2.2.1 Historie

Jedná se o relativně novou metodu tvorby polymerních nanovláken s mnohem kratší historickou stopou než má elektrické zvlákňování. Poprvé byla metoda tažení použita Boysem v roce 1887 k výrobě torzního vlákna umožňujícího měření gravitační konstanty. Nejednalo se o vynález nové technologie výroby mikro- či nanovláken, byl jím prostě proveden úspěšný experiment pro získání tenkého skleněného vlákna pro měření gravitační

konstanty. Výroba vlákna probíhala následujícím způsobem: na konec šípu byl připevněn kousek skla, který následně ohřáli na nejvyšší možnou teplotu proudem kyslíkového vodíku, dokud se z roztaveného skla nevytvořila kulička. Poté byl šíp spolu s přiloženým roztaveným sklem vystřelen z kuše. Skleněný korálek zůstal kvůli setrvačnosti vzadu a šipka rychle odletěla. Mezi ocasem šípu a korálkem se poté vytáhla drobná skleněná nit [70].

První podrobnější zmínky o tažení nanovláken pocházejí z roku 1998. Ve svém článku Ondarcuhu a Joachim popsali technologii, pomocí které lze manuálním způsobem pomocí mikropipety vytáhnout z kapky polymerního roztoku vlákno, jehož průměr může sahat do oblasti několika nanometrů [7]. Ve své experimentální studii také popisují parametry, které ovlivňují zvláknitelnost polymerních vláken a faktory, za kterých dochází k přetržení vláken [71, 72].

Další studie, které jsou datované začátkem 21. století, byly zaměřené na testování zvláknitelnosti různých receptur polymerních roztoků, hledaly se aplikace pro tuto technologii v optice a elektronice [73]. Velký přínos pro rozvoj této technologie učinil Nain at al., který se ve svých pracích zabýval zkoumaním vlivu různých parametrů na průměr a kvalitu mikro a nanovláken vytvořených metodou tažení [74]. Také o pár let později se objevila technologie drawingu s názvem STEP (angl. Spinneret based Tunable Engineered Parameters), o které se zmíníme dále v této kapitole [75, 76].

V současné době se technologie drawing používá hlavně v nano-elektronice, pro výrobu otických senzorů [77] a také má slibné výsledky v oblasti regenerativní medicíny [78, 79]. Vlákna zpracovaná do příze mohou být použita jako biologické sondy pro snímání nepatrného množství kapaliny nebo pro identifikaci nebezpečných látek [80].

Důležité je si uvědomit, že pomocí této technologie se dají vyhotovit sub mikronová vlákna a při dodržení přesných technologických podmínek i nanovlákno. Experimentální studie ukázaly, že z určitých polymerních materiálů mohou být vyráběna vlákna o průměru menším než jeden mikron, jako je polykaprolakton (PCL), polyvinylalkohol (PVA), polyethylenoxid (PEO), polyvinylbutyral (PVB) a polymethylmethakrylát (PMMA) [74] a další.

#### 2.2.2 Klasická sestava pro výrobu vláken metodou tažení

Pro výrobu vláken metodou tažení jednotlivých nanovláken (anglicky drawing) nepotřebujeme zdroj vysokého napětí, ani kolektor pro navíjení vláken. Pro danou metodu je nejpřísnější požadavek kladen hlavně na přípravu polymerního roztoku. Dále budeme

potřebovat nějaký pevný hrot, například jehlu nebo kovový drátek, a jsme pro výrobu vláken vybavení. Na obrázku 2.9 je znázorněn manuální postup tažení vlákna.



Obrázek 2.9: Manuální postup tvorby nanovlákna metodou tažení

Proces tvorby mikrovlákna metodou drawing lze rozdělit do čtyř kroků:

- nanesení kapky polymerního roztoku na podkladový materiál;
- pohyb předmětu (tj. dloužícího nástroje), pomocí kterého budeme táhnout vlákno směrem k okraji kapky;
- kontakt jehly či kovového drátku s povrchem kapky polymeru;
- tažení vlákna z kapky polymeru určitou rychlostí;
- fixace vytaženého vlákna dotykem do pracovní plochy nebo na podkladový materiál.

Automatizovaný (robotický) postup vypadá velice podobně, pouze namísto jehly, kovového drátku apod. se používá mikropipeta se zásobníkem na určité množství roztoku polymeru a dávkovacím zařízením, které zabezpečí přesné dávkování (viz obrázek 2.10).



Obrázek 2.10: Robotický postup tvorby nanovlákna metodou tažení

Automatizovaný proces tvorby nanovlákna metodou drawing lze rozdělit do následujících kroků:

- pohyb mikropipety směrem k pracovní ploše;
- nanesení kapky polymerního roztoku na podkladový materiál;
- tažení vlákna z kapky polymeru určitou rychlostí;
- fixace vytaženého vlákna dotykem s pracovní plochou nebo s podkladovým materiálem.

Danou metodou je možné získat jednotlivá mikro- a nanovlákna nebo nanovlákenné struktury s požadovanou přesnou orientací (viz obrázek 2.11).



Obrázek 2.11: Nanovlákenné struktury s požadovanou přesnou orientací. a) Snímek mikrovláken vyrobených metodou drawing pořízený pomocí elektronového mikroskopu, b) paralelně orientovaná struktura mikrovláken, c) mřížka vyhotovená metodou tažení z jednotlivých vláken

Jednou z variací metody tažení je metoda STEP (angl. Spinneret based Tunable Engineered Parameters) [75, 76, 81]. Z hlediska fyzikálních principů tvorby vláken je to stejný proces, pouze mikropipeta vykonává vertikální pohyb a kontinuálně dávkuje polymerní roztok, zatímco speciální kolektor ve tvaru rámečku rotuje a navíjí vlákno na sebe. Schematické znázornění je vidět na obrázku 2.12.



Obrázek 2.12: Schematické znázornění metody tažení vláken STEP

Metoda STEP je náročnější na provozování, protože se přidávají další parametry, které je potřeba řídit najednou. Například otáčky rámečku, dávkování polymeru, vertikální zdvih mikropipety, kontrola přetrhu vlákna atd.

### 2.2.3 Popis fyzikálních principů tvorby vláken

Z technického hlediska tvorba vlákna metodou drawing je proces velmi jednoduchý: je potřeba určitým úsilím deformovat kapky polymerního roztoku tahem, aby vzniklo vlákno požadované délky a přitom nedošlo k jeho přetření. Viskozita materiálu na okraji kapičky se

zvyšuje odpařováním. Na začátku odpařování odpovídající části X křivky na obrázku 2.13 se natažené vlákno přetrhne kvůli Rayleighově nestabilitě. Během druhé fáze odpařování odpovídající části Y křivky se vlákna úspěšně vytvoří. V konečné fázi odpařování kapičky odpovídající části Z křivky se roztok koncentruje na okraji kapičky a dojde k přetržení způsobem překonání soudržných mechanických sil vlákna. Tažení vlákna tedy vyžaduje viskoelastický materiál, který může projít velkými deformacemi, přičemž musí být dostatečně soudržný/pevný, aby podporoval mechanická napětí vyvinutá během tažení. Proces tažení lze považovat za suché zvlákňování na molekulární úrovni [3].



*Obrázek 2.13: Schematické znázornění délky taženého nanovlákna jako funkce rychlosti tažení a viskozity materiálu [3]* 

K přetržení může dojít pokud napětí překročí mez pevnosti v tahu. Viskoelastická kapalina je složena z molekul a ty mezi sebou vykazují mezimolekulární vazby druhého a vyššího řádu. Při mechanickém působení na kapalinu, která se nacházela v klidném stavu, se narušuje její původní struktura/uspořádání na molekulární úrovni a napětí mezi spojovacími body/sousedními molekulami se zvyšuje. Po tomto vybuzení se vazebné body snaží přeskupit do nové energeticky výhodnější polohy,. Proces přeskupení trvá určitý čas, který se v hydrodynamice nazývá relaxační čas (viz obrázek 2.14) [82].



Obrázek 2.14: Relaxační čas viskoelastické kapaliny [83]

Podle studie Andrzeje Ziabickeho dosažitelná délka vlákna bez pevnostního přetrhu se zvyšuje s kritickou elastickou energií *K* a snižuje s deformačním gradientem  $\xi$ , počáteční rychlostí tažení  $v_0$  a relaxačním časem  $\tau$  (viz obrázek 2.15 a 2.16) [84–86].



*Obrázek 2.15: Kritická délka dle pevnostního přetrhu v závislosti na deformačním gradientu. Označen násobek rychlosti a relaxačního času [83]* 



Obrázek 2.16: Kritická délka pevnostního přetrhu v závislosti na násobku rychlosti a relaxačního času. Označen deformační gradient [83]

Další příčinou, která může vést k přetržení, je povrchová nestabilita (tzv. Plateauova-Rayleighova nestabilita). Na základě řady experimentů popsal tento jev jako první Joseph Plateau a došel k závěru, že k nestabilitě spojené s povrchovým napětím a vlnami, které se vyvíjejí na povrchu kapalinového válce, dochází v momentě, kdy délka sloupce kapaliny dosáhne přibližně 3.13 násobek jeho průměru [87]. Lord Ryleigh později potvrdil tento číselný koeficient analytickým řešením [88].

(2)

Pro lepší představu Rayleigho-Plateauovu nestabilitu se dá pozorovat při volném pádu vodního sloupce. Jeho délka při pádu dosáhne kritické hodnoty a rozpadne se na kapičky (viz obrázek 2.17).



Obrázek 2.17: Znázornění Plateau-Rayleigho nestability

Kde  $\delta$  je míra narušení, která se dá popsat pomocí vzorce (3):

$$\delta(t) = \delta_0 \exp(\mu \cdot t) \cos\left(\frac{2\pi \cdot x}{\lambda}\right),\tag{3}$$

kde  $\lambda$  je vlnová délka ( $\lambda > 2\pi R$ ),  $\mu$  je růstový faktor míry narušení,  $\delta_0$ , je počáteční narušení/výchylka kapaliny od tvaru dokonalého válce.

K přetržení dojde v momentě, kdy narušení  $\delta$  dosáhne hodnoty zmenšujícího se průměru válcového tělesa [83, 84].

#### 2.2.4 Faktory ovlivňující tvorbu a kvalitu vláken

Faktory bych rozdělil do dvou skupin. První skupina bude obsahovat faktory, které mají vliv na přípravu polymerního roztoku, na jeho chemické složení a vlastnosti polymeru. Druhá skupina obsahuje faktory, které se uplatní během procesu tažení. Informace o ovlivňujících faktorech není tak rozsáhlá, jako je tomu při elektrickém zvlákňování, proto nebude uvedena ve formě tabulky.

Jak už bylo zmíněno dříve, příprava polymerního roztoku nebo taveniny pro zvlákňování metodou drawing vyžaduje materiál s výrazným viskoelastickým chováním, protože musí být odolný proti velké deformaci a přitom musí být dostatečně soudržný pro udržení napětí, které je vyvolané vlivem mechanického tažení.

K faktorům polymerního materiálu patří například:

- molární hmotnost a polydisperzita,
- koncentrace (poměr hmotnosti polymeru a rozpouštědla),
- viskozita,
- povrchové napětí polymeru.

Parametr, který je na hranici mezi chemickým složením a provozními podmínkami, je rychlost tuhnutí vlákna. Při zvlákňování z roztoku dochází k tuhnutí vlákna odpařováním rozpouštědla v průběhu dloužícího procesu, v případě používání zvlákňování z taveniny sestava musí zabezpečovat ochlazování polymerní taveniny [74].

Další provozní faktory, které ovlivňují průměr vlákna, jsou rychlost dloužení, teplota a vlhkost okolí.

Chtěl by podotknout, že pomocí manipulací s provozními faktorkami se dá například ovlivnit průměr vlákna. Tak například podstatnou výhodou této metody je možnost realizace různých průměrů vláken ve stejném dloužícím procesu se stejným polymerním roztokem. Nastavení času čekání mezi dotykem hrotu s polymerním roztokem s dalším výjezdem nahoru o malou vzdálenost před začátkem samotného dloužení umožňuje vytvářet vlákna různých průměrů (viz obrázek 2.18).



Obrázek 2.18: Manipulace s provozními faktorkami pro získání různých průměrů vláken

#### 2.3 Výhody orientace a speciálních tvarů nanovlákenných struktur

V této disertační práci je velká pozornost věnována orientaci vláken, protože díky orientaci vláken získává vrstva nanovláken speciální vlastnosti. Vyhotovená nanovlákenná vrstva s určitou orientovanou strukturou, nebo bez ní, se v oblasti tkáňového inženýrství a v biomedicíně nazývá nanovlákenný nosič nebo scaffold. Při dodržení podmínky biokompatibility a biodegradability scaffoldy můžou být použité v živých organizmech jako "lešení" a podpora růstu a proliferace buněk. Malý průměr vláken a velké mezivlákenné

póry společně s dodáním dostatečného množství živin, růstových faktorů a kyslíku, dovolují buňkám migrovat dovnitř nosiče [89].

### 2.3.1 Paralelizovaná vlákna

Využití scaffoldů z prostorově orientovaných vláken v oblastech biomedicíny a tkáňového inženýrství se testuje pro oblasti neurochirurgie, zejména při poškození míšních nervů vlivem úrazu. Nanovlákna, která jsou uložena v jednom směru, jsou vhodná pro kultivaci buněk míchy. Například studie Yang *a kol.* (2005) prokázala, že u orientovaných struktur mají výběžky nervové buňky, neboli axony, tendenci kopírovat směr vláken, kdežto u náhodně uspořádaných struktur k žádné výraznější orientaci axonů nedocházelo (viz obrázek 2.19) [90].



*Obrázek 2.19: Fluorescenční mikroskopie nervových kmenových buněk na (a) orientovaných a (b) neorientovaných mikrovláknech [90]* 

Dalším využitím nanovláken stejným způsobem mohou být náhrady svalové tkáně nebo například náhrady rohovky.

### 2.3.2 Tubulární struktury

Nanovlákenná vrstva zpracovaná do příze nebo zakroucená do tubulární struktury zaručuje především í lepší manipulaci s vytvořeným produktem a může být použita například v roli mikro pipety, kde při kontaktu nanovlákenného svazku s kapalinou dojde k vzlínání pomocí kapilárních sil a může být odebráno přesné množství kapaliny pro další analýzu. Schematické znázornění tohoto jevu je vidět na obrázku 2.20 [91–93].



Obrázek 2.20: Schematické znázornění (a) kapilárního jevu, (b) vzlínání kapaliny podél svazku paralelně orientovaných vláken

Výše popsaný princip lze aplikovat pro vyhotovení specifických nanovlákenných přízí pro glaukomové implantáty. Na řešení tohoto tématu již pracuje několik týmů Technické univerzity v Liberci a Akademie věd České republiky.

Využití tubulárních struktur je možné nejenom v oblasti medicíny, ale i v elektrotechnice, kde může sloužit pro vývoj miniaturních kondenzátorů, v případě použití vodivých polymerů v nano-elektronice [73], či pro výrobu optických senzorů [41, 94, 95].

#### 2.4 Souhrn kapitoly

Vzhledem k multidisciplinární orientaci disertační práce bylo nutné se nejdříve seznámit se světem nanovláken: s jejich jedinečnými vlastnostmi, s problematikou jejich tvorby a oblastí použití. Nyní jsme seznámeni s dvěma technologiemi, které budeme používat, a s minimálními požadavky na součásti, které k výrobě potřebujeme. Především již známe faktory ovlivňující tvorbu nanovláken. Můžeme tedy přejít k další kapitole, která je více technická a pojednává o tom, jaká zařízení pro tvorbu mikro a nanovláken již existují na světovém trhu a ve zdech výzkumných ústavů.
# 3 Popis současného stavu řešeného tématu; literární a patentová rešerše

Realizace zamyšlené experimentální výrobní linky v rámci této disertační práce proběhla již v roce 2014, kdy konkurence v oblasti univerzálních laboratorních pracovních stanic na elektrické zvlákňování nebo výrobu vláken metodou tažení téměř neexistovala. S obrovským růstem zajmu o nanotechnologie, obzvlášť ve vědeckovýzkumných organizacích, se k dnešnímu dni objevily na trhu desítky laboratorních a průmyslových přístrojů, pomocí kterých lze vyrobit žádaná nanovlákna. V této kapitole jsou představena dostupná laboratorní zařízení, vybrané průmyslové přístroje a laboratorní prototypy pro výrobu nano a mikrovláken. Jsou prozkoumána jejich konstrukční řešení a taky stručně vyhodnoceny jejich specifičnosti, pokud takové jsou. V této kapitole také představuji stroje, které umožňují výrobu nanovlákenných tubulárních útvarů, například přízi.

Pro lepší orientaci je kapitola rozdělena do několika částí. V první se budeme věnovat technologii elektrického zvlákňování, v druhé jsou představena zařízení na výrobu mikrovláken metodou tažení, na závěr je uveden přehled zařízení pro automatický sběr a zpracovaní nanovlákenných struktur. Součástí této kapitoly je také literární a patentová rešerše o technologických řešeních, která souvisí s tématem této disertační práce.

#### 3.1 Zařízení na výrobu vláken metodou elektrického zvlákňování

Zařízení na výrobu vláken metodou elektrického zvlákňování pomocí stejnosměrného proudu se zpravidla skládají ze základních komponentů, které jsou popsané v kapitole 2.1.2. To je pevná osnova technologie, která se téměř nemění. Odlišnosti mezi různými výrobci spočívají třeba v poloze kolektoru vůči zvlákňovací elektrodě, způsobu ovládání (lokální ruční nebo centrální automatické), nebo v počtu a typu zvlákňovacích elektrod. Někteří výrobci nabízejí třeba systém, kde jedna jehla se umístí uvnitř druhé jehly. Tato technologie se nazývá koaxiální electrosining. Tímto způsobem lze získat vlákna typu jádro-plášť. Většina výrobců nabízí široké spektrum vyměnitelných kolektorů. Některá zařízení jsou zakrytovaná do uzavřeného prostoru s možností úpravy klimatických podmínek v okolí zvlákňovací elektrody. Samozřejmě se liší přístroje stavěné pro laboratorní využití (komerční a prototypy) od průmyslových strojů. Pro názornost je na obrázku 3.1 vidět řada přístrojů pro výrobu nanovláken od laboratorního měřítka (vlevo) do měřítka průmyslového. Odlišnosti jsou ve výkonu, počtu zdrojů vysokého napětí, v rozměrech, produktivitě apod.

Někteří výrobci, například Elmarco, umožňují snadné rozšíření svých zařízení z laboratorních podmínek do průmyslového měřítka díky tomu, že všechna zařízení v jejich portfoliu používají stejnou technologii, tzn. stejnou konstrukci zvlákňovacích elektrod i ostatních prvků důležitých pro zvlákňovací proces [96]. V rámci průmyslových linek je možné i škálování výkonu, tj. kombinace více zvlákňovacích jednotek v jedné výrobní lince. Podobná průmyslová zařízení lze porovnávat s laboratorními jen orientačně, protože mají různé cílové zaměření svého využití.



Obrázek 3.1: zařízení na výrobu nanovláken od laboratorního měřítka (vlevo) do průmyslového (vpravo)

Dále je uvedeno několik společností a jejich zařízení. Během zkoumání existujících řešení bude soustředěna pozornost na zařízení, která umožňují výrobu nanovlákenných struktur s paralelní orientací vláken.

První konstrukční řešení je od španělské společnosti Yflow [97]. Na obrázku 3.2 je znázorněno zařízení pro tvorbu nanovláken a zvlášť také rotující kolektor, umožňující získat paralelně orientovanou strukturu nanovláken.



Obrázek 3.2: Zařízení pro tvorbu nanovláken (a) a rotující kolektor (b) od společnosti Yflow

Konstrukčně je vnější rozměr zařízení téměř krychle o velikosti strany 1 m. Velikostně se dá porovnat s větší domácí 3D tiskárnou. Veškerá elektronika je vestavěna a je součástí zvlákňovací komory, která je uzavřena. Pro ovládání se používá dotykový display a několik tlačítek. Je zde možnost používat řadu kolektorů, mezi kterými jsou dva druhy rotujících.

Další konstrukční řešení je představené společností Nanolab Instruments z Malajsie (viz obrázek 3.3) [98]. Podobné řešení je docela typické pro asijský trh a mnoho firem tam nabízí obdobný přistroj pod jinými značkami. Společnost Nanolab Instruments nabízí také řadu průmyslových řešení.





Obrázek 3.3: Zařízení pro tvorbu nanovláken (a) a rotující kolektor (b) od společnosti Nanolab Instruments z Malajsie

Jedná se o relativně malé zařízení ve srovnání s průmyslovými jednotkami, ale je větší, než předchozí varianta od společnosti Yflow. Je to přístroj, který může dosahovat rozměru pracovního kancelářského stolu. Zvětšení rozměru je vynuceno tím, že k tomuto a podobným zařízením jsou přidány další funkce. Například se přidávají další zvlákňovací jehly, pohyblivé platformy pro zvlákňovací jehlu, bodové osvětlení s kamerou pro natáčení a analýzu procesu zvlákňování, speciální dimenzionální kolektory a další doplňky. Podobná zařízení nabízejí také společnosti Inovenso (Turecko), Holmarc (India) a další [99, 100].

Jedním z nejzajímavějších řešení mezi kompaktními zařízeními ,z mého pohledu, je to, se kterým na trh přišla společnost Contipro 4SPIN (viz obrázek 3.4), která nabízí plně zakrytovaný/kapotovaný přístroj pro výrobu nanovláken metodou elektrického zvlákňování a meltblown. V okamžiku psaní této kapitoly nabízí 5 různých vyměnitelných zvlákňovacích elektrod. Například jehlu, sérii jehel nebo kovový disk. Jsou snadno vyměnitelné, ale jsou proprietární. V daném laboratorním zařízení se používají vyměnitelné statické a dynamické kolektory. Mezi nimi jsou hladký rotující válec a drátěný rotující válec pro výrobu paralelně orientované nanovlákenné vrstvy [101].



Obrázek 3.4: (a) Zařízení pro tvorbu nanovláken (b) a rotující kolektor od společnosti 4SPIN

Nastavení parametrů zvlákňovacího procesu se provádí pomocí vestavěné řídicí jednotky s dotykovým displejem, zařízení je vybaveno odsáváním. Menší nevýhodou zařízení je omezený počet příslušenství, které nelze nahradit ničím jiným. V důsledku toho žádnou vlastní aktualizaci zřízení nelze provést. Takovým způsobem výrobce chrání svůj stroj proti zásahu nezkušených "bastliřů", kteří by mohli stroj zničit. Na druhu stranu je to trochu omezující z hlediska snahy udělat nový experiment s použitím nových příslušenství a nečekat na oficiální sériovou aktualizaci.

Společnosti, které se zabývají průmyslovou výrobou nanovlákenných materiálů, jsou například Elmarco (Česká republika), PARDAM (Česká republika), SPUR (Česká republika), MECC (Japonsko), FNM (Irán), TOPTEC (Jižní Korea), NanoStatics (Ohio, USA). Jimi nabízená zařízení se liší od laboratorních strojů tím, že mají mnohem větší zvlákňovací produktivitu. To je dáno tím, že nezvlákňují z jedné kapiláry (jehly), ale používají řadu trysek, nebo jehel, nebo strunu (viz obrázek 3.5). Samozřejmě k tomu je vyžadovaný mnohem větší výkon zdrojů vysokého napětí, jsou vyšší nároky na bezpečnost práce apod. Tyto modifikace zvyšují hlavně výrobní produktivitu, což je důležitým faktorem pro průmysl.



Obrázek 3.5: Průmyslové zvlákňování z (a) trysek a (b)struny

V průmyslových zařízeních se v roli kolektoru používá statická plocha, tzv. protielektroda, zakrytá netkanou textilií, která se během zvlákňovacího procesu může pohybovat a tím zaručuje kontinuální proces výroby nanovlákenné vrstvy. Nanovlákna v podobných zařízeních nejsou žádným způsobem orientovaná.

Někteří výrobci šli cestou minimalizace, a tak se objevila na trhu kompaktní zařízení na elektrické zvlákňování. V roli kolektoru většinou používají lidské tělo, na které aplikují zvlákňovací proces a nanovlákenná vrstva se vytvoří přímo na těle člověka (viz obrázek 3.6), a těsně přilne k povrchu těla. Jedná se o izraelskou společnost Nanomedic Technologies Ltd. A jejich přístroj Spincare <sup>TM</sup> [102, 103] nebo čínský analog Auto Fabric QZP-1 od společnosti Foshan Lepton Precision M&C Tech Co.,Ltd [104].



Obrázek 3.6: (a)Přenosná zařízení na elektrické zvlákňování, (b)aplikovaná nanovlákenná vrstva na tělo člověka

Vzhledem k většímu množství zařízení tohoto typu byl sestaven stručný souhrn výrobců zařízení na elektrické zvlákňování, která jsou dostupná na trhu. Jejich stručný popis je uveden v tabulce 2. Informace organizovaná do 5ti sloupců: název společnosti, země původu výrobce zařízení, jaké je zaměření společnosti a provozní kapacity (použité zkratky: lab. – laboratorní, prům. – průmyslové zařízení, exp. – experimentální). Dále jsou

stručně popsány specifické vlastnosti přístrojů. Poslední sloupec odkazuje na reference, což může být webová stránka organizace, článek nebo patent. Přednostně se do seznamu dostaly společnosti, které vyrábějí laboratorní zařízení nebo zařízení s unikátními vlastnostmi.

Výrobce	Zaměření	Specifické vlastnosti	Reference
4Spin	Lab.	vysoce modulární systém	[101]
(Česká republika)		používá electroblowing	[106]
		široký výběr zvlákňovacích elektrod a kolektorů.	[107]
Elmarco	Lab.,	Laboratorní jednotka má vysokou produktivitu ve	[96]
(Česká republika)	prům.,	srovnání se systémy založenými na jehlách;	[108]
	kontinuální	Průmyslová jednotka má nízkou spotřebu	[109]
	systémy	rozpouštědel, kontinuální elektrické zvlákňování.	
SKE. Research	Lab.,	Laboratorní jednotka založená na zvlákňování	[110]
Equipment	prům.,	z jehly, průmyslové bezjehlové metody. K	[111]
(Bollate, Itálie)	dávkovací	dispozici jsou koaxiální a triaxiální jehly.	
	systémy		
Electrospinning	Lab.,	Společnost s největší nabídkou přístrojů, různých	[112]
(Tong Li Tech) /	prům.,	technologií tvorby vláken a příslušenství. Mezi ně	[113]
NaBond	exp.,	patří: lab. zařízení na elektrické zvlákňování z	
(Hong Kong)	dávkovací	jehly; zvlákňování v blízkém poli; koaxiální	
	systémy	zvlákňování; 3D elektrické zvlákňování;	
		elektrické zvlákňování z taveniny; kontinuální	
		elektrické zvlákňování; k dispozici jsou také	
		biomedicínské a přenosné nástroje;	
		V široké nabídce příslušenství jsou různé typy	
		jehel, ohřívače na polymerní roztoky a taveninu,	
		elektromagnetické kolektory a spoustu dalších.	
Spraybase	Lab.,	Elektrické zvlákňování na bázi jehly / trysky;	[114]
(Kildare, Irsko)	dávkovací	elektrické zvlákňování z taveniny;	[115]
	systémy	Mezi příslušenství patří koaxiální a triaxiální	
		sady;	
Bioinicia	Prům.,	Jediná společnost (ke dni 27.05.2021), která má	[116]
(Valencie,	kontinuální	GMP a ISO validace pro farmacii a	[117]
Španělsko)	systémy	biomedicínské výrobky.	
E-Spin	Lab., exp.,	Možnost umístění zvlákňovací elektrody	[118]
NanoTech	dávkovací	horizontálně a vertikálně, nabízejí bezjehlové	[119]
Pvt. Ltd.	systémy	zvlákňování pomocí inertního plynu vháněného	
(Uttarpradéš,		do polymerního roztoku, zvlákňování z taveniny,	
Indie)		laserový post procesní zpracování vzorku. Široký	
		výběr příslušenství.	

Tabulka 2: Stručný souhrn výrobců zařízení na elektrické zvlákňování [105]

Erich Huber	Lab.	Programovatelná zvlákňovací tryska v osách XY;	[120]
GmbH		Otočný kolektor s možností 3D točení; izolovaný	[121]
(Gernlinden,		a snadno čistitelný systém;	
Německo)			
Fanavaran Nano-	Lab.,	Laboratorní jednotka Dual Pump se používá pro	[122]
Meghyas	exp.,	polymerní / uhlíková / keramická nanovlákna,	[123]
(Baghestan, Írán)	prům.,	umožňuje výrobu nanovláken typu jádro-plášť.	
	kontinuální		
	a dávkovací		
	systémy.		
Fluidnatek	Lab.,	Velkoobjemový systém podávání roztoku;	[116]
(podle Bioinicia)	exp.,	systém multihead (řešení s větším počtem	[117]
(Valencie,	dávkovací	zvlákňovacích trysek); snadno čistitelná	
Spanělsko)	systémy.	konstrukce; k dispozici je balíček pro ověření	
		GMP (nebo ISO13485).	
HOLMARC	Lab.,	Proteinová nanovlákna, uhlíkové nanotrubice,	[124]
Opto-	kontinuální	anorganická nanovlákna; k vytvrzení vláken lze	[125]
Mechatronics	a dávkovací	na horní stranu rotujícího kolektoru přidat UV	
(Kerala, Indie)	systémy.	vytvrzovací lampu (254 nm); model HO-NFES-	
		SYS má systém na výrobu čistých nanopřízí.	
NOUENGO	<b>T</b> 1		[00]
INOVENSO	Lab.,	K dispozici jsou systemy s jednou a vice tryskami	[99]
(Istanbul,	exp.,	(204) pro laboratorni a prumyslove vyuziti; dobre	[126]
Turecko)	prum.,	zpracovane uzivatelske prostredi (GUI).	
	a davkovaci		
	systemy.		
KatoTech Co	Lab	Toto zařízení je široce používáno v	[127]
Ltd	Luo.	automobilovém průmyslu pro výzkum a vývoj	[127]
(Kióto, Japonsko)		filtrů a palivových článků.	[120]
LINARI	Lab.,	Koaxiální jehlové / vícejehlové systémy: až osm	[129]
NanoTech	prům.,	nezávisle ovládaných injekčních pump:	[130]
(Pisa, Itálie)	dávkovací	automatické čištění jehel; regulace vnitřní teploty	
	systémy.	a vlhkosti.	
Nanolab	Lab.,	Společnost nabízí širokou škálu	[131]
Instruments -	exp.,	nanotechnologických produktů, v nabídce mají	[132]
NLI	prům.,	velký výběr různých komponentů pro DIY	
(Selangor,	kontinuální	laboratorní stavebnice.	
Malajsie)	a dávkovací		
	systémy.		

MECC Co. Ltd.	Lab.,	Vyhrazené zařízení pro zdravotnictví / lékařské	[133]
(Fukuoka,	exp.,	aplikace;	[134]
Japonsko)	dávkovací		
	systémy.		
Nadetech	Lab.	Široký výběr zvlákňovacích trysek: jednoduchá /	[135]
Innovations		koaxiální / triaxiální / vícetryskový systém	[136]
(Navarra,			
Španělsko)			
Nanoflux	Lab.,	Systém více trysek (až 135) pro kontinuální	[137]
(Singapore)	exp.,	výrobu; vysokoteplotní jednotka (k dispozici až	[138]
	prům.,	do 280 ° C)	
	kontinuální		
	a dávkovací		
	systémy.		
			[120]
NanoNC	Lab.,	K dispozici jsou vicekanalové injekční pumpy;	[139]
(Soul, Korea)	exp.,	velka nabidka zvlaknovacich trysek: koaxialni,	[140]
	prum.,	utaxiam, presne, precizm, topne, mikro trysky;	
	kontinuanni a dáukovací	systemy pro odvincovani, stroje pro odstredive	
	a uavkovaci		
	systemy.		
Nova SPIDER	Lab., exp.	Unikátní spojení 3D tisku, elektrického	[141]
(San Sebastian.	,p.	zvlákňování a technologie MEW (angl. Melt	[142]
Španělsko)		Elektrowriting) v jednom kompaktním	[]
		provedení.	
Spinbox	Lab.,	Odvětví společnosti Bionicia, zaměřena na stroje	[116]
(podle Bioinicia)	dávkovací	pro vědeckovýzkumné organizace. K dispozici	[117]
(Valencie,	systémy.	jsou základní / střední / pokročilé sady a variace	
Španělsko)		náhradních dílů;	
SPINBOW	Lab.,	Dávkovací jednotka s infuzní pumpou (do	[143]
(San Giorgio di	exp.	čtyř stříkaček); mezi příslušenstvím mají	[144]
Piano Itálie)		zajímavý prvek tzv. kolimátor pro zvlákňovací	
		jehlu, který koncentruje elektrické pole v určité	
		oblasti.	
Yflow	Lab.,	Koaxiální, triaxiální zvlákňovací třísky, velký	[97]
(Málaga,	exp.,	výběr protielektrod (kolektorů), mezi které patří i	[145]
Španělsko)	prům.,	rotující kolektor typu buben (angl. Patterned	
	kontinuální	Rotating Drum Collector).	
	a dávkovací		
	systémy.		

#### 3.2 Zařízení na výrobu vláken metodou tažení

Na obrázku 3.7 je znázorněn experimentální stroj na tažení nanovláken, který byl vyvinut a úspěšně otestován na Technické univerzitě v Liberci ve spolupráci KKY FS (Katedra aplikované kybernetiky, fakulta strojní) nyní KSA (Katedra výrobních systémů a automatizací) zastoupené Ing. Lukášem Stanislavem, Ph.D. a KNT FT (Katedra netkaných textilií a nanovlákenných materiálů, fakulta textilní). Stroj vyrábí jednotlivá nanovlákna, která lze přesně uložit na předem definovaná místa [83].



Obrázek 3.7: Zařízení pro tvorbu nanovláken metodou tažení [83]

Dávkování roztoku je zajištěno pomocí pneumatického systému, kde určitá dávka tlaku vzduchu působí na polymerní roztok ve stříkačce, čímž ho vytlačuje. Daný způsob dávkování ale není dostatečně přesný a je komplikovaný pro seřízení opakovatelnosti procesu.

Dalším strojem na výrobu vláken metodou tažení je manipulátor typu robotická ruka (viz obrázek 3.8). Liší se od předchozího zařízení především svou konstrukcí a řízením. Je to robotické rameno, které se pohybuje v polární soustavě souřadnic. Místo pneumatického dávkovacího systému se používá "Positive displacement" pipeta [146]. Navíc tato pipeta může být osazena ohřívacím blokem, pomocí kterého lze udržovat určitou teplotu roztoku a tím pádem vyrábět mikrovlákna, například z taveniny PCL [147].



Obrázek 3.8: Robotická ruka pro tvorbu nanovláken metodou tažení

Toto zařízení bylo navrženo a vyhotoveno autorem této disertační práce společně s Ing. Dekelem Azulay z Tel-Aviv Academic College of Engineering AFEKA, Israel a posloužilo jako experimentální plocha pro další vývoj linky na výrobu mikrovlákenných struktur, realizované v dané disertační práci [148].

Další zařízení, například popsaná v článku [149], používají nanorobotické sondy. Jsou schopná vytvořit nanovlákna, ale velmi krátká (několik set mikrometrů) a pro řešení tématu disertační práce nejsou použitelná, proto nebudou dále brána do úvahy.

V posledních letech se na trhu a ve vědeckovýzkumných organizacích objevují další zařízení, která používají metodu MEW (angl. Melt Electrowriting). Pomocí této technologie se dají získat ojedinělá polymerní vlákna a ukládat je do 2D a 3D struktur. Tato technologie ale na rozdíl od metody tažení používá zdroje vysokého napětí a je mnohem náročnější na seřízení [141, 150].

## 3.3 Zařízení pro automatický sběr a zpracování nanovlákenných struktur

V naší oblasti zájmu jsou také zařízení, která mohou nejen vyrábět nanovlákna, ale také je automaticky zpracovávat. Například stroje, které zajišťují automatický sběr nanovláken a jejich tvarování do nanovlákenných přízí. Pro tuto kapitolu bylo připraveno více vizuálních materiálů pro lepší představu problematiky.

#### 3.3.1 Sběr nanovláken

Sběr vyhotovené nanovlákenné vrstvy u všech zařízení, jak komerčních, tak i prototypů postavených na univerzitách, která byla prozkoumána v předchozích kapitolách, probíhá manuálním způsobem.

Na obrázku 3.9 je vidět doslova ruční sběr vyhotovené cylindrické vrstvy pomocí přenosného zařízení od Electroloom, Inc [151].



Obrázek 3.9: Ruční sběr vyhotovené nanovlákenné vrstvy [151]

Na dalším obrázku 3.10 je vidět proces sundání nanovlákenné vrstvy, která byla zvlákněna na podklad z folie. Místo folie na rotujícím nebo statickém kolektoru se také používá netkaná textilie. Folie se většinou aplikuje kusově, netkaná textilie se podává kontinuálně v rolích, což je spíš záležitost průmyslové výroby.



*Obrázek 3.10: Proces sundávání nanovlákenné vrstvy zvlákněné na podklad z fólie [152]* 

V případě výroby nanovlákenných vrstev s paralelní orientací je potřeba orientaci po sundání z kolektoru nebo podkladového materiálu zachovat. Pokud po sundání nanovlákenné struktury dochází k destrukci, tak samotná výroba paralelizovaných vláken ztrácí smysl. Orientace vláken je hodně ovlivněna způsobem jejich sběru z kolektoru. Toto uvádí M. Pokorný ze společnosti Contipro v článku [49]. V této studii předvedl porovnání tří nejproduktivnějších způsobů výroby nanovlákenných struktur s paralelní orientací vláken, výstupem je tabulka 3.

Tabulka 3: Porovnání vlastností kolektoru pro výrobu paralelizovaných nanovláken a vliv na strukturu vláken při sběru

Stupeň	$\bullet \bullet \bullet (\bullet \bullet \bullet)$	•	$\bigstar \bigstar (\bigstar \bigstar \bigstar)$
paralelizace			
Tloušťka vrstvy	$\blacklozenge ( \blacklozenge \blacklozenge \blacklozenge )$	<b>* * *</b>	$\bigstar \bigstar (\bigstar \bigstar \bigstar)$
Rozměr vzorku	•	<b>* * *</b>	<b>* *</b>

Poznámka k tabulce: více  $\blacklozenge$  znamená lepší. V uvozovkách je uveden parametr při používaní speciálních nástrojů pro sběr nanovlákenné vrstvy.

Pro pochopení významu "speciálního nástroje" pro sběr nanovlákenné vrstvy se dají jako příklad uvést dva způsoby sběru nanovláken z rotujícího kolektoru, viz obrázek 3.11 a 3.12.



Obrázek 3.11: Manuální sběr nanovláken pomocí nůžek [98]



Obrázek 3.12: Manuální sběr nanovláken sběracím nástrojem od společnosti 4SPIN

Očividně sběr pomocí speciálního přípravku přidává výsledné nanovlákenné vrstvě větší stupeň orientace. Studie takového procesu sběru vláken je popsaná v patentu WO2011095141A1 [153] a znázornění je uvedeno na obrázku 3.13.



Obrázek 3.13: Manuální sběr nanovláken sběracím nástrojem dle patentu WO2011095141A1 [153]

Poslední nastroj pro sběr nanovláken je představen na obrázku 3.14 a byl patentem zaregistrován na Clamson University, USA [154]. Vytvořená nanovlákenná vrstva byla sebrána pomocí válcových kartáčů. Kartáče jsou poháněné malými DC motorky, které se otáčí kontinuální rychlostí. Pohyb podél nanovlákenné vrstvy však probíhá manuálně za pomoci obsluhy. Výjimečný je daný sběrač tím, že po sběru se dá roztočit motůrky v protisměru a tím přeformovat nanovlákennou vrstvu do tvaru příze. Při této metodě se pracně počítají otáčky udělující zákrut, protože se používají kartáčové motory bez zpětné vazby.



Obrázek 3.14: Sběr nanovlákenné vrstvy za pomoci válcových kartáčů

Podrobněji se výrobou nanovlákenných přízí budeme zabývat v další kapitole.

#### 3.3.2 Formování nanovláken

Termín "formování" znamená automatizovaná transformace nově vytvořené vrstvy nanovláken do nové struktury, do nového tvaru. Může to být například "sendvičová" vícevrstvová struktura, stoprocentní nanovlákenná příze, trubice z nanovláken, obalení určitého objektu nanovlákennou vrstvou apod. V této disertační práci je prioritní pozornost věnovaná právě výrobě tubulárních struktur a nanovlákenných přízí, proto se v této kapitole podíváme na zařízení, která nám žádané struktury dovolují vytvořit.

Jak už bylo zjištěno v předchozí kapitole, nejsou na trhu k dostání zařízení pro automatický sběr nanovláken, nástroje pro jejich sběr však existují. Dokonce některé nástroje a způsob sběru umožňují získat větší procento paralelních vláken ve vzorku méně orientovaných.

Existují však zařízení, která obcházejí krok sběru nevláknové vrstvy a již během zvlákňovaní se vytvoří přízi. Proto používají speciální kolektory. Schematické znázornění je uvedeno na obrázku 3.15. Zařízení se používají v laboratorních měřítcích. Vyhotovená příze má omezenou délku danou konstrukčními parametry [81, 155].



Obrázek 3.15: Speciální kolektory pro výrobu nanovlákenných přízí

Mezi komerčně dostupná zařízení, která umožňují výrobu příze, patří sestava od společnosti Holmarc [100]. Tady se jedná o dvě zvlákňovací jehly napojené na zdroj vysokého napětí a orientované proti sobě na rotující kolektor, který je uzemněn nebo

napojený na zdroj vysokého záporného napětí. Při zvlákňování se dvě trysky narazí do sebe a kolektor vykoná rotační pohyb, čímž začne ve své blízkosti formovat shluk nanovláken. Provozovatel zařízení opatrně vezme tento shluk pinzetou a zafixuje jej na cívce, která postupně navíjí na sebe vytvořený nano materiál zkroucený do tvaru příze (viz obrázek 3.16).



Obrázek 3.16: Výroba nanovlákenné příze (Holmarc [100])

Pomocí této metody lze získat čistou nanovlákennou přízi, která je ale hodně nehomogenní. Existují i další metody získání nano příze (například zvlákňování do vodní lázně), ale mají stejnou nevýhodu: výsledná příze není homogenní a kombinování s dalšími metodami výroby nanovláken pro získání složitějších struktur je téměř nemožné.

## 3.4 Souhrn kapitoly

Počet výrobců zařízení pro výrobu nanovláken se na trhu neustále zvyšuje, avšak jednotlivá nabízená konstrukční řešení se mezi sebou liší jen mírně. Stupeň automatizace stroje se také zvyšuje. Počet příslušenství v posledních letech exponenciálně vzrostl. Avšak žádné zařízení nenabízí automatické, bez přístupu obsluhy, sklizení nanovlákenné vrstvy. Také málokteré ze zkoumaných zařízení umožňuje kombinování několika metod výroby vláken do jedné struktury. Většina komerčních přístrojů má proprietární/vlastní (nenahraditelné) příslušenství, proto není možné provádět aktualizaci samostatně, což je nevýhodou při turbulentních vědeckých výzkumných činnostech na univerzitách.

# 4 Realizace zařízení pro výrobu nanovlákenných tubulárních struktur

Hlavní aktivitou dané disertační práce je kompletní realizace výrobní linky v laboratorním meřítku. Jedná se o návrh několika technologických součástí linky a jejich seskupení do jednoho celku.

Na začátku této kapitoly je představen popis žádaného technologického procesu, následně popis návrhu a realizace jednotlivých částí. Návrh konstrukce zařízení a jeho zakrytování následuje popisem osazení zařízení elektronikou a automatizací výrobního procesu.

#### 4.1 Popis a součásti technologického vývoje

Žádaným výstupem zamyšleného technologického zařízení jsou vzorky přesných tubulárních a niťových struktur tvořených z mikrovláken a nanovláken s důrazem kladeným na paralelní orientaci vláken ve vytvořených strukturách. Tubulární struktury můžou být jednovrstvé nebo vícevrstvé. Také vícevrstvé struktury mohou být vyrobené kombinací metody tažení a elektrického zvlákňování, a tak tvořit strukturu typu jádro-plášť.

Komplexní technologický postup pro výrobu vzorků požadované struktury, složení a geometrie zahrnuje následující jednotlivé operace:

- výroba nanovlákenné vrstvy metodou elektrického zvlákňování,
- výroba mikrovláken a nanovláken metodou tažení,
- sběr vyhotovené nanovlákenné vrstvy,
- formování jedno nebo vícevrstvové příze.

Použité technologie výroby vláken jsou popsané v kapitole 2.1.2 a 2.2.2 této disertační práce. K technologickým podmínkám byl ještě přidán požadavek na zajištění zakrytování stroje s možností odsávání škodlivých látek, které mohou být uvolněny z použitých rozpouštědel a dalších materiálů během experimentů. Neméně důležitá je také vysoká úroveň zabezpečení při automatické výrobě s minimálním dohledem obsluhy. Na návrh zařízení jsou tak kladeny přísnější technologické požadavky.

Sběr vyhotovené nanovlákenné vrstvy a její následné formování do jedno nebo vícevrstvé příze vyžaduje navrhování speciálního zařízení-manipulátoru, který by umožňoval automatickou iterakci s kolektorem, na kterém vznikne nanovlákenná vrstva,

se zařízením na výrobu vláken metodou drawing a také s uživatelem, který zařízení provozuje.

Technologické řešení každé součásti je popsáno dále v této kapitole.

Vývoj zařízení byl rozdělen do několika fází popsaných níže. Seznam je sestaven chronologicky podle vývoje. V závorkách jsou konkretizovány klíčové aktivity fáze.

- Návrh a realizace rotujícího kolektoru (konstrukce, výroba, elektronika, firmware).
- Návrh a realizace dávkovacího zařízení s možností ohřevu roztoku (konstrukce, výroba, elektronika, firmware).
- Návrh a realizace zařízení pro sběr a formování nanovlákenné struktury, kterou jsme obdrželi při elektrickém zvlákňování na rotujícím kolektoru (konstrukce, výroba, elektronika, firmware).
- Návrh a realizace zařízení pro výrobu nanovláken metodou drawing včetně extruderu a dávkovacího zařízení na husté polymerní roztoky (konstrukce, výroba, elektronika, firmware).
- Aktualizace sběracího zařízení pro interakci se dvěma zařízeními: rotujícím kolektorem a drawing systémem.
- Aktualizace efektoru sběracího zařízení pro efektivní sběr a formování nanovlákenných struktur.
- Spojení zařízení do jednoho celku. Propojení elektroniky (návrh logistiky vodičů, propojení elektroniky v rozvaděčové skříni).
- Návrh a realizace vestavěného počítače pro automatické ovládání zařízení (konstrukce, výroba, elektronika, programování).
- Programování firmwaru, grafického rozhraní pro uživatele.
- Zakrytování postavené linky.
- Automatizace výrobního procesu.
- Provedení experimentu, zhodnocení výsledku. Stanovení optimálních technologických podmínek pro různé polymerní materiály.

Dále je v textu práce postupně popsána každá etapa vývoje součástí zařízení. Pro lepší orientaci je na obrázku 4.1 uveden 3D model umístění klíčových zařízení na pracovní ploše, která bude dál v této kapitole popisována.



Obrázek 4.1: Celkový plán umístění jednotlivých zařízení na pracovní ploše

## 4.2 Výroba vláken metodou elektrického zvlákňování

Na obrázku 4.2 je zvýrazněna část pracovního prostoru, které je věnovaná tato podkapitola. Zahrnuje rotující kolektor, dávkovací zařízení a zařízení pro ohřev polymerního roztoku.



Obrázek 4.2: Část pracovního prostoru pro výrobu vláken metodou elektrického zvlákňování

## 4.2.1 Rotující kolektor

V první řadě byla navržena část linky pro vlastní výrobu nanovláken metodou elektrického zvlákňování na rotujícím kolektoru. Konstrukce zařízení pro elektrické zvlákňování byla podpořena v rámci SGS 21070 projektu "Vývoj zařízení pro výrobu nanovlákenných přízí a

jejich optimalizace pro oftalmologické implantáty" na půdě TUL v Liberci, hlavním řešitelem projektu je autor této disertační práce.

Pro zvlákňování bylo rozhodnuto použít rotující kolektor bez potřeby pomocné podložky pro zachycení tvořených nanovláken. Rotační kolektor zajišťuje lepší paralelizaci a díky karuselové konstrukci (rotující válec s vodivými tyčemi po jeho obvodu) není potřeba používat podložku. Nanovlákenná vrstva se ukládá mezi vodivé tyče. Rotační pohyb kolektoru také umožňuje dosažení větší rovnoměrnosti rozmístění vláken ve vrstvě podél povrchu kolektoru.

Požadavky na rotující kolektor byly následující:

- vodivost sběrných tyčí,
- možnost snadné výměny rotujících hlav s různými vzdálenostmi mezi tyčemi nebo tvarem průřezu tyče,
- možnost řízení rychlosti otáček,
- přesnost polohování rotující hlavy pro kompatibilitu s dalším sběracím zařízením.

Inspirace pro výrobu vlastního kolektoru byla čerpaná z prototypu, který byl vytvořen ve spolupráci Technické univerzity v Liberci s Clemson University v Severní Karolíně [154]. Jedná se o rotační disk se čtyřmi rameny vzdálenými od sebe v nastavitelném rozmezí od 20 do 30 cm. Pod uvedenými segmenty kolektoru je v jeho ose umístěn izolátor a motor, tak jak je vidět na obrázku 4.3. U kolektoru lze nastavit otáčky se stálou rychlostí, jež je možné dle potřeby měnit. Kolektor může být při zvlákňovacím procesu uzemněn nebo opačně nabíjen.



Obrázek 4.3: Rotující kolektor (Clemson University v Severní Karolíně)

S ohledem ke všem požadavkům bylo nejdříve potřeba vyřešit konstrukční úlohu a navrhnout 3D model zařízení. Zařízení se dle obrázku 4.4 skládá z následujících základních součástí:



- 1. Navíjecí hlava
- 2. Krokový motor
- 3. Převodová skříň
- 4. Snímač polohy
- 5. Konektor
- 6. Centrální hřídel

Obrázek 4.4: Model rotujícího kolektoru pro elektrické zvlákňování

Úprava otáček přenášených z krokového motoru na centrální hřídel je zabezpečena řemenovým převodem. Zvolený převodový poměr *i* je roven hodnotě 2.4. Pro nalezení referenční polohy kolektoru je na hnaném kole umístěna clonka, která přerušuje světelný paprsek vycházející z optického čidla.

Vzhledem k tomu, že se jedná o prototyp, byla většina dílů vyrobena pomocí aditivních technologií. Jedná se například o kryt, řemenice, držák motoru a základnu pro hlavu kolektoru. Vše bylo vytištěno z materiálu ABS technologií FDM (angl. Fused Deposition Modeling). Části, které musí vést elektrický proud, jako jsou tyče kolektoru a hřídel, byly vyrobeny z vodivých materiálů konvenčními metodami.

Přenos záporného vysokého napětí na rotující kolektor je řešen uhlíkovým kartáčem, který je v kontaktu s centrální hřídelí (viz obrázek 4.5). Ta je vodivě spojena s rotujícím kolektorem. Stejná součást se používá v konstrukcích elektrických kartáčových vrtaček.



Obrázek 4.5: Přenos elektrické energie

První prototyp zařízení vznikl v rámci řešení SGS projektu, následně byla provedena řada experimentů a ověřování funkčnosti postaveného stroje. Zařízení bylo například využito při řešení diplomové práce [156] na Fakultě textilní TU v Liberci.

Rotující hlava byla navržena tak, aby byla snadno vyměnitelná bez použití nářadí. V současné době lze tak namontovat hlavu se čtyřmi, pěti nebo šesti tyčemi. Tyče mohou být vyrobeny z různých materiálů. Tvar tyčí je možné volit podle podmínek experimentů. V průběhu vývoje vzniklo několik generací rotujícího kolektoru, které se od sebe značně liší konstrukcí a materiály. Konečná verze je uvedena na obrázku 4.6.



Obrázek 4.6: Rotující kolektor s vyměnitelnou hlavou

#### 4.2.2 Dávkování polymeru pro elektrické zvlákňování

Obecně je roztok dávkován pomocí stříkačky a laboratorního dávkovače. Ten dokáže kapalinu dávkovat dle zadaných vstupních parametrů, kterými jsou požadovaný průtok, průměr stříkačky a hustota kapaliny. Lineární pohyb laboratorních dávkovačů je většinou realizován rotačním elektromotorem a šroubem. Šroub transformuje rotační pohyb na pohyb lineární. Stříkačka je přímo vložena v takovémto dávkovači. To z hlediska působení elektrického pole v pracovním poli není ideální.

Lze najít i řešení, kdy je roztok taktéž dávkován skrze stříkačku a laboratorní dávkovač, avšak do pracovního prostoru je dopravován pomocí hadičky. Toto však není vhodné řešení při větších vzdálenostech dávkovače od zvlákňovací jehly z důvodu plýtvání polymerním roztokem.

Efektivním způsobem dopravy roztoku se zdá být použití stlačeného vzduchu, který působí na píst stříkačky. To umožňuje uložit stříkačku do pracovního prostoru, aniž by hrozilo zničení zdroje stlačeného vzduchu. Zdroj tlakového vzduchu je však značně nákladné zařízení, navíc přesné řízení plynulého dávkování je velice komplikovaná úloha automatizace.

Jako levnější alternativu lze použít pohon s přímočarým pohybem (a to jak laboratorní dávkovač, rotační motor se šroubem a vedením nebo aktuátor) a soustavy tlakové kapaliny. Ta by byla realizována dvěma hydraulickými válci, potažmo stříkačkami, a hadičkou, která by je spojovala. Pohon by vytvořil tlak na první píst, který by jej transformoval na zvětšení tlaku v kapalině. Ta by na druhém konci z důvodu nestlačitelnosti vyvolala tlak na druhý píst, který by už jen tlačil na stříkačku s polymerním roztokem. Řešení si zachovává tu výhodu, že pohon nemusí být přítomen v místě zvlákňování (viz obrázek 4.7).



Obrázek 4.7: Schematické znázornění systému pro dávkování roztoku

Celý systém dávkování, od pohonu po stříkačku, musí být schopen dávkovat roztok s požadovaným průtokem. To znamená dimenzovat systém na schopnost vyvolat dostatečný tlak na píst stříkačky a plynulé dávkování bez trhavých pohybů požadovaným průtokem čili axiální rychlostí pohonu.

Laboratorní dávkovač může být použitelný pro navržený systém, nabízí pohodlnou obsluhu a již z výroby je připraven na osazení stříkačkou. Bohužel ne každý dávkovač nabízí propojení s externím zařízením pro synchronizaci výrobního procesu. Proto byl pořízen pohon s přímočarým vedením. Nejprve byl připraven pro osazení stříkačkou a byl sestaven řídicí program, který umožňuje seřízení rychlosti dávkování dle vstupních hodnot (hustota roztoku, požadovaný průtok a vnitřní průměr stříkačky).

Realizace návrhu je zobrazena na obrázku 4.8. Podrobný výpočet návrhu systému je v příloze A.



Obrázek 4.8: Systém pro dávkování roztoku: a) pohon s přímočarým vedením osazený stříkačkou, b) soustava tlakové kapaliny se stříkačkou s polymerním roztokem

#### 4.2.3 Ohřev roztoku

Finanční podpora pro vývoj dávkovacího zařízení byla získána v rámci SGS 21183 projektu "Vývoj dávkovacího zařízení polymerů pro výrobní systém nanovlákenných přízí". Hlavním řešitelem projektu je autor této disertační práce.

Nutnost ohřevu polymerního roztoku vznikla při použití kombinace polyvinylidenfluoridu (PVDF) s polethylenoxidem (PEO), který je rozpustný v dimethylacetamide (DMAC) až při teplotě nad 60°C. Doposud využívaná zařízení v laboratořích TUL nevyhovovala při zvlákňování z hlediska bezpečnosti a konstrukce. Vyřešení této úlohy je důležitou výzvou, protože tento polymer je vhodný jako materiál pro glaukomové implantáty, jelikož má ideální vlákennou strukturu a je dobře zpracovatelný [157].

Roztok je nezbytné ohřívat na teplotu až 60 °C. Teplota roztoku je klíčová. Měla by být stabilní. Systém ohřevu musel být proveden tak, aby byl efektivní, nenarušoval proces zvlákňování a v neposlední řadě byl bezpečný, tzn. aby eliminoval možnost přeskočení elektrického výboje z rotujícího kolektoru na ostatní části systému.

Roztok by během ohřevu měl nejlépe zůstat v injekční stříkačce. Stříkačky se využívají jednorázově, jelikož roztok rychle tuhne. Jinak by po ukončení procesu zvlákňování bylo nutné stříkačku chemicky čistit, a to se nevyplatí.

Z bezpečnostních důvodů a jednorázového použití stříkačky není možné využít žádnou z metod odporového ohřevu roztoku, ať už se jedná o topné kabely, pásky, pásy či hadice. Z důvodu ovlivňování teploty okolního vzduchu je nutné vyloučit i horkovzdušný ohřev. Kvůli obtížnější vyrobitelnosti a nutnému složitému čištění po skončení procesu lze vyloučit i systém ohřevu pomocí otáčejícího se šneku. Jako nejméně limitující variantou se zdá být systém ohřevu soustředěným paprskem laseru, nebo systém ohřevu s tepelným okruhem s kapalinou, jejíž teplota je přenášena na roztok. Ohřev laserem je obtížnější na návrh a navíc vyžaduje ochranu zraku pracovníků.

Po zvážení všech informací bylo rozhodnuto zrealizovat návrh ohřevu pomocí oběhu teplonosné nevodivé kapaliny. Objímka pro stříkačky byla vytištěna podle vlastního návrhu na 3D tiskárně od společnosti Hewlett-Packard pomocí technologií Multi Jet Fusion. Materiálem pro tisk byl Polyamid 12.

Ohřev je zajištěn uzavřeným oběhem teplonosné kapaliny (destilované vody). Soustava se skládá z otopného tělesa, ponorného čerpadla, zásobníku ohřívané kapaliny zajišťujícím expanzi kapaliny a regulačních prvků. Všechno je sestaveno a zakrytováno do přenosného boxu. Teplonosná kapalina je ohřívána tepelným pásem se slídovou izolací. Zásobník slouží také jako rezerva kapaliny pro případ malého úniku (viz obrázek 4.9).



Obrázek 4.9: Součásti systému ohřevu roztoku

Přenosná konstrukce byla zvolena ze dvou důvodů: vodní okruh umožňuje jednodušší údržbu mimo hlavní jednotku, ohřívač lze použít v jiných laboratořích bez nutnosti složité demontáže. Kompletní sestava je zřejmá z obrázku 4.10. Na obrázku je viditelná expanzní nádoba, tepelný pás, stříkačka napojená na zdroj vysokého kladného napětí a box s řídicí elektronikou. Podrobný vypočet návrhu systému je k dispozici v příloze B.

Za stabilní teplotu je zodpovědný digitální regulátor teploty WH7016C. Aktuální a žádaná teplota se zobrazuje na LCD displeji. Rozsah měření a řízení teploty je v rozmezí od -50 °C do 110 °C. Teplota je měřena NTC (10K/3435) snímačem.



*Obrázek 4.10: Systém pro ohřev roztoku: a) kompletní sestava, b) expanzní nádoba s tepelným pásem, c) otopné těleso se stříkačkou* 

### 4.3 Simulační modely

Po uvedení rotujícího kolektoru do provozu a provedení řady experimentů bylo rozhodnuto o podrobném zkoumání rozložení intenzity elektrického pole na povrchu tyčí kolektoru pro zvýšení efektivity záchytu a uspořádání nanovláken. Také byla provedena počítačová simulace vlivu různých tvarů kolektorových tyčí a úhlu jejich natáčení při procesu zvlákňování. Simulace byla provedena v rámci SGS 21223 projektu "Automatizace výrobní linky vícevrstvých nanovlákenných tubulárních struktur". Hlavním řešitelem projektu je autor této disertační práce.

#### 4.3.1 Simulace elektrického pole. Výpočtový model

Pro simulace byl využit software Autodesk Simulation Mechanical 2017. Na začátku byl zvolen výpočtový model, který je zobrazen na obrázku 4.11. Úloha byla řešena ve 2D za následujících předpokladů:

- prostor je ohraničen obdélníkem o rozměrech 660 x 820,
- elektrodu (1) tvoří zaoblená deska tloušťky 1.3 mm, šířky 33 mm,
- kolektor (6) je tvořen šesti stejnými dráty, tvořícími pravidelný šestiúhelník o délce hrany 90 mm. Střed šestiúhelníku je od konce elektrody vzdálen o 278 mm. Průřez drátu je pro jednotlivé simulace různý, bude dále upřesněné,
- prostředí (5) je vzduch o relativní permitivitě 1,

- na elektrodě (2) je jako okrajová podmínka zadáno napětí 22 kV s elektrickou tuhostí zdroje 109AV<sup>-1</sup>,
- na kolektoru (4) je jako okrajová podmínka zadáno napětí -4 kV s elektrickou tuhostí zdroje 109AV<sup>-1</sup>,
- na hranici modelu (3) je jako okrajová podmínka zadáno napětí 0 kV s elektrickou tuhostí zdroje 109AV<sup>-1</sup>,
- síť konečných prvků je tvořena trojúhelníky. V blízkém okolí elektrody, respektive tyčí kolektoru, byla síť zahuštěna tak, aby maximální velikost elementu byla 0,05 mm,
- tloušťka modelu je 700 mm.

2D model byl zvolen pro zjednodušení výpočtu. Na výšku simulační model neobsahuje kritické změny, proto bylo rozhodnuto udělat řez a převést 3D model na 2D. Je to běžný postup pro podobné simulace. Tento princip výpočtového modelu byl použit ve všech simulacích. V jednotlivých simulacích se lišil jen ve tvaru průřezu tyčí kolektoru a také byl měněn úhel natočení kolektoru dle osy šestiúhelníku.



Obrázek 4.11: Výpočtový model

#### 4.3.2 Simulace vlivu natočení kolektoru na intenzitu el pole

Nejprve byly provedeny simulace pro kolektor tvořený kruhovými tyčemi o průměru 4 mm a 2 mm se zaměřením na vliv natočení kolektoru a byla sledována velikost intenzity elektrického pole na všech tyčích kolektoru. Úhel natočení byl měněn v rozsahu 0 až 120 úhlových stupňů s mezikrokem 10 stupňů. Na obrázku 4.12 je příklad výsledku simulace pro kolektor s kruhovými tyčemi o průměru 4 mm pro úhel natočení 0 stupňů. Z výsledku je patrné, že nejvyšší intenzita je na tyčích, které jsou nejblíže elektrodě. Na detailu v obrázku lze také vypozorovat rozložení intenzity na povrchu samotné tyče. Nejvyšší hodnota intenzity se nachází v části, která je taktéž nejblíže elektrodě a směrem k opačnému konci klesá.



Obrázek 4.12: Rozložení intenzity E elektrického pole

Na obrázku 4.13 a 4.14 jsou zobrazeny závislosti maximálních hodnot intenzity elektrického pole E na tyčích kolektoru pro kruhové tyče o průměru 4 mm, respektive 2 mm na natočení kolektoru. Křivka "tyč1" odpovídá intenzitě na tyči, která je v základním postavení, tedy natočení 0 stupňů nejblíže pravému kraji modelu. Dále jsou tyče číslovány vzestupně proti směru hodinových ručiček. Pro každé natočení je číslování zachováno. Z grafu je patrné, že pro úhel 0 stupňů je na tyči 2 a 3 největší intenzita elektrického pole o

srovnatelné velikosti. Dále lze vypozorovat, kdy je dosaženo nejvyšší hodnoty intenzity. Je to pro případ, kdy se tyč 1 pootočí o 90 stupňů, nebo také tyč 2 o 30 stupňů. Zmíněné závěry jsou také vidět na snímcích ze simulací na obrázku 4.15. Z grafů je také patrné, že pro úhel 0 stupňů má intenzita na tyči 2 stejnou hodnotu jako na tyči 1 při úhlu 60 stupňů. Je to logické, neboť pozice jednotlivých drátů se cyklicky opakují. Lze si tak jednoduše vytvořit křivku, která bude odpovídat celé jedné otáčce kolektoru.



Obrázek 4.13: Závislost intenzity na kolektoru na úhlu natočení pro tyče o průměru 4 mm



Obrázek 4.14: Závislost intenzity na kolektoru na úhlu natočení pro tyče o průměru 2 mm



Obrázek 4.15: Rozložení intenzity elektrického pole E pro vybrané úhly natočení  $\alpha$ 

Jak již bylo řečeno v kapitole 2.1.3 pro paprsek polymeru, který pod vlivem vysokého elektrického napětí směřuje od zvlákňovací jehly na kolektor, paralelně uspořádání tyčí funguje jako přirozené roztahovací zařízení. Tento jev je patrný z vektorového pole intenzity elektrického pole E simulovaného pracovního prostoru na obrázku 4.16.



Obrázek 4.16: Vektorové pole intenzity elektrického pole E

#### 4.3.3 Simulace vlivu tvaru průřezu tyčí kolektoru

Dále byly provedeny simulace pro různé tvary průřezu tyčí kolektoru. Jejich parametry jsou uvedeny níže s příslušnými rozměry. Na obrázku 4.17 jsou zobrazeny jednotlivé varianty tvarů a rozložení elektrického pole v jejich okolí. Ostré hrany byly nahrazeny zaoblením o určeném poloměru, který je v seznamu označen písmenem r.

Parametry jednotlivých tvarů:

- a) čtverec 3 mm x 3 mm, r: 0.25
- b) čočka 7 mm x 2.5 mm, hrana r:0.25
- c) obdélník 3 mm x 7 mm, r: 0.25
- d) obdélník 3 mm x 7 mm, r: 0.1
- e) půltrubice vnitřní průměr: tloušťka 1 mm, vnější průměr: 6 mm, r: 0.25
- f) V-tvar: vnější rozměr 6 mm x 6 mm, tloušťka: 1 mm, r: 0.25



Obrázek 4.17: Použité tvary průřezu tyčí kolektoru

Z výsledků v obrázku 4.17 je patrné, že největší hodnota intenzity elektrického pole je vždy na zaoblených hranách průřezu a směrem od nich značně klesá. Lze také vypozorovat, že celkově větší hodnoty intenzity se nacházejí na části geometrie, která je blíže k elektrodě. Například v případě čtverce na obrázku 4.17 (a) jsou hodnoty intenzity na hranách bližších elektrodě přibližně poloviční oproti hodnotám na opačném konci. Obdobné výsledky můžeme pozorovat i na rovných sobě opačných stranách čtverce. Zde je rozdíl dokonce čtyřnásobný.

V grafech na obrázku 4.18 lze pozorovat porovnání závislostí intenzit na pootočení kolektoru pro jednotlivé průřezy. V horním grafu je porovnání s původně analyzovanými kruhovými tvary. Kruhová tyč o průměru 4 mm je nejhorší variantou, neboť intenzita na jejím povrchu je nejnižší. Kruhová tyč o průměru 2 mm přináší lepší výsledky, ale nikoliv nejlepší. Nejlepší variantou se zdá být obdélník se zaoblením hran 0,1 mm. Je zajímavé, že

obdélník o stejných rozměrech, ale s poloměrem zaoblení 0,25 mm přináší druhé horší výsledky. Z toho plyne, že patrně největší vliv na velikost intenzity má poloměr zaoblení. Na základě zmíněných zjištění byly varianty doplněny o průřez kytarové E-struny, která má průměr 0,28 mm. V dolním grafu je uvedeno porovnání, kde je tato struna zahrnuta. Z grafu je patrné, že hodnota intenzity je přibližně pětinásobná oproti hodnotě u ostatních variant. Z tohoto zjištění plyne, že použití takového tvaru by bylo vhodné, avšak na úkor větší konstrukční složitosti kolektoru, neboť struna není samonosná. V postaveném zařízení se používá několik kolektorů s různými průřezy. Nejvíce se osvědčil čtvercový průřez se zaostřenými hranami. Mají dostatečnou tuhost proti drátům a jsou snadno vyrobitelné.



Obrázek 4.18: Porovnání intenzit elektrického pole u jednotlivých tyčí

### 4.4 Sběr nanovláken, jejich formování a interakce mezi stroji

Dalším technologickým krokem je sběr nanovláken z rotujícího kolektoru a jejich následné formování v jedno nebo vícevrstvou přízi s požadovanou strukturou. Zamýšlený mechanismus musí interagovat nejenom s rotujícím kolektorem, ale i obsluhou stroje a se zařízením pro výrobu vláken metodou tažení, o kterém se bude jednat v kapitole 4.5. Zařízení by se mělo oddalovat od prostoru, kde probíhá zvlákňovací proces za účasti vysokého napětí. S ohledem na všechny výše uvedené požadavky byl navržen speciální mechanismus tzv. manipulátor, umístění kterého na pracovní ploše je vidět na obrázku 4.19.



Obrázek 4.19: Část pracovního stolu osazená manipulátorem pro interakce se stroji a formování nanovlákenných struktur

První prototyp zamýšleného zařízení vznikl za podpory projektu SGS 21070 "Vývoj zařízení pro výrobu nanovlákenných přízí a jejich optimalizace pro oftalmologické implantáty" na půdě TUL v Liberci, hlavním řešitelem projektu je autor této disertační práce. Výkresová dokumentace a výpočtové modely byly vypracované v rámci diplomové práce A. Krotova, kde v roli konzultanta by autor této disertační práce [158].

Manipulátor je označován jako jednoúčelový stroj s třemi stupni volnosti osazený efektorem. 3D model manipulátoru je představen na obrázku 4.20 (a). Skládá se z následujících základních součástí:

- 1. rám na otočném stole,
- 2. efektor,
- 3. ramena osazená kartáči,
- 4. pojezd s otočným stolem,
- 5. kolejnice.

Na obrázku 4.20 (b) jsou vyznačeny směry, kterými se mohou jednotlivé části manipulátoru pohybovat.



Obrázek 4.20: 3D model manipulátoru: a) základní součásti, b) základní pohyby

#### 4.4.1 Interakce mezi stroji

Poloha a natočení manipulátoru je závislá na přístroji, se kterým je pracováno, což je schematicky znázorněno na obrázku 4.21 (pohled na pracovní plochu shora).

Manipulátor je orientován směrem k obsluze. Proces čištění, sběr výrobku obsluhou.

Manipulátor je orientován směrem ke kolektoru, probíhá sběr nanovlákenné vrstvy sběracími kartáči.

Manipulátor je orientován směrem ke stroji pro výrobu vláken metodou tažení.







#### Obrázek 4.21: Pracovní polohy manipulátoru podle aktuálního výrobního procesu

Pohyb v horizontálním směru je zajišťován trapézovým válcovaným šroubem TR 1203, který je poháněn 2-fázovým krokovým motorem 57CM23-4A od výrobce Leadshine Technology Co., Ltd. Konce šroubu jsou vetknuty do rámu konstrukce prostřednictvím přesných kuličkových ložisek FF10 od SYK Sonyung Industry. V základové desce pojezdu

je umístěna trapézová přírubová bronzová matice TRM-BRFL 1203 (GRADEL BAUDIN), kterou prochází trapézový šroub. Rotační pohyb šroubu je tak převáděn na lineární pohyb pojezdu. Pojezd se pohybuje po kolejnicích umístěných po stranách. Styk pojezdu s kolejnicí je prostřednictvím polootevřených ložisek SME-12. Kolejnice je tvořena přesnými podepřenými tyčemi SBR-17. Mechanismus je pak dostatečně tuhý a přesnost polohování vysoká. Na základové desce je umístěn mechanismus s otočným stolem. Stůl manipulátoru se natáčí požadovaným směrem podle výrobní fáze, viz obrázek 4.21. O natáčení stolu se opět stará 2-fázový krokový motor 42CM04 od Leadshine Technology Co., Ltd [159].

#### 4.4.2 Koncový efektor manipulátoru

Koncovým efektorem se nazývají výstupní členy robotu nebo manipulátoru. Efektor interaguje s okolím. Efektor manipulátoru je schopen vykonávat horizontální pohyb, který podobně jako v předchozím případě zajišťuje kuličkový šroub R1205-FSC-410-0-T7 s opracováním konců E2E2-08 a E5E-08 od společnosti HIWIN poháněný krokovým motorem 57HS09 od Leadshine. Model efektoru je zobrazen na obrázku 4.22, kde je modře vyznačena pevná, nepohybující se část, červeně pak ramena, která vykonávají horizontální pohyb. Ramena se k sobě přibližují, nebo se od sebe oddalují, podle toho, jak je potřeba. Mechanismus posuvu ramen byl implementován proto, aby byl efektor univerzální a mohl se tak přizpůsobit různým vzdálenostem tyčí na rotujícím kolektoru. Dalším důvodem je nutná změna vzdálenosti při formování vláken zakrucováním. O tomto pohybu bude pojednáno později v této kapitole. V ramenech jsou v ložiskách SKF 6000-2RS a SKF 61802-2RS umístěny duté hřídele na jejichž koncích se nacházejí sklíčidla vyrobená podle vlastního návrhu na stroji MAZAK Integrex 100-IV. Do sklíčidel se upínají sběrné kartáče, popřípadě další příslušenství. Kartáče sbírají nanovlákenné vrstvy z rotujícího kolektoru. Bylo navrženo a vyrobeno velké množství kartáčů lišících se od sebe průměrem, konstrukčním materiálem, povrchovou úpravou apod. Optimální tvar byl následně vybrán na základě experimentů.



Obrázek 4.22: Konstrukce efektoru

Ve statické části efektoru jsou umístěna také sklíčidla. Je to patrné z obrázku 4.23 (a). Slouží k upevnění jehlice, která prochází skrz rameno. Na konci jehlice je pak upevněna platforma, zobrazená na obrázku 4.23 (b). Pohyb ramen není žádným způsobem ovlivněn. Platforma, zobrazená na obrázku 4.23 (b) se používá k ukotvení jádra budoucí nanovlákenné struktury a také jako platforma, na kterou se vlákna nanášejí metodou tažení.



Obrázek 4.23: Součásti efektoru a) sklíčidlo pro upevnění jehlice, b)platforma pro formování jádra nanovlákenné struktury

#### 4.4.3 Sběr nanovláken z rotujícího kolektoru

Během zvlákňovacího procesu se manipulátor nachází v bezpečné vzdálenosti od rotujícího kolektoru a zvlákňovací jehly, která je napojena na zdroj vysokého napětí. Po zvlákňování manipulátor vykonává lineární pohyb podél kolejnice směrem ke kolektoru. Zároveň se efektor přemístí ve vertikálním směru do co nejvyšší možné polohy. Vzdálenost mezi kartáči je předem automaticky nastavena pomocí pohyblivých ramen. Sběr nanovláken z rotujícího kolektoru může probíhat dvěma způsoby od sebe se lišících stykem kartáčů se sbíraným materiálem a rychlostí rotace.

V prvním případě se sběrací kartáče lehce dotýkají nanovlákenné vrstvy a efektor se pohybuje směrem dolů (viz obrázek 4.25, vlevo pohled se shora). Rychlost otáčení kartáče odpovídá rychlosti sestupu efektoru směrem dolů. Obvod kotouče tak prochází přes povrch nanovlákenného plátna. Jinak řečeno kartáč přejíždí přes vrstvu nanovláken, jako by kolo od auta jelo po silnici.



Obrázek 4.24: Schematické znázornění procesu sběru nanovlákenné vrstvy pomocí rotujících kartáčů (první varianta)

Ve druhém případě kartáče přejedou nanovlákennu vrstvu, ponoří se do ní (viz obrázek 4.25, vlevo pohled se shora). Směr otáčení kartáčů a pohyb efektoru dolů zůstává stejný, avšak rychlost rotace kartáče v tomto případě je výrazně menší, než v předchozím. Pomocí takového způsobu se dá získat větší procento paralelizovaných nanovláken, protože během sběru se doparalelizují stlačením vrstvy. Schematické znázornění procesu sběru nanovlákenné vrstvy je ukázáno na obrázku 4.25.


Obrázek 4.25: Schematické znázornění procesu sběru nanovlákenné vrstvy pomocí rotujících kartáčů (druhá varianta)

Na dalším obrázku 4.26 (a) je vidět skutečný proces sběru a na obrázku 4.26 (b) je schematicky znázorněno zvýšení stupně paralelizace vláken, o které se jednalo v předchozím odstavci.



Obrázek 4.26: Proces sběru nanovlákenné vrstvy pomocí rotujících kartáčů

## 4.4.4 Formování nanovlákenné příze

Ze sklizené nanovlákenné vrstvy je možné zakrucováním vyrobit přízi. Kartáče tedy vykonávají protisměrný rotační pohyb. Požadovaný počet otočení kartáčů je možné jednoduše kontrolovat vzhledem k tomu, že byl jako pohon zvolen krokový motor. Je tak možné volit počet zákrutů příze a rychlost otáčení kartáčů.

Na následujícím obrázku 4.27 je znázorněn proces výroby nanovlákenné příze. Tvorba příze začíná vytvořením singulárního bodu ve středu, kde se v prvním okamžiku setkávají dva kužely nanovlákenné vrstvy. Kartáče se stále otáčejí a oba kužely se oddalují od sebe. Dva vrcholy kuželů se pohybují směrem ke kartáčům, mezi nimiž se formuje zakroucená příze.



Obrázek 4.27: Zákrutový mechanismus za běhu

Daný způsob výroby a sběru nanovláken dovoluje manipulovat s velice jemnými vrstvami a formovat je do příze jak je to znázorněno na obrázku 4.28.



Obrázek 4.28: Výsledky provozu zařízení: a) sebraná jemná nanovlákna z rotačního kolektoru; b) zakroucená nanovlákenná vrstva

Při zakrucovaní se svazek nanovláken zákonitě zkracuje a to je potřeba řízeně kompenzovat. To je důležité zejména při použití neelastických polymerů, protože při zakrucovaní se příze tvoří velkou tažnou silou, která může způsobit přetrh výrobku. Proto je nutné vycházet z teorie přízí a kompenzovat deterministicky dle závislosti [160]:

$$\Delta L = L_0 \left( 1 - \frac{1}{\sqrt{1 + (\pi dz)^2}} \right), \tag{4}$$

kde  $\Delta L$  je kompenzační vzdálenost,  $L_0$  je délka nitě, z - zákrut příze na jednotku délky, d je průměr příze.

Kompenzační vzdálenost  $\Delta L$  je možné vypočítat v řídicím programu, nebo zadat ručně podle potřeb experimentu. Tak lze vytvořit hustě nebo volně zabalenou přízi řízením kompenzační vzdálenosti a počtu zákrutů aplikovaných na přízi.

Dalším sledovaným parametrem při zakrucovaní je úhel zákrutu příze. Protože průměr kartáčů je konstantní, čím delší je vzdálenost mezi dvěma kartáči, tím menší je počáteční kuželový úhel  $\varphi$  (viz obrázku 4.29). Když se délka příze zvětšuje, koncové body kužele se přibližují ke kartáčům, což způsobuje zvětšení úhlů kužele.

Na obrázku 4.29 je znázorněna geometrie tvoření přízí. Označení uvedená na obrázku jsou: průměr kartáče je D, vzdálenost mezi kartáči je  $L_k$ , délku příze označujeme za  $L_p$  a úhel kužele je  $\varphi$ .





Obrázek 4.29: Schéma geometrie tvoření příze

Počáteční hodnotu úhlu  $\varphi$  v okamžiku prvního dotyku a formovaní kužele zapíše následně:

$$\tan\left(\frac{\varphi}{2}\right) = \frac{D/2}{L_k/2} = \frac{D}{L_k}.$$
(5)

Při pokračování s točením kartáčů vzniká příze, jejíž délka  $L_p(t)$  roste s časem. Po zakomponování tohoto jevu do vztahu (5) získáme vztah

$$\tan\left(\frac{\varphi}{2}\right) = \frac{D/2}{(L_k - L_p)/2} = \frac{D}{L_k - L_p} \tag{6}$$

z kterého následně lze vyjádřit úhel kužele  $\varphi$  ve tvaru

$$\varphi = 2 \tan^{-1} \left( \frac{D}{L_k - L_p} \right). \tag{7}$$

Maximální vzdálenost mezi kartáči je konstrukčně omezena na 150 mm. Ze vzorce (7) lze graficky znázornit závislost úhlu  $\varphi$  na délce příze  $L_p$  pro kartáč daného průměru. Níže na obrázku 4.30 jsou uvedeny grafy pro kartáč o průměru 15 mm a 25 mm.



Obrázek 4.30: Závislost úhlu  $\varphi$  na délce příze

Z grafů je patrné, jak se závislost úhlu kužele na délce výrazně s rostoucí délkou odchyluje od lineárního průběhu. V důsledku se bude měnit hustota příze. A s tím je nezbytné počítat.

## 4.5 Výroba nanovláken pomocí metody tažení

Posledním zařízením na pracovním stole navrhované experimentální výrobní linky je zařízení pro vlastní výrobu nanovláken pomocí metody tažení. Jeho umístění je představeno na obrázku 4.31.



Obrázek 4.31: Část pracovního prostoru pro výrobu vláken metodou tažení

Zařízení je koncipováno jako dvouosý stroj, uspořádaný do X-Z s dávkovacím zařízením v roli koncového efektoru. Osa X slouží primárně k dloužení vznikajícího vlákna. Osa Z je určena především pro potřeby manipulace, a to jak s již dokončeným vláknem, tak i pro jakékoliv technologické projezdy v průběhu dloužení. Na obrázku 4.32 je vidět model postaveného zařízení, kde jsou označeny krokové motory (1), zajištující plynulý a přesný pohyb podél os a koncový efektor (2).



Obrázek 4.32: Zařízení pro vlastní výrobu nanovláken pomocí metody tažení

Výzvou pro návrh tohoto zařízení nebyla stavba dvouosého polohovacího zařízení, ale návrh extruderu, který by byl vhodný pro přesné dávkování hustých polymerních roztoků a taveniny. O daném extruderu se bude jednat v další podkapitole.

## 4.5.1 Extrudér pro husté polymerní roztoky

Pro manipulaci s hustými polymerními roztoky, vhodnými pro výrobu vláken metodou tažení, byl navržen speciální efektor (viz obrázek 4.33 a), který je založen na tzv. pozitivní

vytlačovací pipetě (anglicky positive displacement pipette) Microman od společnosti Gilson. Všechny součásti navrženého efektoru byly vyrobeny pomocí aditivní výrobní technologie založené na 3D tiskárně HP Jet Fusion. Na obrázku 4.33 (b) jsou šedé.



Obrázek 4.33: Extrudér pro husté polymerní roztoky

Pipeta Microman, na rozdíl od pipet s vytlačováním vzduchu, nepotřebuje vzduchový "polštář", proto se dá manipulovat s přesně vybraným objemem kapalin. Tato technologie nabízí snížení odpařování rozpouštědla a zabraňuje křížové kontaminaci, protože nedochází k přímému kontaktu mezi substrátem a pipetou. Pipeta Microman byla původně určena k ručnímu ovládání. Pro použití ve stavěném zařízení byla navržena vlastní konstrukce, která byla následně skombinována s původními komponenty pipety. Systém používá různé velikosti pipetových špiček, čímž pokrývá široké škály požadovaných objemů. Výměna špičky mikropipety se v našem zařízení provádí poloautomaticky. To znamená, že nasazení pipety se provádí ručně, ale odstranění probíhá úplně automaticky. Pipeta má pouze jeden lineární svislý pohyb. Tento pohyb ovládá svorku, která zachycuje malý píst uvnitř špičky pipety na jedno použití. Působí jako miniaturní stříkačka (tj. špička). Mechanismus stříkačky je ovládán přes tuhý bowden systém přesným krokovým motorem, který je poháněn závitovou tyčí. Konstrukce umožňuje dodávat objemy kapiček s přírůstky dávky 0,01 µl. Pomocí různých špiček pipety je možné určit rozsah objemu pro konkrétní aplikaci (1-1 000 µl).

Tento způsob výroby vláken byl úspěšně otestován. Vlákna se nanášela mezi ukotvenými platformami na efektoru manipulátoru, o kterém se jednalo v předchozí kapitole (4.4.2). Proces tvorby vláken je znázorněn na obrázku 4.34.



Obrázek 4.34: Proces nanášení nanovláken metodou tažení mezi ukotvenými částmi efektoru (platformami)

#### 4.5.2 Ohřívač pro výrobu vláken z taveniny

Pro výrobu vláken metodou tažení z polymeru, která potřebují udržování vlastní vysoké teploty, nebo pro výrobu vláken z taveniny, byl navržen speciální ohřívač pro špičku pipety (viz obrázek 4.35 a). Ohřívač se skládá z keramického tělesa, topného drátu a teplotního senzoru PT100. Keramické tělo ohřívače bylo vyrobeno pomocí 3D tiskárny SLA-DLP. Topný drát je řízen signálem PWM generovaným mikroprocesorem. Udržování teploty v předem stanoveném rozmezí je zajištěno zpětnovazební smyčkou, která je dosahována pomocí tepelného senzoru PT 100, umístěného přímo na boku tělesa topného článku.



*Obrázek 4.35: Extruder: a) ohřívací prvek pro hrot PDP; b) snímek tepelné stopy zařízení; c-1) originální píst koncovky pipety; c-2) 3D vytištěný teplu odolný píst.* 

Špička originální pipety s pozitivním vytlačením (PDP) se skládá ze 2 částí: kapiláru a pístu. Když se hrot zahřeje, čelíme dvěma problémům. Až do 100 ° C se kapilární materiál roztahuje, píst přestává těsně přiléhat ke stěnám kapiláry, a proto není možné získat správné množství hustého polymerního roztoku. Po překročení teploty 100 ° C se jednorázový píst roztaví. Tento problém se nám podařilo vyřešit vytvořením vlastního pístu pomocí SLA 3D

tisku a za použití správně zvoleného materiálu EnvisionTEC E-RigidForm Amber (viz obrázek 4.35 c). Výsledkem je, že extruder nyní může používat teplo ke změně reologických vlastností polymerních roztoků a tvořit vlákna z taveniny. Provedli jsme řadu experimentů za použití polymeru PCL45.

## 4.5.3 Další navržené efektory pro manipulátor

Po výrobě základních prvků, nutných ke splnění cíle disertační práce, byla zrealizována i experimentální řešení s použitím postavené technologie. Jedná se o dalších dvou kartáčích:

- Kartáč spojený tyčemi ve tvaru válce pro výrobu nano- a mikrovláken metodou STEP [75] [161], kde základní princip výroby vláken je shodný s metodou tažení, ale v této metodě jsou vlákna vytahovaná z polymerního roztoku urovnaná díky vysokorychlostnímu otáčení kolektoru. Je ukázaný v kapitole 6 této disertační práce;
- univerzální platforma pro umístění speciálního přípravku tzv. rámečkový skřipec (viz obrázek 4.36). Univerzální je proto, že je unifikovaná pro používání v dalších zařízeních laboratoří.



Obrázek 4.36: Platforma pro umístění speciálního rámečkového skřipce

## 4.6 Návrh a výroba pracovního stolu

Finálním bodem řešení konstrukční části byl návrh a výroba pevného pracovního stolu pro umístění všech vyhotovených zařízení. Pracovní stůl má dvě pracovní plochy, které jsou odděleny od sebe pryžovou roletou. Součástí stolu je seřiditelné osvětlení, montážní žlaby pro umístění veškeré kabeláže, rozváděčová skříň s řídicí elektronikou. Skříň byla vybrána tak, aby umožňovala další rozšíření systémů. Pro výrobu stolu byl použit hliníkový profilový systém MyTec s jednotným rastrem upínacích drážek a děr. Konstrukce je variabilní, umožňuje rychlou montáž a snadnou aktualizaci konstrukce. Povrch je anodizován, tím pádem je odolný proti mírným poškrábáním a oxidaci. Návrh je zřejmý z obrázku 4.37 (a). Konstrukce stolu byla navržena s přihlédnutím na možné transportování, proto má odnímatelnou horní část. Je možné nastavit i výšku stolu, anebo úplně odmontovat nožičky. Osazený pracovní stůl je vidět na obrázku 4.37 (b).



Obrázek 4.37: a) návrh pracovního stolu; b) osazený pracovní stůl

Ze všech stran je konstrukce zakrytovaná plexisklem. Horní část je zcela průhledná, spodní naopak matně černá. Vzhledem k tomu, že zařízení koncipované jak prototyp a pravděpodobnost nutností zásahů do procesu z různých stran je velká, byl vymyšlen speciální systém uchycení všech panelů a to na magnetické zámky. Každý panel obsahuje 4 vytištěné na 3D tiskárně úchyty s magnety, které pevně drží každý panel a v případě potřeby jsou snadno odnímatelné (viz obrázek 4.38).

Také pracovní prostor je napojený na digestoř, což bylo jedním z požadavků při navrhování stroje.



Obrázek 4.38: Magnetické uchycení panelů

Na předním panelu se nachází rozváděčová skříň s tlačítkem nouzového vypnutí, otvory pro umístění zdrojů vysokého napětí a šuplík sloužící k uložení potřebného nářadí pro obsluhu a náhradních dílů, např. různých kartáčů manipulátora pro sběr vláken.

Spellman SL60 a Spellman SL150 se používají jako zdroje vysokého napětí. V případě potřeby je lze vyměnit bez složité montáže/demontáže. Při vyjmutí napájecího zdroje je otvor v buňce uzavřen záslepkou.



Obrázek 4.39: Čelní panel a jeho funkcionalita

## 4.7 Souhrn kapitoly

Realizace vymyšleného experimentálního laboratorního zařízení podle agilní metodiky řízení byla strategicky rozdělena do několika fází. V první fázi byl postaven rotující kolektor pro elektrické zvlákňování. Součástí této fáze byla také výroba vyměnitelné hlavy pro kolektor a dávkovací zařízení s možností ohřevu polymerního roztoku. Zároveň byl proveden značný počet experimentů na zjištění efektivity různých typů hlav. V druhé fázi byl navržen a realizován sběrací a zákrutový mechanismus. Vyvíjený manipulátor disponuje veškerými požadovanými pohyby a provádí operace spojené s výrobou a formováním vícevrstvých nanovlákenných výrobků. Třetí fáze nám přinesla zařízení pro výrobu jednotlivých nanovláken a mikrovláken metodou tažení. Dále všechna vyhotovená zařízení byla umístěna do pevného pracovního stolu, který je ze všech stran zakrytován plexisklem. Konstrukce stolu byla navržena s přihlédnutím na možný transport. Celkový vzhled zařízení je představen na obrázku 4.40 a v příloze H. 3D modely postavených zařízení jsou na požádání k dispozici k nahlédnutí u autora práce.

Finanční prostředky na realizaci zařízení byly z 90% vysoutěžené autorem této disertační práce v rámci studentských grantových soutěží na TUL. Dohromady byly získány 4 projekty, díky kterým se podařilo tak rozsáhlý projekt zrealizovat.



Obrázek 4.40: Kompletní vzhled postaveného zařízení: a) vnitřní prostor, b) vnější pohled

## 5 Elektronika a automatizace procesu

Dalším nezbytným krokem je osazení postaveného výrobního zařízení elektronickými prvky a jeho následná automatizace. Tyto dvě činnosti jsou těsně propojené a závislé jedna na druhé, proto jsou představené v jedné kapitole. Automatizaci pak můžeme rozdělit na dva typy: automatizaci výrobních a také nevýrobních procesů. V daném případě i přesto, že navrhujeme experimentální laboratorní zařízení, se jedná o automatizaci výrobních procesů (týká se těch procesů, které jsou zapojeny do výroby určitých produktů). Výrobním procesem v této disertační práci je výroba nanovlákenné vrstvy a její následné zpracování podle určitých parametrů.

Rozdíl je také mezi automatizací komplexní, kdy je celkový proces automatizován a člověk přebírá roli plánování a strategického řízení, a automatizací částečnou (neboli také dílčí), kdy automatizaci podléhají jen určité procesy a funkce, zatímco zbylé fáze procesu zůstávají neautomatizovány.

Rozdíl je také možné spatřovat v nepružném a pružném procesu automatizace. Nepružná (nebo také tvrdá) automatizace spočívá v tom, že program automatického technického zařízení nelze vyměnit, nebo jen velmi nákladně. Pružná automatizace naopak nabízí snadnou výměnu programu s malými náklady.

V dané disertační práci byla snaha dosáhnout co nejvíce komplexní a pružné automatizace, aby byla zajištěna snadná, nízkonákladová a rychlá změna výrobního procesu. Zařízení proto byla nejdříve umístěna do uzavřeného pracovního prostoru, osazena veškerou elektronikou a byly vyrobené potřebné desky plošných spojů. Následně byla zařízení propojena jedním řídícím systémem ovládaným programem tak, aby výrobní proces byl automatický a zařízení bylo schopné opakovat předem pevně stanovené pracovní cykly, sestavené z mnoha dílčích pracovních pohybů. Uvedená zařízení bylo třeba aktualizovat do úrovně automatizovaného zařízení a naučit je spolupracovat nejenom mezi jednotlivými součástmi, ale i s uživatelem.

Pro realizace byly stanoveny následující kroky, které jsou popsané v dané kapitole:

- návrh a výroba rozváděcí skříně (propojení všech zařízení do jednoho celku);
- zajištění přesného polohování rotačních a lineárních pohybů;
- programování firmwaru pro ovládání hardwaru zařízení;
- návrh centrální řídicí jednotky, tzv. vestavěného ovládacího uživatelského modulu pro komunikace s uživatelem a formování příkazů pro hardwarovou část zařízení;

- programování grafického rozhraní pro uživatele a jeho propojení s firmwarem pomocí komunikačního protokolu;
- zajištění možnosti aktualizace zařízení.

Pro realizaci dané části disertační práce autor vysoutěžil další finanční podporu z projektu SGS 21223: "Automatizace výrobní linky vícevrstvých nanovlákenných tubulárních struktur".

## 5.1 Propojení elektroniky zařízení

Úloha propojení všech zařízení dohromady je jedním ze základních úkolů řešených v této disertační práci. Celý systém lze rozdělit do tří skupin:

- Periferní zařízení. Zařízení, která se připojují k systému.
- Centrální řídicí uzel. Veškeré elektronické součástky včetně řídicí jednotky, ovladače, napájecí zdroje, relé a další byly umístěny do rozváděčové skříně (viz obrázek 5.2).
- Uživatelský vestavěný ovládací modul. Jedná se o modul, který komunikuje s uživatelem, pak generuje a posílá příkazy do centrální řídicí jednotky.



Obrázek 5.1: Schéma propojení součástí zařízení systému



Obrázek 5.2: Uspořádání elektrických prvků v rozváděcí skříni

Tabulka $4 \cdot$	Seznam	hlavních	nrvků v	rozváděcí	skříni
$1 u u u \kappa u +$ .	Seznum	mavmen	ρινκά ν	<i>TOLVUUECT</i>	SKIIII

Označení	Název prvku
1	Regulátor jasu osvětlení pracovního prostoru. 12-24V DC, 8A.
2	Modul s osmi relé. Songle SDR-05VDC-SL-C, 10A.
3	Skupina řídicích modulů (driverů) pro 4 krokové motory s velkým odběrem elektrického proudu M542 a M752, Leadshine, 4.2 – 5.2 A.
4	Panel s konektory.
5	Zdroj stabilního stejnosměrného napětí 12V, 6.3A,
6	Zdroj stabilního stejnosměrného napětí 24V,14A, Omron S8VM-30024C.
7	Proudový chránič AC, 30mA, 25A, EAC EF16-2, 25A, $I_{\Delta N}$ 30mA.
8	Elektrické připojení prvků na čelním panelu skříně rozváděče.
9	Bezpečnostní relé Zamel PEM-01.
10	Zdroj stabilního stejnosměrného napětí 5V/6.5A Mean Well HDR-60-5.
11	Jednofázový jistič EATON Z-S/SS00.
12	Skupina řídicích modulů pro 8 krokových motorů s malým odběrem elektrického proudu DM422C, Leadshine, 2.2A.
13	Modul s tranzistorovými poli ULN 2803 vlastní výroby.
14	Regulovaný ventilátor SUNON MEC0382V1-000U-A99 pro odvod tepla ve skříni.
15	Hlavní mikropočítačová řídicí jednotka Arduino Mega 2560 osazená rozšiřující deskou vlastní výroby (osazení typu shield).

Na levé části rozváděcí skříně jsou umístěny konektory pro propojení všech zařízení, osvětlení, propojení s vestavěným ovládacím uživatelským modulem (HID) deskou a USB interface pro propojení se servisním počítačem. V případě potřeby se dá rozváděcí skříň kompletně odpojit a servisovat zvlášť od ostatních strojů.



Obrázek 5.3: Konektory na rozváděcí skříni pro propojení všech zařízení

Rozváděcí skříň obsahuje řízenou ventilaci. Při dosažení určité (nastavitelné) teploty se zapne ventilátor zajištující chlazení elektronických prvků ve skříni.

Pro propojení veškerých pinu procesoru ATmega 2560 [162] byla navržena a vyrobena deska plošných spojů. Navržená deska se spojuje s deskou obsahující mikroprocesor nasazením jedna na druhou, tím pádem je zajištěna rychlá výměna mikroprocesoru bez nutnosti odpojování veškerých konektorů. Schéma zapojení a návrh desky plošných spojů jsou v příloze C).



Obrázek 5.4: Deska plošných spojů

Z důvodů velkého počtu ovladačů motoru bylo nezbytné zajistit ochranu řídicí jednotky proti nadměrnému proudovému odběru optočlenů jednotlivých signálních vstupů

driveru. Každý signál odebírá 8-15 mA, proud již pro 4 osy je 12x15 mA = 180 mA. Maximální proud, který vydrží pin GND procesoru ATmega 2560 je 100 mA. Proto byla navržena a vyrobena další deska plošných spojů s výkonovým tranzistorovým polem na báze ULN2803. Schéma umístění a propojení s hlavní řídicí jednotkou pomocí 20 pinového plochého konektoru je zřejmé z obrázku 5.5. Napojení vyrobené desky na din lištu realizované pomocí držáku vlastní výroby. Schéma zapojení tranzistorového pole a návrh desky plošných spojů jsou v příloze D).



Obrázek 5.5: Schéma umístění tranzistorového pole (zvýrazněno červeně)

## 5.2 Zajištění přesného polohování rotačních a lineárních pohybů

Pro přechod od mechanizovaného stroje k automatizovanému je potřeba zajistit přesné polohování rotačních a lineárních pohybů. Pro uvedení do problematiky je nejdříve potřebné popsat jednotlivá zařízení podle kinematiky a odměřovacího zařízení. Kinematika je mechanická konstrukce robotu, složená z kloubů a ramen a svým rozsahem definuje pohybové možnosti stroje. Odměřovací zařízení snímají okamžitou polohu a senzory jsou měřícími čidly, zjišťujícími polohu, velikosti nebo tvar součástí. Seznam zařízení vypadá následně:

- Rotující hlava kolektor. Obsahuje 1 rotační pohyb. Poloha musí být přesně řízena.
- Manipulátor pro sběr a zakrucovaní nanovláken. Obsahuje 3 rotační pohyby, 4 lineární pohyby. Poloha musí být přesně řízena.
- Manipulátor pro výrobu nanovláken metodou tažení. Obsahuje 2 lineární pohyby. Poloha musí být přesně řízena.
- Dávkovací zařízení. Obsahuje 1 lineární pohyb.

Rotační a lineární pohyb v daných zařízeních zajištují krokové motory. Byly použité motory dvojího typu: 42HS03 s přírubou NEMA 17 typ B a 57HS09 s přírubou NEMA 23. Standardní přesnost motoru je 200 kroků za jednu otáčku (1.8 stupňů). Pro zvětšení přesnosti byly použity ovladače s možností mikrokrokování. Pro motory s odběrem do 2.2A byly použité ovladače DM422C od firmy Leadshine, pro motory s odběrem 4.2 až 5.2A ovladače M542 a M752 od Leadshine . V našem systému máme pohon s 16 mikrokroky na jeden celý krok s 1,8 stupňovým motorem s 200 celými kroky potřebnými na jedno celé otočení motoru, to znamená, že disponujeme 64 x 200, tj. 12 800 různých nastavitelných poloh, do kterých se může motor natočit (0.028 stupňů).

Pro přesné polohování je ale potřeba, aby řídicí systém znal alespoň počáteční polohu pohonu. Existuje několik řešení pro zjištění pozice v lineárních a rotačních pohonech. Mezi ně patří enkodery, koncové spínače nebo laserové snímače vzdáleností. V našem zařízení byly použity koncové spínače v krajních bodech lineárního posuvu. Po nájezdu na koncový spínač ovládací software nuluje proměnnou, která odpovídá za polohu. Následně se pro dosažení žádané polohy používá krokový motor a v určité proměnné se ukládají provedené kroky. Po každém restartu systému se každý pohon automaticky kalibruje, najíždí do referenční polohy.

Pro zvětšení přesnosti polohování bylo použito optické čidlo typu TCTS2300. Na rozdíl od mechanického tlačítka má větší životnost a přesnost, a na rozdíl od indukčního přibližovacího čidla je výrazně levnější. Samotné čidlo TCTS2300 nemá žádný význam bez správného zapojení. Proto byla navržena a vyrobena deska plošných spojů s integrovaným čidlem TCTS2300 a třemi výstupy: +5V, GND a signál. Nejdříve byla zvolena elektronická zapojení, která měnila výstupní signální napětí od 0.3V na 3.1V. Hranice měření digitálního signálu s HIGH na LOW zvolené řídicí jednotky je 3.0V. Pro zvětšení spolehlivosti zařízení byla deska nahrazena aktualizovanou verzí, která mění svůj signálový stav od 0 do +5V (schéma zapojení koncového spínače a návrh desky plošných spojů jsou v příloze E).

V daném zařízení se používá aktuálně 20 koncových spínačů. Jejich umístění v různých částech zařízení vyžadovalo navržení univerzální desky plošných spojů, která by byla vhodná pro použití v každé části stroje. Desku lze osadit elektronickými součástkami různými způsoby a umístit podle potřeby na stroji. Na obrázku 5.6 a 5.7 je vidět umístění koncových spínačů na různých místech v různých podobách.



Obrázek 5.6: Použitá provedení koncových spínačů lišících se způsobem osazení desky plošných spojů



Obrázek 5.7: Umístění některých koncových spínačů na stroji

## 5.3 Programování firmwaru pro ovládání hardwaru zařízení

Programování firmwaru proběhlo v open-source vývojovém prostředí Arduino IDE v aplikaci Visual Studio Code. Firmware byl navržen zcela na míru s výjimkou některých knihoven pro usnadnění běžných rutinních operací.

Pro lepší orientaci a vizualizaci byl nejdříve navržen stavový diagram, který je představený na obrázku 5.8. Celý program firmwaru se dá rozdělit do dvou bloků: inicializace (start ATmega 2560) a opakované vykonání (loop). V bloku inicializace jsou nahrané přesně zadané konstanty, inicializace proměnných a funkcí, načítaní knihoven, identifikace zapojeného zařízení. Do bloku, který se stále opakuje, je nahraný syntaktický analyzátor příkazů (parsing), který čeká na příjem signálů (čtení přikazů) od vestavěného ovládacího uživatelského modulu a podle pokynu spustí správné sekvence příkazů pro hardware. Veškeré bloky příkazů pro hardware jsou organizované do funkce a knihoven. Součástí firmwaru byly naprogramované a aplikované funkce tlumení šumu od signálových kabelů (filtr signálu), kalibrace lineárních a rotačních posuvů (homeing HUB), syntaktická analýza příkazů s lexikální analýzou (parsing), kontrola příkazů před spouštěním na úrovně firmwaru a další. Zdrojový kód firmwaru je na požádání k dispozici k nahlédnutí u autora práce.

Stavový diagram je pouze orientační, na kterém je znázorněný klíčový pohyb signálů mezi stavy systému. Samozřejmě existuje spousta dalších podprogramů a funkcí v rámci jednotlivého stavu.





## 5.4 Návrh vestavěného ovládacího uživatelského modulu

Metaforicky navrhované zařízení se dá porovnat s člověkem, kde konstrukce zařízení se dá přirovnat k tělu člověka, elektrické propojení s nervovou soustavou, ale pro kompletnost chybí duše (nebo rozum). Za inteligenci zařízení odpovídá software.

Hlavní úloha vestavěného ovládacího uživatelského modulu je komunikace s uživatelem na jedné straně a komunikace s hardwarovou částí zařízení na druhé. Pro komunikaci s hardwarem bylo potřeba zvolit technologie spojení a navrhnout komunikační protokol, o čemž se bude jednat v další podkapitole. Komunikaci s uživatelem byla snaha udělat co nejvíce uživatelsky přívětivou, aby obsahovala přehledný interface, zvukové a světelné indikátory. Bylo třeba také zajistit snadné aplikování nových aktualizací uživatelského rozhraní pro přidávání nových a opravování aktuálních funkcí. S přihlédnutím ke všem požadavkům pro interakce s uživatelem byl vybrán 7 palcový dotykový display napojený na mikropočítač Raspberry PI 3B. Daný mikropočítač o velikosti jenom 82mm x 56mm x 19.5mm a váze 50g má následující základní parametry:

- Procesor: Broadcom BCM2837B0 quad-core A53 (ARMv8) 64-bit @ 1.4GHz;
- GPU: Broadcom Videocore-IV;
- RAM: 1GB LPDDR2 SDRAM;
- síťové prvky: Gigabit Ethernet, 2.4GHz a 5GHz 802.11b/g/n/ac Wi-Fi;
- Bluetooth 4.2, Bluetooth Low Energy (BLE);
- úložiště: 256Gb Micro-SD;
- 40-pin GPIO;
- porty: HDMI, 3.5mm analogový audio-video jack, 4x USB 2.0, Ethernet, Camera Serial Interface (CSI), Display Serial Interface (DSI).

Mikropočítač běží na operačním systému Raspbian, známém také jako Raspberri Pi OS. Distribuce je složená na open-source softwaru Linux s otevřeným zdrojovým kódem, vyvinutá komunitou Debian Project. V podstatě se jedná o běžný počítač, jen s méně pokročilými funkcemi a slabším výkonem. Tyto parametry však stačí k tomu, aby náš systém získal všechny potřebné funkce.

Díky tomu, že Raspberri Pi umožňuje napojení do 40 pinu vstupu-výstupu, které se dá naprogramovat, do vestavěného ovládacího uživatelského modulu bylo přidáno ještě pár funkcí. Pro indikace stavu procesů byly navržené světelné indikátory po obě strany

dotykového displeje. Každý indikátor je sestaven z deseti RGB LED diod typu WS2812b, což umožňuje řídit jas a barvu každé diody zvlášť. Také byl přidán piezo aktivní bzučák (2300Hz) pro zvukovou signalizaci. Dalším důležitým prvkem je HF RFID (anglicky High Frequency Radio-Frequency Identification) čtečka s vestavěnou anténou MFRC-522 RC522, která funguje na frekvenci 13.56 MHz a dokáže načítat příslušné štítky a karty. Mezi takové karty patří i karty typu ISIC nebo ITIC.

Námi zvolený mikropočítač má ale jednu nevýhodu. Zapínání a vypínání probíhá tak, že uživatel ručně napojí desku na zdroj napětí nebo je odpojí, ale tato nevýhoda byla vyřešena použitím desky ATXRaspi od společnosti LowPowerLab [163]. ATXRaspi je všestranný inteligentní regulátor napájení pro RaspberryPi. Umožňuje vypnutí nebo restartování počítače Pi stisknutím tlačítka, aniž by se muselo přihlašovat a spouštět tyto příkazy přes konzoli, ssh nebo ručně. Při vypnutí také zcela přeruší napájení počítače Pi.

Zapojení celého systému realizované pomocí modulu se dá snadno měnit a případně aktualizovat nebo měnit. Schéma je vidět na obrázku 5.9.



Obrázek 5.9: Schéma zapojení Raspberry Pi a vestavěných prvků

Veškerá elektronika uvedená na schématu výše byla umístěna do na míru navrženého pouzdra, přišroubovaná k frontální části zařízení a propojena s hardwarovou částí, umístěnou v rozváděcí skříni. Pouzdro bylo vytištěno na 3D tiskárně od společnosti Hewlett-Packard pomocí technologií Multi Jet Fusion.



Obrázek 5.10: Vestavěný ovládací modul na bázi Raspberry Pi s příslušenstvím

V tomto zařízení RFID čtečka slouží hlavně pro dvě funkce:

- načítání parametrů stroje nebo zvlákňování. Pro usnadnění práce uživatele zařízení a také pro eliminování případných chyb ze strany uživatele, má každá vyměnitelná součástka ve stroji svůj RFID štítek s unikátním identifikačním číslem UID. Pomocí tohoto čísla systém nahraný do vestavěného počítače rozpozná součástku a proběhne automatické nastavení parametru. Také se dají přiřadit ke štítkům určité vlastnosti jakéhokoliv procesu a následně snadno používat přiložením karty ke čtečce;
- pro přihlášení uživatele k systému. Tato možnost byla přidaná pro rozdělení a omezení práv v systému, který má uživatel k dispozici. Zatím jsou dva druhy uživatelů: obyčejný provozovatel a administrátor.

Čtečka se nachází po levé ruce od uživatele a je označena příslušnou ikonou. Na obrázku 5.11 je vidět proces načítání štítku (a) a personální karty ITIC (b).



Obrázek 5.11: Načítání RFID: a) štítku, b) personální karty ITIC

#### 5.5 Grafické uživatelské rozhraní

K tomu, aby na pokyn uživatele zařízení začalo něco vykonávat, je potřeba nejdříve zajistit grafické uživatelské rozhraní (anglicky Graphic User Interface, známe pod zkratkou GUI), aby uživatel věděl o možnostech zařízení.

Pro snadné ovládání zařízení bylo naprogramované vlastní grafické uživatelské rozhraní. Grafické prvky byly naprogramované pomocí volně dostupného softwaru Qt Designer, následně v jazyce Python byla naprogramována obsluha událostí, která shromažďuje všechny vstupní informace od uživatele a generuje potřebný příkaz, který vestavěný ovládací modul odešle přes sériový port po stisknutí tlačítka RUN. Na vývoji grafického rozhraní se stále pracuje. Na obrázku 5.12 je vidět několik oken: a) okno ovládání výroby vláken metodou tažení; b) okno spouštění sekvencí příkazů, nebo přednastavené scénáře výrobního procesu; c) okno s nastavením systému.

Ovládací prvky jsou adaptované pro dotykový display, je ale zachována možnost používat externí klasickou myš nebo trackpad a klávesnici. Díky tomu, že vestavěný ovládací modul obsahuje 4 USB porty, není problém zapojit externí periferie.

Drawing Manipulator El. Spinning	Scripts System	Serial monitor:	Drawing Manipulator El. Spinning	Scripts System Serial monitor:
Homing		prawing Home ALL done	List of avaiible scrip	prawing Home ALL de
University of Disetter			Preparation of 200 fibers. Fast	Add
Honzontai axis Pipettor	Home ALL		Preparation of 100 fibers Slow	Remove
Vertical axis throw away the tip			Change pipette	Remove
0-1				Info
Fiber count	25			
	20			
Speed	60 0			
Polymer vol/step	10			
	Apply settings			
Left Offset Right Offs	iet			
Horizon				
Vertical Vertical		Pup		Run



С

Obrázek 5.12: Grafické uživatelské rozhraní

# 5.6 Komunikační protokol mezi hardwarovou částí a vestavěným ovládacím modulem

Dále je potřeba vymyslet jakým způsobem budou komunikovat mezi sebou vestavěný ovládací modul a mikrokontroller, který má na starosti hardwarovou část stroje. Pro posílání příkazů z vestavěného ovládacího modulu do mikrokontrolleru se používá synchronní sériová komunikace přes USB připojení. Přenosová rychlost je zvolena na 9600 bps (bitů za sekundu).

Formát příkazu je podle vlastního vymyšleného pravidla uvedeného v tabulce 5:

Tabulka 5: Pravidlo pro příkaz

Název	Název	Název	První upřesňující	Druhy upřesňující
podsystému	činnosti	parametru	parametr	parametr
(4 znaky)	(4 znaky)	(3 znaky)	(1 znaky)	(omezeno pamětí*)

\* - pamětí datového typu pro uložení parametru

Tak můžou být například formované příkazy:

- **DRAW HOME ALL**. Najíždění všech krokových motorů, které souvisejí se strojem pro výrobu vláken metodou tažení, na domácí polohu.
- DRAW MOVE M01 A 400. Motor v systému stroje pro výrobu vláken metodou tažení s indexem 01 najede na absolutní hodnotu 400. Motor bude vykonávat pohyb do absolutní koordináty pokud předem byl identifikován najížděním na domácí polohu.
- MANI ENAB M05 +. Motor manipulátoru s indexem 05 bude zapnutý a udržuje svoji polohu. Pokud poslední parametr bude " " dojde k vypnutí motorů.
- **KSEL MOVE M01 + 60**. Motor rotujícího kolektoru s indexem 01 se bude točit směrem hodinových ručiček rychlostí 60 otáček za minutu.
- **KSEL MOVE M01 A 1200**. Motor rotujícího kolektoru s indexem 01 najede na přesnou polohu, která odpovídá absolutní hodnotě 1200 impulzů.
- MANI SCEN S01. Proběhne série předdefinovaných příkazů, které se týkají manipulátoru. Například daný příkaz spustí přípravu manipulátoru před sběrem nanovlákenné vrstvy.

Na straně firmwaru, který se dočkal na vstupu zformovaného příkazu, se spustí syntaktická analýza příkazu (slangově podle angličtiny též parsování nebo parsing) vlastní výroby. Tam se vstupní text transformuje do syntaktického stromu, který zachovává hierarchické uspořádání vstupních symbolů. Syntaktické analýze předchází ještě lexikální

analýza, při níž se vstupní text rozděluje na posloupnost lexikálních symbolů neboli tokenů – elementárních nositelů významu v rámci daného formálního jazyka. Při analýze textu v přirozeném jazyce jsou symboly obvykle slovní tvary a interpunkce, v programovacím jazyce identifikátory, literály (čísla, řetězce), klíčová slova, operátory, oddělovače apod. V našem analyzátoru se používá jako oddělovač mezera. Po lexikální analýze a syntaktické analýze následuje sémantická analýza, která zjišťuje význam jednotlivých částí datové struktury a přiřazuje jim příslušné akce (tabulka příkazu je v příloze F).

Příkazy pro hardware je možné posílat dvěma způsoby: přes integrovaný vestavěný ovládací uživatelský modul, nebo napojením externího počítače pomocí USB.

#### 5.7 Zajištění možnosti aktualizací zařízení

Tuto kapitolu považuji za jednu z nejdůležitějších. Jedním z požadavků, kladeným na navrhované zařízení, byla možnost jeho aktualizací, tzv. vylepšení nebo přidávání nových funkcí. Proto ještě v etapě navrhování se počítalo s tím, že zařízení musí mít rozšiřovací porty pro komunikaci s případnými novými jednotkami, motory apod.

Pro datovou komunikaci je k dispozici SPI, I2C rozhraní, volný port pro napojení zařízení ovládané pomocí PWM, řada signálových portů. Příkladem zapojení můžou být čidla tepla, vzduchu, otáčkoměr, teploměr apod. Dále zařízení obsahuje 2 porty pro připojení krokových nebo stejnosměrných motorů s dvěma koncovými spínači každý. Příkladem zapojení může být motor pro ovládání pohybu zvlákňovací jehly, zapojení motoru pro automatické zvednutí oddělovací rolety, zapojení dalšího dávkovače pro výrobu kompozitních nanovláken, zapojení dalšího kolektoru apod. Pro napájení se dá použít 5, 12 nebo 24V podle potřeby. Napájení externích zařízení se dá zapojit rovnou do sítě přístroje, nebo přes 4 porty relé, ovládaného pomocí mikrokontrolleru. Příkladem zapojeného zařízení přes relé může být klimatická jednotka, zvlhčovač vzduchu, spouštění odsávání v digestoři apod.

Pro snadné připojení dalších zařízení byly navržené speciální rozšiřovací bloky, napojené pomocí konektoru přímo do rozváděče. Nabízejí napojení pomocí svorky k relé, sběrnicím, volných pinu mikrokontrolleru, napájení apod. Rozšiřovací bloky jsou uvedené na obrázku 5.13.



Obrázek 5.13: Rozšiřovací bloky pro snadné připojení dalších zařízení

Uživatelské rozhraní a firmware řídicí jednotky už má předpřipravené bloky kódů, zarezervované piny mikroprocesoru a okomentovaná místa pro vkládání dat, aby aktualizace softwaru a firmwaru probíhala snadno a bez chyb. Příklad je vidět na obrázku 5.14.

<pre>} else if(comPart2 == "YCH7"){</pre>		
if (comPart3 == "ON"){		
// relay 7 on		
<pre>} else if (comPart3 == "OFF")</pre>	{	
// relay 7 off		
<pre>} else{ Serial.println("Invali</pre>	id command in comPart3 level'	'); }
<pre>} else if(comPart2 == "YCH8"){</pre>		
if (comPart3 == "ON"){		
relayOnOff("hotBlades", true	e);	
<pre>} else if (comPart3 == "OFF")</pre>	{	
relayOnOff("hotBlades", fals	se);	
<pre>} else{ Serial.println("Invali</pre>	id command in comPart3 level'	); }
<pre>} else { Serial.println("Invalid command in comPart2 level")</pre>	);	

Obrázek 5.14: Předpřipravený blok kódu, který může být aktivovaný na požadavek uživatele a sepne relé, čímž zapne externí zařízení

Možnost zapojení dalších zařízení byla hned využita během provedení experimentů po sběru nanovlákenné vrstvy z rotujícího kolektoru. Sběr probíhal sice v pořádku, nanovlákenná vrstva na kartáčích byla nepoškozena, ale vlákna mimo kartáče se namotávala na její rotující ose a docházelo k destrukci. To znamená, že po sběru jedné vrstvy jsme přicházeli o dvě vrstvy vedle. Samozřejmě bylo třeba zabránit podobnému plýtvání materiálu.

Problém se dá vyřešit tím, že hned po kartáčích se musí vlákno uříznout. Mechanické řezací prvky se neosvědčily, protože byly buď rozměrově nevhodné, nebo nezajištovaly kontinuální řez nanovlákenné vrstvy. Další možností bylo řezání laserovým paprskem, ale používání výkonného laseru by vyžadovalo přidávání dalších bezpečnostních opatření pro uživatele. Mým řešením se stal odporový drát, který byl upevněn na speciální vytištěné konstrukci, která se pohybuje společně s rameny efektoru. Odporový drát ohýbá kartáče a

při sklizení nanovlákenné vrstvy se ohřeje a tím ji uřízne od zbytku vláken (viz obrázek 5.15 a 5.16, zvýrazněno červeně).



Obrázek 5.15: Umístění a zapojení odporového drátu



Obrázek 5.16: Používání odporového drátu pro delikátní uříznutí nanovlákenné vrstvy

Zapnutí ohřevu odporového drátu je realizováno přes rozšiřovací porty a zapíná se na pokyn mikroprocesoru. Síla ohřevu je řízena PWM signálem. Do firmwaru daná aktualizace byla přidána způsobem popsaným v této podkapitole výše.

## 5.8 Souhrn kapitoly

V této fázi realizace vymýšleného experimentálního laboratorního zařízení bylo provedeno osazení stroje elektronikou a dosažení co nejvíce komplexní a pružné automatizace výrobního procesu. Zařízení byla propojena jedním řídícím systémem organizovaným do rozváděče, byly navržené a vyrobené potřebné desky plošných spojů.

Uvedená zařízení bylo potřeba naučit spolupracovat nejenom mezi jednotlivými součástmi, ale i s uživatelem. Proto byl navržen vestavěný ovládací uživatelský modul s uživatelsky orientovaným grafickým rozhraním.

Byl kladen velký důraz na zajištění možnosti snadné aktualizace zařízení. Možnost zapojení dalších zařízení byla hned využita během provedení experimentů po sběru nanovlákenné vrstvy z rotujícího kolektoru.

Veškerý software pro hardware i pro uživatelské rozhraní je vlastní výroby.

## 6 Experimenty a aplikace

Logickou finalizací této disertační práce je samozřejmě ověření, že vytvořený koncept experimentální laboratorní výrobní linky je funkční a výstupy jsou použitelné. V angličtině má daná fáze název *Proof of concept*. V této kapitole jsou popsané použité materiály pro provedené experimenty a receptury připravených roztoků. Pro lepší znázornění budou nejdříve ukázány základní 3D modely struktur, které umožňuje vyrobit zkonstruované a postavené zařízení. Dále jsou předvedeny snímky některých vyrobených vzorků pomocí elektronového mikroskopu (SEM) a optického mikroskopu. Taký je zde stručně popsáno, k čemu budou vhodné podobně vyrobené materiálové struktury.

## 6.1 Znázornění nanovlákenných struktur

Jedna z klíčových výhod zařízení postaveného v rámci disertační práce spočívá v možnosti kombinace dvou metod výroby nano a mikrovláken a jejich následné zpracování do jedné tubulární struktury. Pro lepší znázornění nanovlákenných struktur, které se dají vyrobit pomocí postaveného zařízení, představuji v této podkapitole jejich 3D modely. Modely byly vytvořené pomocí softwaru Autodesk Inventor Professional 2019 a jsou k dispozici k nahlédnutí u autora práce.

## 6.1.1 Struktura typu jádro - plášť

Danou strukturu lze vyrobit pomocí kombinace metod tažení a elektrického zvlákňovaní. Na obrázku 6.1 je nanovlákenná struktura ve tvaru kompozitní (dvou nebo více komponentní) nitě, kde jádro tvořené z mikrovlákna, vyrobené metodou drawing, je obalené jednou nebo více vrstvami nanovláken zakroucených protisměrně nebo stejným směrem, tj. souhlasně. Jádro může být tvořeno kombinací vláken různého průměru a materiálového složení.



Obrázek 6.1: Nanovlákenná struktura ve tvaru kompozitní nitě

Taková struktura může sloužit jako drenážní implantát pro transport kapaliny díky kapilárním jevům. Důležitým je správný výběr hydrofobních a hydrofilních materiálů pro výrobu této struktury, aby nedocházelo k fibrotaci a aby se materiál nepřeměnil v gel.

#### 6.1.2 Obklopení tubulárních objektů nanovlákennou vrstvou

Danou strukturu můžeme vyrobit vložením jakéhokoliv objektu (tubulární je žádoucí) mezi dva nepohyblivé body efektoru na sběracím zařízení. Pro přesné uchycení se používají speciální magnetické držáky mnou navržené a vyrobené na míru pro tyto účely. Po umístění objektu mezi dvěma nepohyblivými platformami (viz obrázek 4.22, 4.23b) na efektoru manipulátor sebere vyhotovenou nanovlákennou vrstvu (tj. vrstvu paralelizovaných vláken na tyčích kolektoru) a omotá objekt umístěný mezi platformy. Jádrem takové struktury může být například měděný drátek a vlákenný plášť pak může sloužit jako elektrická nebo tepelná izolace, čímž se dá získat základ pro výrobu ohybného / flexibilního kondenzátoru (viz obrázek 6.2a). Dále jádrem může být klasická celulózová nit, která má hydroskopické vlastnosti. Tato nit může být obalena hydrofilním materiálem. Tak lze vyrobit sondu pro odběr chemických látek pro analýzu nebo drenážní kanálek. Dalším příkladem je umístění skleněné trubičky určitého průměru, na kterou bude aplikováno několik tenkých vrstev nanovlákenného materiálu. Skleněná trubička může být následně odstraněna a tak získáme dutou trubičku, jejíž stěny tvoří nanovlákna, která svou strukturou připomínají cévu (viz obrázek 6.2b). Stěny podobné trubičky tvořené nanovlákennou vrstvou, kde vlákna mají paralelní orientaci, mají výhodu pro použití v roli cévních náhrad, protože paralelizace vláken a správný výběr polymeru částečně zabraňuje fibrotaci u stěn implantátu [157].



Obrázek 6.2: Nanovlákenná struktura získaná obklopením tubulárních objektů

Počet vrstev může být v podstatě jakýkoliv. Navíc, mezi vrstvy se dá aplikovat například buněčný materiál, hydrogel nebo vrstva může být pozlacena, aby se vytvořil

elektrický vodivý pokovený povrch apod. Zákrut takové trubice tvořené nanovlákenným obalem, tj. počet závitů pomyslné spirály tvořené svazky nanovláken, může být přesně nadefinován.

## 6.1.3 Stoprocentní nanovlákenná příze vyhotovená metodou tažení nebo elektrického zvlákňování

Stoprocentní nanovlákennou přízi můžeme připravit pomocí zkonstruovaného zařízení metodou sběru a zákrutu nanovlákenné vrstvy sebrané z rotujícího kolektoru. Druhým způsobem je výroba pomocí metody tažení. Při výrobě vláken metodou tažení umísťuje dávkovací zařízení jednotlivá vlákna na speciální rotující efektor manipulátoru, který následně zkroutí vyhotovená vlákna do příze. Zákrut pak můžeme přesně určit. Schematické znázornění je představeno na obrázku 6.3. Také lze před zakroucením umístit do středu vznikajícího objektu tubulární předmět, například skleněnou trubičku. Po zakroucení skleněnou trubičku, která je držena v nehybné poloze, společně s vyhotovenými vlákny můžeme tepelně exponovat do teplot přibližujících se k teplotám tání použitého polymeru (pro PCL s průměrnou molekulovou hmotností 80 000 g/mol například vhodná teplota je kolem 55 °C). Po ochlazení , které usnadní následný proces vytažení, skleněnou trubičku vyjmeme a získáme dutou trubku tvořenou vlákny získanými metodou tažení. Schematické znázornění je na obrázku 6.4.



Obrázek 6.3: Model přesné 100% nanovlákenné příze



Obrázek 6.4: Model mikrovlákenné trubice

## 6.1.4 2D orientovaná struktura nanesená metodou tažení na podložku vyrobenou metodou elektrického zvlákňování.

Pomocí speciálního efektoru-drážky (viz obrázek 6.5 a) lze vytvořit metodou tažení 2D orientovanou strukturu na podložce vyrobené metodou elektrického zvlákňování. Na takovém materiálu můžeme testovat adhezi buněčných kultur v závislosti na struktuře vyrobeného scaffoldy, také studovat nanesené struktury v roli výztuže pro nanovlákennou vrstvu. Na obrázku 6.5 (b) je zobrazený model s 2D mřížkou na podkladu s nanovlákennou vrstvou.



a

Obrázek 6.5: Model s 2D mřížkou na podkladu z nanovlákenné vrstvy

## 6.1.5 Modifikace metody STEP

Efektor, jehož model je ukázán na obrázku 6.6 slouží pro výrobu vláken STEP metodou. Na obrázku jsou vlákna zvýrazněna červeně. Tato originální metoda je popsaná v článku [75]. Používá rámeček pro navíjení vlákna. Konstrukce navrženého kolektoru dovoluje téměř kontinuální tažení vláken. Při optimalizaci rychlosti pohybu jehly podél rotujícího kolektoru a rychlosti samotného kolektoru se dá dosáhnout struktury kosočtvercového tvaru.



Obrázek 6.6: Model modifikovaného rotujícího kolektoru pro výrobu vláken metodou STEP

V této podkapitole byly představeny jen základní modely možných mikro a nanovlákenných struktur. Vybrané struktury byly vyhotoveny a jsou představené v kapitole 6.3.

#### 6.2 Materiály pro experimenty

**Polykaprolakton (PCL) a kopolymer kyseliny polymléčné a polykaprolaktonu (PLCL)** PCL je hydrofobní, biokompatibilní a biodegradabilní polymer, jehož strukturní vzorec je znázorněn na obrázku 6.7.



Obrázek 6.7: Strukturní vzorec PCL [164]

Kopolymer PLCL stejně jako jeho složky patří mezi degradabilní polyestery. Podle studie [165] kopolymer PLCL vzniká polymerací za otevření kruhů ε - kaprolaktonu a L-laktidu, jak je znázorněno na obrázku 6.8.



Obrázek 6.8: Schéma vzniku kopolymeru PLCL [166]

Pro přípravu vláken metodou tažení a STEP byly použity 12% roztoky PCL s průměrnou molekulovou hmotností 80 000 g/mol a PLCL rozpuštěný v chloroformu (Penta chemicals). Základní receptura pro přípravu byla následující: pro přípravu 20 g roztoku polymeru bylo použito 2,4 g granulovaného polymeru PCL nebo PLCL a 17,6 g chloroformu (Penta chemicals). Roztok byl míchán při pokojové teplotě na magnetickém míchadle s otáčkami nastavenými na 150 otáček za minutu.

Pro přípravu vláken metodou elektrického zvlákňovaní byla použita následující receptura: pro vyhotovení 50 g roztoků bylo použito 5 g PCL ( 80 000 g/mol), 36 g Chloroformu (Penta chemicals), 4,5 g Etanolu (Tereos TTD) a 4,5 g kyseliny octové. Roztok se míchal za pokojové teploty na 300 otáček za minutu.

#### **Polyvinylbutyral (PVB)**

Byl použity Polyvinylbutyral (PVB) Mowital® B 60 H, s průměrnou molekulovou hmotností 60 000 g/mol, od společnosti Kuraray America, Inc. 12% roztok PVB byl připraven v etanolu od Tereos TTD a n-propanolu od společnosti PENTA (Česká republika) (4: 1 v / v). Polymerní roztok byl míchán magnetickým míchadlem při 250 otáčkách za minutu a při teplotě místnosti cca. 24 ° C po dobu 20 hodin.

Strukturní vzorec PVB je zobrazen na obrázku 6.9. Roztok se používal pro výrobu vláken metodou elektrického zvlákňování.



Obrázek 6.9: Strukturní vzorec PVB [167]

#### Polyvinylalkohol (PVA)

Polyvinylalkohol je syntetický polymer rozpustný ve vodě. Je to elastický polymer, který je velice vhodným materiálem pro výrobu nanovlákenných vrstev s paralelní orientací vláken metodou elektrického zvlákňování za použití rotujícího kolektoru. Jeho strukturní vzorec je představen na obrázku 6.10.

Pro přípravu roztoku byla použita následující receptura: 10% PVA s průměrnou molekulovou hmotností 125000 g/mol a 98% hydrolýzou se rozpouštěl v destilované vodě (dH<sub>2</sub>0). Pro přípravu 100 ml roztoku byly použité 10 g PVA98 a 90 g dH<sub>2</sub>0. Míchání při 120 otáčkách za minutu při 90 ° C po dobu 24 hodin.



Obrázek 6.10: Strukturní vzorec PVA [168]

#### Polyvinilidenfluorid (PVDF) s přídavkem polyetylenoxidu (PEO)

Daná kombinace je elastická a vhodná pro výrobu paralelních nanovláken na rotujícím kolektoru. Materiál je netoxický, biokompatibilní a s nízkou fibrotizací. Strukturní vzorec obou materiálů je vidět na obrázku 6.11 a 6.12. Pro přípravu roztoku byla použita následující receptura: 0.325 g PEO od výrobce Sigma Aldrich s průměrnou molekulovou hmotností 900000 g/mol a 13 g PVDF od výrobce Sigma Aldrich s průměrnou molekulovou hmotností 180000 g/mol. Polymerní roztok byl míchán magnetickým míchadlem při 300 otáčkách za minutu a při teplotě 60°C po dobu 24 hodin v 37 g rozpouštědla DMAC (dimethylacetamid) od společnosti Penta Chemicals.



Obrázek 6.11: Strukturní vzorec PVDF [169]



Obrázek 6.12: Strukturní vzorec PEO[170]

## 6.3 Vyhotovení některých struktur

V této kapitole je představena experimentální část disertační práce, konkrétně vyhotovení mikro a nanovláken metodou tažení a elektrického zvlákňování. Postup vytvoření některých struktur zde popsaných je uveden v kapitole 5.1. Primárním cílem bylo ověření funkčnosti zařízení a poskytnutí základní fotodokumentace materiálů pro další výzkum.

Pro vyhotovení snímků pomocí elektronického mikroskopu byly vzorky nejdříve vložené do zlatičky Quorum Q50 ES, kde na ně byla nanesena vrstva zlata (o tloušť ce zhruba 7 nm). Následně byly vzorky vložené do mikroskopu Vega 3 SB – Easy Probe.

#### 6.3.1 Ověření základních technologií

Na začátku bylo provedeno ověření základních technologií, které zkonstruované zařízení používá. Nejdříve byla vyzkoušena metoda elektrického zvlákňování. Po nastavení potřebných parametrů na dotykovém displeji a na vestavěných zdrojích vysokého napětí byly vyhotovené nanovlákenné vrstvy, které byly zachycovány rotujícím kolektorem. Vyhotovená nanovlákenná vrstva byla následně sebraná manipulátorem. Proces sběru je vidět na obrázku 6.13. Nanovlákenná vrstva byla vyhotovena z roztoku PVA a je na obrázku podsvícená externím zdrojem světla pro zvýraznění paralelizace jejích vláken.



Obrázek 6.13: Proces sběru z rotujícího kolektoru nanovlákenné vrstvy pomocí manipulátoru

Po sběru vláken následuje jejich zákrut do příze. Proces zakrucovaní je vidět na obrázku 6.14.



Obrázek 6.14: Zákrut nanovlákenné vrstvy do příze

Další základní část a na ní probíhající technologie postaveného zařízení, kterou bylo potřeba ověřit, je metoda tažení. Pro vyhotovení vláken byl použit polymerní roztok PCL80 a PLCL. Výsledek je vidět na obrázku 6.15.



Obrázek 6.15: Vyhotovení vláken metodou tažení

Po úspěšném ověření základních technologií pokračovala experimentální část disertační práce vytvořením některých struktur popsaných v kapitole 5.1

## 6.3.2 Vyhotovení vzorku typu jádro - plášť

Základní postup výroby nanovlákenné struktury pomocí kombinace metody tažení pro vytvoření jádra a elektrického zvlákňování pro tvorbu pláště je znázorněn na obrázku 6.16. Metodou tažení mezi dvěma nepohyblivými částmi manipulátoru se nanášejí vlákna. Následně mohou, ale nemusí být lehce zakroucená, aby tvořila tubulární strukturu. Potom manipulátor sebere nanovlákennou vrstvu, vyhotovenou metodou tažení z rotujícího kolektoru karuselového typu. Posledním krokem je tvorba zákrutu nanovlákenné vrstvy.


Obrázek 6.16: Postup výroby nanovlákenné struktury s kombinací metody tažení pro vytvoření jádra a elektrického zvlákňování pro tvorbu pláště

Na obrázku 6.17 (a) je uveden snímek vyhotovený pomocí elektronického mikroskopu mnou připraveného vzorku, který byl lehce poškozený, aby bylo vidět jeho jádro. Pro porovnání je na obrázku 6.17 (b) uveden snímek míšní tkáně člověka [171].



Obrázek 6.17: a) Nanovlákenné struktury kombinující metodu tažení pro tvorbu jádra a elektrického zvlákňování pro vytvoření pláště; b) snímek míšní tkáně člověka [171]

Podobné struktury používá tým inženýrky Andrey Klápšťové na Technické univerzitě v Liberci pro experimentální výrobu drenážních implantátů pro léčbu zeleného zákalu nebo

pro výrobu sond na odběr vzorku tekutých chemických látek. Znázornění, jak funguje sonda, je vidět ze mnou provedeného experimentu na obrázku 6.18.



Obrázek 6.18: Experimentální sonda na odběr vzorku

Pro vyhotovení vzorku typu jádro - plášť není podmínkou používat technologii tažení pro vytvoření jádra. Pro jeho tvorbu může být také použita technologie elektrického zvlákňování. Na obrázku 6.19 je vidět příze, která byla laboratorně vyrobena postupným zakroucením dvou nanovlákenných vrstev. V tomto vzorku jádro tvoří příze z PVA a plášť je z polymeru PVB. Navíc, pro pořízení snímku byl vzorek prosáknutý kyanoakrylátem, který dodal plášti efekt průhlednosti. V důsledku toho lze na obrázku 6.19 jasně pozorovat jádro a plášť. Také je vidět, že struktura je homogenní a průměry příze utvářející jádro a plášť podél se nemění.



Obrázek 6.19: Nanovlákenný tubulární vzorek typu jádro – plášť

#### 6.3.3 Obklopení tubulárních objektů nanovlákennou vrstvou

Také, jak už bylo zmíněno v kapitole 6.1.2, do jádra může být vložen například kovový drátek, který následně bude obklopený nanovlákennou vrstvou. Jedná se o základní experiment po získání ohybných kondenzátorů. Po omotání kovového drátu o průměru 200 µm nanovlákennou vrstvou byla tato pokryta na svém povrchu (40mm) tenkou vrstvou zlata (viz obrázek 6.20). Po měření kapacity vyhotoveného prototypu kondenzátoru jsme dostali

hodnoty kolem 23.3 pF. Hodnota se měnila v závislosti na síle přitlačení kontaktních ploch nebo při jeho ohýbání v rozsahu cca od 16 do 24 pF.



Obrázek 6.20: Prvotní experiment po získání flexibilních kondenzátorů

#### 6.3.4 Nanovlákenná dutá trubicovitá struktura

Pokud místo jádra do nepohyblivých částí manipulátoru umístíme skleněnou trubičku omotanou nanovlákennou vrstvou a následně trubičku odstraníme, získáme nanovlákennou dutou trubičku, která může sloužit pro experimenty v oblasti náhrady cév. Snímek z optického mikroskopu je představen na obrázku 6.21.



Obrázek 6.21: Nanovlákenná dutá trubicovitá struktura o průměru zhruba 2mm

#### 6.3.5 Orientované struktury vyhotovené metodou tažení

Pomocí postaveného zařízení byly také provedeny experimenty laboratorní výroby 2D orientovaných struktur metodou tažení a také pokusy s jejich nanesením na podložku

vyrobenou metodou elektrického zvlákňování. Výsledky této laboratorní výroby jsou vidět na snímcích z SEM uvedených na obrázku 6.22.



Obrázek 6.22: 2D orientované struktury vyhotovené metodou tažení

### 6.3.6 Výroba vláken metodou STEP

Při pokračování provádění experimentů s používáním metody tažení byl také vyzkoušen modifikovaný rotující kolektor pro výrobu vláken metodou STEP. Výsledky těchto pokusů jsou ukázané na obrázku 6.23.



Obrázek 6.23: Rotující kolektor pro výrobu vláken metodou STEP

#### 6.4 Souhrn kapitoly

V této kapitole byly na začátku ukázány základní 3D modely struktur, které podle našich předpokladů umožňuje vyrobit zkonstruované a postavené zařízení. Následně proběhlo ověření, že vytvořený koncept experimentální laboratorní výrobní linky je funkční a výstupy jsou použitelné. Byly provedené experimenty vytvoření požadovaných mikrovlákenných a nanovlákenných struktur a poskytnuta základní fotodokumentace materiálů pomocí elektronového mikroskopu (SEM) a optického mikroskopu pro další výzkum.

Na základě předběžné morfologické analýzy lze konstatovat, že očekávané struktury byly zformovány podle všech požadavků a jsou připraveny k dalším experimentům.

Součástí kapitoly jsou i popsané použité materiály pro provedené experimenty a receptury připravených roztoků. Rozmanitost materiálů, které lze na tomto zařízení zpracovávat, je však mnohem větší.

## 7 Diskuze a plány

Stará moudrost praví, že "lepší" je nepřítelem "dobrého", jinými slovy zlepšovat se dá cokoliv do nekonečna. Proto během vypracování disertační práce byla nastavena určitá hranice realizace daného akademického projektu a optimalizace laboratorně vyráběných materiálů. Další vylepšení, nástřihy, nápady a dokonce i rozpracované aktualizace zařízení a experimenty jsou popsané v této kapitole. Také součástí kapitoly je popis odborných ohlasů na práci.

### 7.1 Zdokonalování zařízení

#### 7.1.1 Bezkontaktní zjištění přítomnosti a orientace vláken

Během řešení disertační práce v rámci projektu SGS 21070 "Vývoj zařízení pro výrobu nanovlákenných přízí a jejich optimalizace pro oftalmologické implantáty" byl proveden experiment bezkontaktního zjištění přítomnosti vláken na vyhotoveném rotujícím kolektoru a jejich analýza pomocí laseru. Laserovým paprskem byla prosvěcována nanovlákenná vrstva a bylo zkoumáno, jaký vliv má na laserovou stopu vrstva nanovlákna. Na obrázku 7.1 je vidět rozdíl mezi laserovou stopou (tj. rozptylem laserového paprsku) vrstvy tvořené paralelními nanovlákny a vrstvy s náhodně orientovanými nanovlákny. Důkladně byl tento experiment popsán v článku autora disertační práce [172].



Obrázek 7.1: a) neorientovaná nanovlákna; b) paralelně orientovaná nanovlákna

Pomocí této metody můžeme provést prvotní zjištění, zda vůbec vlákna na rotujícím kolektoru vznikají a jestli mají určitou míru paralelnosti. V odborné literatuře danou metodu používali Pokorný a Valebný v článku [173] a také Chvojka a Tunák z Technické univerzity v Liberci [174].

#### 7.1.2 Použití taveniny na drawing/STEP metodu

Po provedení řady experimentů s výrobou vláken z polymerní taveniny bylo zjištěno, že manipulace s vyrobenou konstrukcí (viz kapitola 4.5.2) je náročná, dávkování pipety je komplikované, je to časově náročný proces, zásobník na polymer je kriticky malý pro výrobu vzorku o větším množství vláken, a navíc opakovatelnost a homogenita vyhotovených vláken je na nízké úrovni.

Proto dalším nezbytným krokem bylo provedení určitých modifikací takového zařízení. Jedním z průlomových nápadů na cestě k vyřešení problematiky modifikace stroje pro výrobu vláken z polymerní taveniny byla náhrada dávkovací pipety za HotEnd E3D V6 (část extruderu z 3D tiskárny) (viz obrázek 7.2).



Obrázek 7.2: a) HotEnd E3D V6; b) konstrukce HotEndu E3D V6

Dávkování filamentu do extrudéru (HotEnd) je zajištěno krokovým motorem se speciálním dávkovacím ozubeným kolečkem (viz obrázku 7.3).



Obrázek 7.3 a) Krokový motor a nástavec s ozubenými kolečky pro dávkování filamentu; b) schématické znázornění dávkování filamentu a tvorby polymerní kapky z taveniny

Nevýhoda tohoto řešení však spočívá v tom, že materiál pro výrobu vláken musí být ve tvaru / formě tzv. filamentu (podobně jako materiál pro 3D tiskárny). Výsledkem

průzkumu trhu bylo nalezení jednoho typu filamentu, který splňuje veškeré požadavky pro plánované experimenty. Jedná se o jedinečný filament Facilan<sup>™</sup> PCL 100 od společnosti 3d4makers dostupný na evropském trhu. Vlastnosti filamentu odpovídají polymeru PCL 50000 g/mol. Použitelnost tohoto materiálu potvrzuje provedené laboratorní testování cytotoxicity dostupné v příloze G.

Tato modifikace efektoru robotického ramena byla časově náročná, protože byla změněna téměř celá konstrukce i princip dávkování. Navíc bylo potřeba úplně předělat elektrické zapojení a samozřejmě naprogramovat zcela od začátku firmware a software pro ovládání zařízení. Během navrhování stroje byl kladen důraz na to, aby nebylo zasahováno do samotné konstrukce robotického ramena, ale aby se prováděné změny týkaly pouze efektoru.

Jak je vidět na obrázku 7.2 (b) nový extruder obsahuje chladicí systém, který se skládá z ventilátoru a hliníkového radiátoru. Hned po prvních testech bylo pozorováno, že proud vzduchu vyvinutý radiátorem porušuje proces výroby vlákna. Proto byl navržen, vytištěn a sestaven speciální kryt, který odvádí proud vzduchu od povrchu, na kterém probíhá tvorba vlákna. Konstrukce a schematické znázornění odvodu vzduchu je vidět na Obrázek 7.4.



Obrázek 7.4: a) konstrukce pro odvod proudu vzduchu od vláken; b) schematické znázornění proudění vzduchu

Ověření technologie bylo provedeno na testovacím robotickém rameni, ale je připravené pro instalace a propojení s výrobní linkou navrženou v rámci disertační práce. Výsledky testování splnily veškeré moje očekávání. Na obrázku 7.5 jsou vidět přesně strukturovaná vlákna do mřížky z čistého PCL, tj. vlákna vzniklá bez přidávání rozpouštědel.



Obrázek 7.5: Mřížka vyhotovená z taveniny PCL

### 7.1.3 Další zdokonalování zařízení

- V průběhu etapy inicializace za účelem zjednodušení hledání domácích / inicializačních poloh u některých součástí stroje plánuji přidat polohovací sensor. Tento senzor umožní vrátit na pokyn mikrokontrolleru absolutní hodnotu odpovídající aktuální poloze určitých prvků. Například před inicializací hledání domácí / inicializační polohy manipulátoru, aby nedocházelo k přetočení konstrukce, by bylo výhodné vědět, v jaké poloze se nachází momentálně celá konstrukce. To se tyká jak rotačního pohybu, tak i lineárního pohybu pojezdu manipulátora.
- Pro navrhované řešení hledání absolutní polohy rotující části manipulátoru je použit magnetický enkodér. Na rotující část uvnitř konstrukce by byl namontovaný magnet, pod ním by byl umístěn snímač polohy (viz obrázek 7.6), například AS5134 od AustriaMicroSystems [175] nebo LIS3MDLTR od společnosti STMicroelectronics [176] Tyto snímače jsou dostatečně přesné pro polohování stroje a pro zapojení kontaktní skupiny vodičů koncových spínačů. Nebo lze k tomuto cíli použít potenciometr. V případě použití potenciometru je však potřeba zachovat optické koncové spínače pro přesné polohování.



Obrázek 7.6: Magnetický snímač polohy. Schematické znázornění

• Přidání pohonu pro roletu, která rozděluje pracovní stůl do dvou pracovních ploch. Tento krok byl technicky zajištěn již v etapě návrhu výrobní linky. Je pak několik možností pro

zapojení pohonu: pomocí H-můstku a konektoru v rozváděcí skříni, pomocí rozšiřovacího bloku nebo v případě použití krokového motoru zapojení do konektoru Ex.Motoru (tj. do dalšího motoru). Koncové spínače, které budou sloužit pro zjištění polohy rolety už jsou namontované.

- Pro uživatele se připravuje speciální help programový soubor typu \*.chm. Jedná se o uživatelskou příručku v elektronické podobě s rychlými odkazy, texty a obrázky. Help soubor bude sloužit pro lepší a rychlejší seznámení se zařízením a v případě poruchy pomůže uživateli diagnozovat a odhalit chybu samostatně.
- Jedním z dalších plánovaných kroků je náhrada statického stojanu se zvlákňovací jehlou za pohyblivý. Pohyb stojanu bude realizován ve svislé ose a bude se hýbat nahoru dolů v závislosti na výšce rotujícího kolektoru. Očekávaným výsledkem této modifikace bude stvoření rovnoměrnější nanovlákenné vrstvy na rotujícím kolektoru. Práce na realizaci této modifikace jsou již v realizační fázi. Lineární pohyb zajišťuje krokový motor NEMA17 HS4401 s řemenicí typu GT2. Motor bude napojený na výstup "Ex.Motor" rozvaděče a je řízený přímo z centrální řídicí jednotky.

## 7.2 Odborné ohlasy práce

Součásti výrobního zařízení byly prezentovány v roce 2017 na Veletrhu vědy v Praze a na Mezinárodním strojírenském veletrhu v Brně, na setkání akademické, výzkumné a průmyslové sféry regionu Oberlausitz "CroBoPlast 2017" [177], na konferenci ke 100 letům trvání ÚPV v Praze v roce 2019 a na workshopu Noci vědců (2019-2020), kde vždycky upoutaly velkou pozornost. Toto zařízení bylo také zmíněno v pořadu Hyde Park Civilizace na ČT24 s profesorem Jirsákem v roce 2017 [178]. Princip implementace součástí zařízení do oblasti medicíny byl publikovaný v roce 2019 v časopise Technický týdeník [179]. V dalším roce ve stejném časopise byly zase prezentované snímky součásti výrobního zařízení [180]. Při řešení úloh spojených s metodou tažení byla navázána spolupráce s Izraelskou laboratoří miLab, která je členem MIT Media Lab, cambridge, MA, US. Vybraná část disertační práce byla také prezentována formou účasti v soutěži SVOČ 2018. Práce byla ohodnocena 2. cenou.

Součásti zařízení bylo použito pro vypracování závěrečných prací:

- diplomová práce obhájena v roce 2018 (Anton Krotov),
- diplomová práce obhájena v roce 2017 (Klára Vršinská),

- bakalářská práce obhájena v roce 2017 (Radim Plucha),
- disertační práce inženýrky Andrey Klapšťové.

### 7.3 Souhrn kapitoly

Zařízení je plně funkční, avšak existuje ještě seznam plánovaných a rozpracovaných aktualizací, které budou aplikované. Poznámky v této kapitole by mohly sloužit pro pokračování v dalších experimentech a nových vědeckovýzkumných činnostech.

Součásti výrobního zařízení byly prezentovány na mezinárodních veletrzích, kde vždy upoutaly velkou pozornost. Také implementace zařízení bylo publikované v odborných periodikách.

### 8 Závěr

Výsledkem provedené rešerše existujících podobných zařízení a technologií bylo překvapivé zjištění, že počet výrobců zařízení pro výrobu nanovláken se na trhu neustále zvyšuje. To potvrzuje stále rostoucí zájem o tuto oblast vědy a výzkumu, avšak nabízená konstrukční řešení se mezi sebou liší jen nepatrně. Žádné komerčně dostupné zařízení nenabízí automatické, tj. bez přístupu obsluhy, následné formování nanovlákenné vrstvy do nadvlákenných útvarů, například přízí nebo multifilů. Také málokteré ze zkoumaných zařízení umožňuje kombinování několika metod výroby mikro a nanovláken do jedné struktury.

Pro realizaci automatického a technologicky komplexního experimentálního laboratorního zařízení byla použita agilní metodika řízení doktorského projektu. V souladu s touto metodikou byla celá práce strategicky rozdělena do několika fází, které řešily určitý vytčený cíl, jak je podrobněji uvedeno níže.

Hlavním výsledkem této disertační práce je multifunkční automatizovaná linka, která se skládá ze zařízení pro výrobu mikro a nanovláken pomocí technologie elektrického zvlákňování, zařízení pro výrobu mikro a nanovláken pomocí metody tažení a manipulátoru zajišťujícího sběr nanovláken z vedlejších strojů s jejich následným formováním do vícevrstvé příze s požadovanou strukturou, tj. především zákrutem.

Během výroby rotujícího kolektoru bylo podrobně zkoumáno rozložení intenzity elektrického pole na povrchu tyčí rotujícího kolektoru pro zvýšení efektivity záchytu a uspořádání nanovláken. Také byla provedena počítačová simulace vlivu různých tvarů kolektorových tyčí a úhlu jejich natáčení při procesu zvlákňování a dospěli jsme k závěru, že patrně největší vliv na velikost intenzity má poloměr zaoblení. Získané informace pomohly zvýšit účinnost výroby nanovláken.

Při použití kombinace polymeru PVDF+PEO s rozpouštědlem DMAC bylo nutné ohřívat polymerní roztok, proto byl navržen speciální systém ohřevu, který je efektivní, nenarušuje proces zvlákňování a v neposlední řadě je bezpečný.

Pro manipulaci s hustými polymerními roztoky, vhodnými pro výrobu vláken metodou tažení, byl navržen speciální efektor, který navíc umožňuje výrobu vláken metodou tažení z polymeru, která potřebuje udržování vlastní vysoké teploty, nebo pro výrobu vláken z taveniny.

Dalším technologickým výsledkem je zařízení pojmenované manipulátor, které slouží pro sběr nanovláken z rotujícího kolektoru a jejich následné formování v jedno nebo

vícevrstvou přízi s požadovanou strukturou. Daný mechanismus úplně automaticky dokáže interagovat nejenom s rotujícím kolektorem, ale i s obsluhou stroje a se zařízením pro výrobu vláken metodou tažení. Díky této interakci má postavené zařízení jedinečnou výhodu v možnosti kombinace dvou metod výroby nano a mikrovláken a jejich následné zpracování do jedné tubulární struktury bez zásahu obsluhy.

Postavený stroj je řízen pomocí vestavěného ovládacího modulu s uživatelsky orientovaným grafickým rozhraním. Pro zajištění komunikací mezi vestavěným ovládacím modulem a mikrokontrollerem, který má na starosti hardwarovou část stroje, byl navržen vlastní komunikační protokol.

Veškerý firmware, software pro hardware i pro uživatelské rozhraní je vlastní výroby.

Automatizované laboratorní zařízení je umístěné v zakrytovaném prostoru a je napojené na ventilaci pro odsávaní škodlivých látek, které se mohou uvolnit z rozpouštědel a materiálů použitých během experimentů.

Vedlejším výsledkem této disertační práce je technická dokumentace, která má spolu s textem práce sloužit jako podklad pro zaškolení provozovatele zařízení, případně pro opravy či modernizaci. Součásti zařízení byly na TUL zaregistrované jako funkční vzorky:

- Rotující kolektor pro elektrické zvlákňování (RIV 2016).
- Device for the collection and twisting fibers

(excelentní výsledek z RIV17. V roce 2017 nejlepší výsledek za FS TUL).

- Dávkovací zařízení polymerů pro výrobní systém nanovlákenných přízí (RIV 2018).
- Manipulator for the mechanical drawing of fibers and precise dosing of liquids (RIV 2020).

Tvorbu vláken neprovádí postavený stroj, ale nestabilita fyzikálních a hydrodynamických jevů, kterou musíme plně kontrolovat a jí asistovat. Pro návrháře zařízení byla daná úloha velkou mírou mezioborovou a nutila autora často převlíkat kabát konstruktéra za kabát technologa nebo programátora.

Finanční prostředky na realizaci tak rozsáhlého zařízení byly ve velké míře vysoutěžené autorem této disertační práce v rámci studentských grantových soutěží na TUL.

#### 8.1 Zhodnocení výsledků pro vědní obor a pro praxi

Hlavními předpokládanými i existujícími uživateli daného laboratorního zařízení jsou především vědecko-výzkumné organizace a univerzitní laboratoře.

Postaveným strojem lze vyprodukovat velké množství vzorků pro testování transportu kapalin v lineárních nanovlákenných strukturách, což povede například k pokroku ve vývoji drenážního implantátu pro léčbu onemocnění glaukomem. Využití stroje je možné nejenom v medicíně, ale i v elektrotechnice, kde může sloužit pro vývoj flexibilních kondenzátorů, v nano-elektronice či pro výrobu optických senzorů.

Zařízení se současně používá pro výrobu specifických nanovlákenných přízí, které jsou díky této technologii jedinečné. Spojením dvou technologií tvorby nanovláken s unikátní konstrukcí efektoru pro sběr a zákrut nanovláken stroj otevírá nové možnosti pro tvorbu a testování nových lineárních nanovlákenných vícevrstvých struktur.

Unikátní experimentální zařízení postavené v rámci disertační práce by mělo sloužit jako nástroj pro další studium tvorby mikro- a nanovláken a pro rozšíření oblastí využití struktur vyhotovených pomocí tohoto stroje, přičemž velký důraz je kladen na paralelní orientaci vláken ve vytvořených strukturách.

#### 8.2 Doporučení na pokračování práce

V momentě odevzdání práce je zařízení plně funkční a splňuje požadavky uvedené v cílech. Existuje však ještě seznam plánovaných a rozpracovaných aktualizací, které budou proveditelné.

Mezi konstrukční modernizaci patří aktualizace extruderu pro výrobu vláken z taveniny, přidání magnetických snímačů polohy pro urychlení průběhu etapy inicializace, umožnění pohybu zvlákňovacích jehel podél kolektoru a další, viz kapitola 7.3.

Doporučení na pokračování v experimentální části je hlavně v oblasti provedení experimentů po získání flexibilních kondenzátorů a výrobě vzorků pro testování transportu kapalin.

## Seznam použité literatury

- [1] Commission Recommendation of 18 October 2011 on the definition of nanomaterialText with EEA relevance. nedatováno, 3. Dostupné z: https://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2011:275:0038:0040:en:PDF.
- [2] MITCHELL, Geoffrey, ed. *Electrospinning: principles, practice and possibilities*. Cambridge, UK: Royal Society of Chemistry, 2015. RSC polymer chemistry series, 14. ISBN 978-1-84973-556-8.
- [3] RAMAKRISHNA, Seeram, ed. *An introduction to electrospinning and nanofibers*. Hackensack, NJ: World Scientific, 2005. ISBN 978-981-256-415-3.
- [4] STANGER, Jon, Nick TUCKER a Mark STAIGER. *Electrospinning*. Shrewsbury: Rapra Technology, 2006. Rapra review reports, 16.2005,10.
   ISBN 978-1-84735-091-6.
- [5] WENDORFF, Joachim H., Seema AGARWAL a Andreas GREINER. *Electrospinning: materials, processing, and applications.* Weinheim, Germany: Wiley-VCH, 2012. ISBN 978-3-527-32080-6.
- [6] BHUSHAN, Bharat, ed. *Springer handbook of nanotechnology*. Berlin ; New York: Springer, 2004. ISBN 978-3-540-01218-4.
- [7] ONDARÇUHU, T. a C. JOACHIM. Drawing a single nanofibre over hundreds of microns. *EPL (Europhysics Letters)* [online]. 1998, 42(2), 215. ISSN 0295-5075. Dostupné z: doi:10.1209/epl/i1998-00233-9.
- [8] SARKAR, Kamal, Carlos GOMEZ, Steve ZAMBRANO, Michael RAMIREZ, Eugenio DE HOYOS, Horacio VASQUEZ a Karen LOZANO. Electrospinning to Forcespinning<sup>TM</sup>. *Materials Today* [online]. 2010, **13**(11), 12–14. ISSN 1369-7021. Dostupné z: doi:10.1016/S1369-7021(10)70199-1.
- [9] FENG, Lin, Shuhong LI, Huanjun LI, Jin ZHAI, Yanlin SONG, Lei JIANG a Daoben ZHU. Super-Hydrophobic Surface of Aligned Polyacrylonitrile Nanofibers. *Angewandte Chemie International Edition* [online]. 2002, 41(7), 1221–1223. ISSN 1521-3773. Dostupné z: doi:10.1002/1521-3773(20020402)41:7<1221::AID-ANIE1221>3.0.CO;2-G.
- [10] Membrane-Based Synthesis of Nanomaterials / Chemistry of Materials [online].
  [vid. 2021-06-09]. Dostupné z: https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/cm960166s.
- [11] MA, P. X. a R. ZHANG. Synthetic nano-scale fibrous extracellular matrix. *Journal of Biomedical Materials Research* [online]. 1999, 46(1), 60–72. ISSN 0021-9304. Dostupné z: doi:10.1002/(sici)1097-4636(199907)46:1<60::aid-jbm7>3.0.co;2-h.
- [12] LUKÁŠ, David, Věra JENČOVÁ, Eva KUŽELOVÁ KOŠŤÁKOVÁ, Petr MIKEŠ a Věra HEDVIČÁKOVÁ. *Nanovlákna. Teorie, technologie a použití.* 1. Liberec: Technická univerzita v Liberci, nedatováno. ISBN 978-80-7494-539-7.
- [13] GILBERT, William. De magnete, magneticisque corporibus, et de magno magnete tellure: physiologia noua, plurimis & argumentis, & experimentis demonstrata. B.m.: Excudebat Short, 1600.
- [14] COOLEY, John F. Apparatus for electrically dispersing fluids [online]. US692631A.4. únor 1902. [vid. 2021-03-04].

Dostupné z: https://patents.google.com/patent/US692631A/en.

- [15] COOLEY, John F. Electrical method of dispersing fluids [online]. US745276A.
  24. listopad 1903. [vid. 2021-03-04]. Dostupné z: https://patents.google.com/patent/US745276A/en?oq=Cooley%2c+J.F.%2c+Electric al+method+of+dispersing+fluids.+1903:+US+745276.+.
- [16] MORTON, William James. Method of dispersing fluids [online]. US705691A.
  29. červenec 1902. [vid. 2021-04-01]. Dostupné z: https://patents.google.com/patent/US705691A/en.
- [17] 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.
- [18] ANDRADY, A. L. Science and technology of polymer nanofibers /. B.m.: Wiley, 2008. ISBN 978-0-471-79059-4.
- [19] SIMM, Walter, Claus GOSLING, Richard BONART a Bela VON FALKAI. Fibre fleece of electrostatically spun fibres and methods of making same [online]. US4143196A. 6. březen 1979. [vid. 2021-06-18]. Dostupné z: https://patents.google.com/patent/US4143196A/en.
- [20] GRONHOLZ, Donald D. Fluid cleaner [online]. US3584439A. 15. červen 1971. [vid. 2021-06-18]. Dostupné z: https://patents.google.com/patent/US3584439A/en.
- [21] DOSHI, Jayesh a Darrell H. RENEKER. Electrospinning process and applications of electrospun fibers. *Journal of Electrostatics* [online]. 1995, **35**(2), Selected papers from the special technical session ,,Electrostatics in Polymer Processing and Charge Monitoring", 1993 IEEE Industry Applications Society Meeting, 151–160. ISSN 0304-3886. Dostupné z: doi:10.1016/0304-3886(95)00041-8.
- [22] RENEKER, Darrell H. a Iksoo CHUN. Nanometre diameter fibres of polymer, produced by electrospinning. *Nanotechnology* [online]. 1996, 7(3), 216–223. ISSN 0957-4484. Dostupné z: doi:10.1088/0957-4484/7/3/009.
- [23] SHIN, Y. M., M. M. HOHMAN, M. P. BRENNER a G. C. RUTLEDGE. Experimental characterization of electrospinning: the electrically forced jet and instabilities. *Polymer* [online]. 2001, **42**(25), 09955–09967. ISSN 0032-3861. Dostupné z: doi:10.1016/S0032-3861(01)00540-7.
- [24] SHIN, Y. M., M. M. HOHMAN, M. P. BRENNER a G. C. RUTLEDGE. Electrospinning: A whipping fluid jet generates submicron polymer fibers. *Applied Physics Letters* [online]. 2001, 78(8), 1149–1151. ISSN 0003-6951. Dostupné z: doi:10.1063/1.1345798.
- [25] HOHMAN, Moses M., Michael SHIN, Gregory RUTLEDGE a Michael P. BRENNER. Electrospinning and electrically forced jets. I. Stability theory. *Physics of Fluids* [online]. 2001, **13**(8), 2201–2220. ISSN 1070-6631. Dostupné z: doi:10.1063/1.1383791.
- [26] HOHMAN, Moses M., Michael SHIN, Gregory RUTLEDGE a Michael P. BRENNER. Electrospinning and electrically forced jets. II. Applications. *Physics of Fluids* [online]. 2001, **13**(8), 2221–2236. ISSN 1070-6631. Dostupné z: doi:10.1063/1.1384013.
- [27] Web of Science [v.5.34] Web of Science Core Collection Result Analysis [online].

[vid. 2021-03-05]. Dostupné z:

https://wcs.webofknowledge.com/RA/analyze.do?product=WOS&SID=E4b2fxNVY aJNG4t1H86&field=PY\_PublicationYear\_PublicationYear\_en&yearSort=true.

- [28] XUE, Jiajia, Jingwei XIE, Wenying LIU a Younan XIA. Electrospun Nanofibers: New Concepts, Materials, and Applications. *Accounts of Chemical Research* [online]. 2017, 50(8), 1976–1987. ISSN 0001-4842. Dostupné z: doi:10.1021/acs.accounts.7b00218.
- [29] LI, D. a Y. XIA. Electrospinning of Nanofibers: Reinventing the Wheel? Advanced Materials [online]. 2004, 16(14), 1151–1170. ISSN 0935-9648, 1521-4095. Dostupné z: doi:10.1002/adma.200400719.
- [30] YANG, Cuiru, Zhidong JIA, Zhihai XU, Ke WANG, Zhicheng GUAN a Liming WANG. Comparisons of fibers properties between vertical and horizontal type electrospinning systems. In: 2009 IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena: 2009 IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena [online]. 2009, s. 204–207. ISSN 0084-9162. Dostupné z: doi:10.1109/CEIDP.2009.5377758.
- [31] SURESH, Sinduja. Improving cell infiltration in electrospun scaffolds for soft tissue engineering [online]. 2020 [vid. 2021-06-20]. Dostupné z: doi:10.26068/mhhrpm/20200623-000.
- [32] NAGAM HANUMANTHARAO, Samerender a Smitha RAO. Multi-Functional Electrospun Nanofibers from Polymer Blends for Scaffold Tissue Engineering. *Fibers* [online]. 2019, 7(7), 66. Dostupné z: doi:10.3390/fib7070066.
- [33] SURESH, Sinduja, Alexander BECKER a Birgit GLASMACHER. Impact of Apparatus Orientation and Gravity in Electrospinning—A Review of Empirical Evidence. *Polymers* [online]. 2020, 12(11), 2448. Dostupné z: doi:10.3390/polym12112448.
- [34] QIN, X. 3 Coaxial electrospinning of nanofibers. In: Mehdi AFSHARI, ed. *Electrospun Nanofibers* [online]. B.m.: Woodhead Publishing, 2017 [vid. 2021-06-20], Woodhead Publishing Series in Textiles, s. 41–71. ISBN 978-0-08-100907-9. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-08-100907-9.00003-9.
- [35] M, Subrahmanya T., Ahmad Bin ARSHAD, Po Ting LIN, Januar WIDAKDO, Makari H. K, Hannah Faye M. AUSTRIA, Chien-Chieh HU, Juin-Yih LAI a Wei-Song HUNG. A review of recent progress in polymeric electrospun nanofiber membranes in addressing safe water global issues. *RSC Advances* [online]. 2021, **11**(16), 9638– 9663. ISSN 2046-2069. Dostupné z: doi:10.1039/D1RA00060H.
- [36] KEZBAN, Ulubayram, Calamak SEMIH, Shahbazi REZA a Eroglu IPEK. Nanofibers Based Antibacterial Drug Design, Delivery and Applications. *Current Pharmaceutical Design.* 2015, 21(15), 1930–1943.
- [37] MATTHEWS, Jamil A., Gary E. WNEK, David G. SIMPSON a Gary L. BOWLIN. Electrospinning of collagen nanofibers. *Biomacromolecules* [online]. 2002, 3(2), 232–238. ISSN 1525-7797. Dostupné z: doi:10.1021/bm015533u.
- [38] TSAI, Chen-Chih. Electrospun Nanofiber Yarns for Nanofluidic Applications. All Dissertations [online]. 2013. Dostupné z: https://tigerprints.clemson.edu/all\_dissertations/1609.
- [39] KATTA, P., M. ALESSANDRO, R. D. RAMSIER a G. G. CHASE. Continuous

Electrospinning of Aligned Polymer Nanofibers onto a Wire Drum Collector. *Nano Letters* [online]. 2004, **4**(11), 2215–2218. ISSN 1530-6984. Dostupné z: doi:10.1021/nl0486158.

- [40] XU, C. Y., R. INAI, M. KOTAKI a S. RAMAKRISHNA. Aligned biodegradable nanofibrous structure: a potential scaffold for blood vessel engineering. *Biomaterials* [online]. 2004, 25(5), 877–886. ISSN 0142-9612. Dostupné z: doi:10.1016/s0142-9612(03)00593-3.
- [41] WANG, Xianyan, Christopher DREW, Soo-Hyoung LEE, Kris J. SENECAL, Jayant KUMAR a Lynne A. SAMUELSON. Electrospun Nanofibrous Membranes for Highly Sensitive Optical Sensors. *Nano Letters* [online]. 2002, 2(11), 1273–1275. ISSN 1530-6984. Dostupné z: doi:10.1021/nl020216u.
- [42] WU, Jinglei a Yi HONG. Enhancing cell infiltration of electrospun fibrous scaffolds in tissue regeneration. *Bioactive Materials* [online]. 2016, 1(1), 56–64. ISSN 2452-199X. Dostupné z: doi:10.1016/j.bioactmat.2016.07.001.
- [43] HAN, Tao, Darrell H. RENEKER a Alexander L. YARIN. Buckling of jets in electrospinning. *Polymer* [online]. 2007, 48(20), 6064–6076. ISSN 0032-3861. Dostupné z: doi:10.1016/j.polymer.2007.08.002.
- [44] YARIN, A. L., S. KOOMBHONGSE a D. H. RENEKER. Bending instability in electrospinning of nanofibers. *Journal of Applied Physics* [online]. 2001, 89(5), 3018– 3026. ISSN 0021-8979. Dostupné z: doi:10.1063/1.1333035.
- [45] TAYLOR, Geoffrey Ingram a M. D. VAN DYKE. Electrically driven jets. Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences [online]. 1969, 313(1515), 453–475. Dostupné z: doi:10.1098/rspa.1969.0205
- [46] *Taylor cone* [online]. 2021 [vid. 2021-06-20]. Dostupné z: https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Taylor\_cone&oldid=1019528973.
- [47] INOVENSO LTD. ELECTROSPINNING COMPANY. Single nozzle electrospinning process nanofiber formation video [online]. [vid. 2021-07-02]. Dostupné z: https://www.youtube.com/watch?v=Dn6r1Ag1npE&ab\_channel=InovensoLtd.Ele ctrospinningCompany.
- [48] TEO, W. E. a S. RAMAKRISHNA. A review on electrospinning design and nanofibre assemblies. *Nanotechnology* [online]. 2006, **17**(14), R89–R106. ISSN 0957-4484. Dostupné z: doi:10.1088/0957-4484/17/14/R01.
- [49] POKORNY, Marek, Jiri REBICEK a Vladimír VELEBNÝ. Optimized Processes for Production of Ordered Structures of Nanofibrous Materials Fabricated by Electrospinning. In: . 2012.
- [50] LI, Dan, Yuliang WANG a Younan XIA. Electrospinning of Polymeric and Ceramic Nanofibers as Uniaxially Aligned Arrays. *Nano Letters* [online]. 2003, 3(8), 1167– 1171. ISSN 1530-6984. Dostupné z: doi:10.1021/nl0344256.
- [51] BHARDWAJ, Nandana a Subhas C. KUNDU. Electrospinning: a fascinating fiber fabrication technique. *Biotechnology Advances* [online]. 2010, 28(3), 325–347. ISSN 1873-1899. Dostupné z: doi:10.1016/j.biotechadv.2010.01.004.
- [52] CHRONAKIS, Ioannis S. Micro- and Nano-fibers by Electrospinning Technology: Processing, Properties, and Applications. *Micromanufacturing Engineering and Technology* [online]. 2015 [vid. 2021-06-23]. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-323-

31149-6.00022-0.

- [53] HAIDER, Adnan, Sajjad HAIDER a Inn-Kyu KANG. A comprehensive review summarizing the effect of electrospinning parameters and potential applications of nanofibers in biomedical and biotechnology. *Arabian Journal of Chemistry* [online]. 2018, **11**(8), 1165–1188. ISSN 1878-5352. Dostupné z: doi:10.1016/j.arabjc.2015.11.015.
- [54] DEMIR, M. M, I YILGOR, E YILGOR a B ERMAN. Electrospinning of polyurethane fibers. *Polymer* [online]. 2002, 43(11), 3303–3309. ISSN 0032-3861. Dostupné z: doi:10.1016/S0032-3861(02)00136-2.
- [55] SILL, Travis J. a Horst A. VON RECUM. Electrospinning: Applications in drug delivery and tissue engineering. *Biomaterials* [online]. 2008, 29(13), 1989–2006. ISSN 0142-9612. Dostupné z: doi:10.1016/j.biomaterials.2008.01.011.
- [56] KI, Chang Seok, Doo Hyun BAEK, Kyung Don GANG, Ki Hoon LEE, In Chul UM a Young Hwan PARK. Characterization of gelatin nanofiber prepared from gelatin– formic acid solution. *Polymer* [online]. 2005, 46(14), 5094–5102. ISSN 0032-3861. Dostupné z: doi:10.1016/j.polymer.2005.04.040.
- [57] FONG, H, I CHUN a D. H RENEKER. Beaded nanofibers formed during electrospinning. *Polymer* [online]. 1999, 40(16), 4585–4592. ISSN 0032-3861. Dostupné z: doi:10.1016/S0032-3861(99)00068-3.
- [58] KOSKI, A., K. YIM a S. SHIVKUMAR. Effect of molecular weight on fibrous PVA produced by electrospinning. *Materials Letters* [online]. 2004, 58(3), 493–497. ISSN 0167-577X. Dostupné z: doi:10.1016/S0167-577X(03)00532-9.
- [59] JIANG, Hongliang, Dufei FANG, Benjamin S. HSIAO, Benjamin CHU a Weiliam CHEN. Optimization and Characterization of Dextran Membranes Prepared by Electrospinning. *Biomacromolecules* [online]. 2004, 5(2), 326–333. ISSN 1525-7797. Dostupné z: doi:10.1021/bm034345w.
- [60] ZHENG, Jian-Yi, Ming-Feng ZHUANG, Zhao-Jie YU, Gao-Feng ZHENG, Yang ZHAO, Han WANG a Dao-Heng SUN. The Effect of Surfactants on the Diameter and Morphology of Electrospun Ultrafine Nanofiber. *Journal of Nanomaterials* [online]. 2014, 2014, e689298. ISSN 1687-4110. Dostupné z: doi:10.1155/2014/689298.
- [61] ABUTALEB, Ahmed, Dinesh LOLLA, Abdulwahab ALJUHANI, Hyeon U. SHIN, Jonathan W. RAJALA a George G. CHASE. Effects of Surfactants on the Morphology and Properties of Electrospun Polyetherimide Fibers. *Fibers* [online]. 2017, 5(3), 33. Dostupné z: doi:10.3390/fib5030033.
- [62] DE VRIEZE, S., T. VAN CAMP, A. NELVIG, B. HAGSTRÖM, P. WESTBROEK a K. DE CLERCK. The effect of temperature and humidity on electrospinning. *Journal* of Materials Science [online]. 2009, 44(5), 1357–1362. ISSN 1573-4803. Dostupné z: doi:10.1007/s10853-008-3010-6.
- [63] PELIPENKO, Jan, Julijana KRISTL, Biljana JANKOVIĆ, Saša BAUMGARTNER a Petra KOCBEK. The impact of relative humidity during electrospinning on the morphology and mechanical properties of nanofibers. *International Journal of Pharmaceutics* [online]. 2013, **456**(1), 125–134. ISSN 0378-5173. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijpharm.2013.07.078.
- [64] PARK, Ju-Young a In-Hwa LEE. Relative Humidity Effect on the Preparation of

Porous Electrospun Polystyrene Fibers. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* [online]. 2010, **10**(5), 3473–3477. Dostupné z: doi:10.1166/jnn.2010.2349.

- [65] BAE, Hyun-Su, Adnan HAIDER, K. M. Kamruzzaman SELIM, Dong-Yoon KANG, Eun-Jin KIM a Inn-Kyu KANG. Fabrication of highly porous PMMA electrospun fibers and their application in the removal of phenol and iodine. *Journal of Polymer Research* [online]. 2013, 20(7), 158. ISSN 1572-8935. Dostupné z: doi:10.1007/s10965-013-0158-9.
- [66] MALEKI, H., A. A. GHAREHAGHAJI, L. MORONI a P. J. DIJKSTRA. Influence of the solvent type on the morphology and mechanical properties of electrospun PLLA yarns. *Biofabrication* [online]. 2013, 5(3), 035014. ISSN 1758-5090. Dostupné z: doi:10.1088/1758-5082/5/3/035014.
- [67] GADKARI, Siddharth. Influence of Polymer Relaxation Time on the Electrospinning Process: Numerical Investigation. *Polymers* [online]. 2017, 9(10), 501. Dostupné z: doi:10.3390/polym9100501.
- [68] FRICKE, Dierk, Alexander BECKER, Annice HERATIZADEH, Sara KNIGGE, Lennart JÜTTE, Merve WOLLWEBER, Thomas WERFEL, Bernhard Wilhelm ROTH a Birgit GLASMACHER. Mueller Matrix Analysis of Collagen and Gelatin Containing Samples Towards More Objective Skin Tissue Diagnostics. *Polymers* [online]. 2020, **12**(6), 1400. Dostupné z: doi:10.3390/polym12061400.
- [69] FRICKE, Dierk, Alexander BECKER, Lennart JÜTTE, Michael BODE, Dominik DE CASSAN, Merve WOLLWEBER, Birgit GLASMACHER a Bernhard ROTH. Mueller Matrix Measurement of Electrospun Fiber Scaffolds for Tissue Engineering. *Polymers* [online]. 2019, **11**(12), 2062. Dostupné z: doi:10.3390/polym11122062.
- [70] BOYS, C. V. On the Production, Properties, and some suggested Uses of the Finest Threads. *Proceedings of the Physical Society of London* [online]. 1887, 9(1), 8–19. ISSN 1478-7814. Dostupné z: doi:10.1088/1478-7814/9/1/303.
- [71] XING, Xiaobo, Yuqing WANG a Baojun LI. Nanofiber drawing and nanodevice assembly in poly(trimethylene terephthalate). *Optics Express* [online]. 2008, 16(14), 10815–10822. ISSN 1094-4087. Dostupné z: doi:10.1364/OE.16.010815.
- [72] BAJÁKOVÁ, Jana, Jiří CHALOUPEK, David LUKÁŠ a Maxime LACARIN. "DRAWING"- THE PRODUCTION OF INDIVIDUAL NANOFIBERS BY EXPERIMENTAL METHOD. 2011, 5.
- [73] MCALPINE, Michael C., Robin S. FRIEDMAN, Song JIN, Keng-hui LIN, Wayne U.
  WANG a Charles M. LIEBER. High-Performance Nanowire Electronics and Photonics on Glass and Plastic Substrates. *Nano Letters* [online]. 2003, 3(11), 1531– 1535. ISSN 1530-6984, 1530-6992. Dostupné z: doi:10.1021/nl0346427.
- [74] NAIN, Amrinder S., Joanna C. WONG, Cristina AMON a Metin SITTI. Drawing suspended polymer micro-/nanofibers using glass micropipettes. *Applied Physics Letters* [online]. 2006, **89**(18), 183105. ISSN 0003-6951. Dostupné z: doi:10.1063/1.2372694.
- [75] NAIN, Amrinder S., Metin SITTI, Annette JACOBSON, Tomasz KOWALEWSKI a Cristina AMON. Dry Spinning Based Spinneret Based Tunable Engineered Parameters (STEP) Technique for Controlled and Aligned Deposition of Polymeric Nanofibers. *Macromolecular Rapid Communications* [online]. 2009, **30**(16), 1406–

1412. ISSN 1521-3927. Dostupné z: doi:https://doi.org/10.1002/marc.200900204.

- [76] NAIN, Amrinder S. a Ji WANG. Polymeric nanofibers: isodiametric design space and methodology for depositing aligned nanofiber arrays in single and multiple layers. *Polymer Journal* [online]. 2013, 45(7), 695–700. ISSN 1349-0540. Dostupné z: doi:10.1038/pj.2013.1.
- [77] TONG, Limin a Eric MAZUR. Glass nanofibers for micro- and nano-scale photonic devices. *Journal of Non-Crystalline Solids* [online]. 2008, **354**(12), Proceedings of the 2005 International Conference on Glass, 1240–1244. ISSN 0022-3093. Dostupné z: doi:10.1016/j.jnoncrysol.2006.10.090.
- [78] STRNADOVÁ, Kateřina, Lukáš STANISLAV, Ilona KRABICOVÁ, Filip SABOL, Jan LUKÁŠEK, Michal ŘEZANKA, David LUKÁŠ a Věra JENČOVÁ. Drawn aligned polymer microfibres for tissue engineering. *Journal of Industrial Textiles* [online]. 2019, 1528083718825318. ISSN 1528-0837. Dostupné z: doi:10.1177/1528083718825318.
- [79] STRNADOVÁ, K., J. LUKÁŠEK, C. DUMONT, D. SMITH, T. ŠVARCOVÁ, I. KRABICOVÁ, M. REZANKA, D. LUKÁŠ, L. SHEA a V. JENCOVÁ. Aligned drawn fibers improve the axon infiltration into spinal cord bridges. In: Fiber Society 2017 Fall Meeting and Technical Conference and International Symposium on Materials from Renewables, ISMR 2017: Advanced, Smart, and Sustainable Polymers, Fibers, and Textiles. 2017.
- [80] ANNA, Shelley L. a Gareth H. MCKINLEY. Elasto-capillary thinning and breakup of model elastic liquids. *Journal of Rheology* [online]. 2001, 45(1), 115–138. ISSN 0148-6055. Dostupné z: doi:10.1122/1.1332389.
- [81] ALGHORAIBI, Ibrahim. Different methods for nanofibers design and fabrication.
  In: [online]. 2018. ISBN 978-3-319-42789-8. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-319-42789-8\_11-2.
- [82] DANIELS, C. A. *Polymers--structure and properties*. Lancaster, Pa., U.S.A: Technomic Pub. Co, 1989. ISBN 978-0-87762-552-0.
- [83] STANISLAV, Lukáš. *PRODUKCE NANOVLÁKEN METODOU TAŽENÍ*. Liberec, 2015. Disertační práce. Technická Univerzita v Liberci.
- [84] ZIABICKI, Andrzej. Fundamentals of fibre formation: the science of fibre spinning and drawing. London; New York: Wiley, 1976. ISBN 978-0-471-98220-3.
- [85] GOTOH, R., H. AIDA, S. HAYASHI a N. HIRAI. Brittle fracture and spinnability of viscous materials. *Rheologica Acta* [online]. 1961, 1(4), 652–652. ISSN 1435-1528. Dostupné z: doi:10.1007/BF01989155.
- [86] Colloid and Polymer Science. *Springer* [online]. [vid. 2021-07-01]. Dostupné z: https://www.springer.com/journal/396.
- [87] PLATEAU, Joseph Antoine Ferdinand. Experimental and Theoretical Statics of Liquids Subject to Molecular Forces Only. 2005, 427.
- [88] RAYLEIGH, Lord. On The Instability Of Jets. Proceedings of the London Mathematical Society [online]. 1878, s1-10(1), 4–13. ISSN 1460-244X. Dostupné z: doi:10.1112/plms/s1-10.1.4.
- [89] YOSHIMOTO, H., Y. M. SHIN, H. TERAI a J. P. VACANTI. A biodegradable nanofiber scaffold by electrospinning and its potential for bone tissue engineering.

*Biomaterials* [online]. 2003, **24**(12), 2077–2082. ISSN 0142-9612. Dostupné z: doi:10.1016/s0142-9612(02)00635-x.

- [90] YANG, F., R. MURUGAN, S. WANG a S. RAMAKRISHNA. Electrospinning of nano/micro scale poly(l-lactic acid) aligned fibers and their potential in neural tissue engineering. *Biomaterials* [online]. 2005, 26(15), 2603–2610. ISSN 01429612. Dostupné z: doi:10.1016/j.biomaterials.2004.06.051.
- [91] LUCAS, Richard. Ueber das Zeitgesetz des kapillaren Aufstiegs von Flüssigkeiten [online]. 1918 [vid. 2021-06-27]. Dostupné z: doi:10.1007/bf01461107.
- [92] WASHBURN, Edward W. The Dynamics of Capillary Flow. *Physical Review* [online]. 1921, **17**(3), 273–283. Dostupné z: doi:10.1103/PhysRev.17.273.
- [93] KOŠŤÁKOVÁ, Eva. *Kurz: TEORIE NETKANÝCH TEXTILIÍ* [online]. [vid. 2021-06-27]. Dostupné z: https://elearning.tul.cz/course/view.php?id=4934.
- [94] GU, Fuxing, Lei ZHANG, Xuefeng YIN a Limin TONG. Polymer Single-Nanowire Optical Sensors. *Nano Letters* [online]. 2008, 8(9), 2757–2761. ISSN 1530-6984. Dostupné z: doi:10.1021/nl8012314.
- [95] YANG, Qing, Xiaoshun JIANG, Fuxing GU, Zhe MA, Jiangyang ZHANG a Limin TONG. Polymer micro or nanofibers for optical device applications. *Journal of Applied Polymer Science* [online]. 2008, **110**(2), 1080–1084. ISSN 00218995, 10974628. Dostupné z: doi:10.1002/app.28716.
- [96] Nanospider<sup>TM</sup> needle-free electrospinning lab tools. *Elmarco* [online]. [vid. 2021-05-27]. Dostupné z: https://www.elmarco.com//laboratory-equipment.
- [97] Yflow® Electrospinning Machine. *Yflow S.D.* [online]. [vid. 2021-05-28]. Dostupné z: http://www.yflow.com/electrospinning-machine/.
- [98] NANOLAB INSTRUMENTS. Aligned Fiber Production by Electrospinning using Wire Rotary Collector [online]. [vid. 2021-07-02]. Dostupné z: https://www.youtube.com/watch?v=zS7vM9xm8m8&ab\_channel=NanolabInstrume nts.
- [99] Electrospinning equipments / Nanofiber Machines / Inovenso [online]. [vid. 2021-05-28]. Dostupné z: https://www.inovenso.com.
- [100] HOLMARC. Nano Fiber Double Spinning & Yarning System [online]. [vid. 2021-07-02]. Dostupné z:

https://www.holmarc.com/nano\_fiber\_double\_spinning\_n\_yarning\_system.php.

- [101] Electrospinning device 4SPIN. *Electrospinning technology for nanofiber production* [online]. [vid. 2021-05-27]. Dostupné z: https://www.4spin.info/portfolio/4spin-c4s-lab.
- [102] SCHULZ, A., W. PERBIX, Y. SHOHAM, S. DAALI, C. CHARALAMPAKI, P. C. FUCHS a J. SCHIEFER. Our initial learning curve in the enzymatic debridement of severely burned hands—Management and pit falls of initial treatments and our development of a post debridement wound treatment algorithm. *Burns* [online]. 2017, 43(2), 326–336. ISSN 0305-4179. Dostupné z: doi:10.1016/j.burns.2016.08.009.
- [103] HAIK, Josef, Rachel KORNHABER, Biader BLAL a Moti HARATS. The Feasibility of a Handheld Electrospinning Device for the Application of Nanofibrous Wound Dressings. Advances in Wound Care [online]. 2017, 6(5), 166–174. ISSN 2162-1918, 2162-1934. Dostupné z: doi:10.1089/wound.2016.0722.

- [104] Auto Fabric Qzp-1 Portable Electrospinning Apparatus Machine In Lab Equipment Unit Nanofibers Nanomaterials Biomaterials Tissue - Buy Portable Electrospinning Apparatus, Electrospinning Machine, Electrospinning Equipment Product on Alibaba.com [online]. [vid. 2021-05-11]. Dostupné z: https://www.alibaba.com/product-detail/Auto-Fabric-QZP-1-Portable-Electrospinning\_62527164321.html.
- [105] OMER, Safaa, László FORGÁCH, Romána ZELKÓ a István SEBE. Scale-up of Electrospinning: Market Overview of Products and Devices for Pharmaceutical and Biomedical Purposes. *Pharmaceutics* [online]. 2021, 13(2), 286. Dostupné z: doi:10.3390/pharmaceutics13020286.
- [106] POKORNY, Marek, Jiri REBICEK, Jindrich NOVAK, Adela KOTZIANOVA, Jan KLEMES, Jana RUZICKOVA a Vladimir VELEBNY. Produced nanofibers and technological possibilities of laboratory apparatus 4SPIN®. ACC Journal [online]. 2015, 21(1), 77–80. ISSN 18039782. Dostupné z: doi:10.15240/tul/004/2015-1-009.
- [107] POKORNY, Marek, Jindrich NOVAK, Jiri REBICEK, Jan KLEMES a Vladimir VELEBNY. An Electrostatic Spinning Technology with Improved Functionality for the Manufacture of Nanomaterials from Solutions. *Nanomaterials and Nanotechnology* [online]. 2015, 5, 17. ISSN 1847-9804. Dostupné z: doi:10.5772/60773.
- [108] PETRAS, David, Miroslav MALY, Martin KOVAC, Vit STROMSKY, Jan POZNER, Jan TRDLICKA, Ladislav MARES, Jan CMELIK a Frantisek JAKUBEK. Method for spinning a liquid matrix for production of nanofibres through electrostatic spinning of liquid matrix [online]. US8231822B2. 31. červenec 2012. [vid. 2021-05-27]. Dostupné z: https://patents.google.com/patent/US8231822B2/en.
- [109] PETRÁS, David, Ladislav MARES a Denisa STRÁNSKÁ. A Method and Device for Production of Nanofibres from the Polymeric Solution Through Electrostatic Spinning [online]. 14. prosinec 2006. [vid. 2021-05-27]. Dostupné z: https://patentscope.wipo.int/search/en/detail.jsf?docId=WO2006131081.
- [110] SKE Research Equipment. *SKE Research Equipment* [online]. [vid. 2021-05-27]. Dostupné z: http://www.ske.it/.
- [111] FOTTICCHIA, Andrea, Emrah DEMIRCI, Cristina LENARDI a Yang LIU. Cellular Response to Cyclic Compression of Tissue Engineered Intervertebral Disk Constructs Composed of Electrospun Polycaprolactone. *Journal of Biomechanical Engineering* [online]. 2018, **140**(061002) [vid. 2021-05-27]. ISSN 0148-0731. Dostupné z: doi:10.1115/1.4039307.
- [112] Electrospinning machine, Electrospinning equipment, Electrospinning setup, Nanofibers - TONG LI TECH CO LTD [online]. [vid. 2021-05-27]. Dostupné z: https://www.electro-spinning.com/.
- [113] LI, Yuzhu, Yanshuang MENG, Mingjun XIAO, Xinglian LIU, Fuliang ZHU a Yue ZHANG. The surface capacitance behavior and its contribution to the excellent performance of cobalt ferrite/carbon anode in lithium storage. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* [online]. 2019, **30**(13), 12659–12668. ISSN 1573-482X. Dostupné z: doi:10.1007/s10854-019-01629-x.
- [114] Spraybase® Kits. Spraybase® [online]. [vid. 2021-05-27].

Dostupné z: https://www.spraybase.com/kits

- [115] O'LEARY, Cian, Luis SORIANO, Aidan FAGAN-MURPHY, Ivana IVANKOVIC, Brenton CAVANAGH, Fergal J. O'BRIEN a Sally-Ann CRYAN. The Fabrication and in vitro Evaluation of Retinoic Acid-Loaded Electrospun Composite Biomaterials for Tracheal Tissue Regeneration. *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology* [online]. 2020, 8 [vid. 2021-05-27]. ISSN 2296-4185. Dostupné z: doi:10.3389/fbioe.2020.00190.
- [116] Bioinicia | Electrospinning & Electrospraying Equipment. *Bioinicia* [online]. [vid. 2021-05-27]. Dostupné z: https://bioinicia.com/electrospinning-electrosprayinglab-equipment/.
- [117] MAHMUD, Md Arafat, Naveen Kumar ELUMALAI, Bhupendar PAL, Rajan JOSE, Mushfika Baishakhi UPAMA, Dian WANG, Vinicius R. GONÇALES, Cheng XU, Faiazul HAQUE a Ashraf UDDIN. Electrospun 3D composite nano-flowers for high performance triple-cation perovskite solar cells. *Electrochimica Acta* [online]. 2018, 289, 459–473. ISSN 0013-4686. Dostupné z: doi:10.1016/j.electacta.2018.09.097
- [118] *Espin Nanotech* [online]. [vid. 2021-05-27]. Dostupné z: https://www.espinnanotech.com/index.php.
- [119] MALIK, Ankit, RaviPrakash MAGISETTY, Viresh KUMAR, Anuj SHUKLA a Balasubramanian KANDASUBRAMANIAN. Dielectric and conductivity investigation of polycarbonate-copper phthalocyanine electrospun nonwoven fibres for electrical and electronic application. *Polymer-Plastics Technology and Materials* [online]. 2020, **59**(2), 154–168. ISSN 2574-0881. Dostupné z: doi:10.1080/25740881.2019.1625390.
- [120] *Elektrospinning | Erich Huber* [online]. [vid. 2021-05-27]. Dostupné z: https://www.ehuber.de/elektrospinning.
- [121] GLÄSER, Steve, Ralf MEDE, Helmar GÖRLS, Susanne SEUPEL, Carmen BOHLENDER, Ralf WYRWA, Sina SCHIRMER, Sebastian DOCHOW, Gandra Upendar REDDY, Jürgen POPP, Matthias WESTERHAUSEN a Alexander SCHILLER. Remote-controlled delivery of CO via photoactive CO-releasing materials on a fiber optical device. *Dalton Transactions* [online]. 2016, 45(33), 13222–13233. ISSN 1477-9234. Dostupné z: doi:10.1039/C6DT02011A.
- [122] Products / Fnm co. [online]. [vid. 2021-05-27]. Dostupné z: https://fnm.ir/Product.
- [123] BAYAT, Samaneh, Nafise AMIRI, Elham PISHAVAR, Fatemeh KALALINIA, Jebrail MOVAFFAGH a Maryam HASHEMI. Bromelain-loaded chitosan nanofibers prepared by electrospinning method for burn wound healing in animal models. *Life Sciences* [online]. 2019, 229, 57–66. ISSN 0024-3205. Dostupné z: doi:10.1016/j.lfs.2019.05.028.
- [124] *Nano Fiber Electrospinning Unit* [online]. [vid. 2021-05-28]. Dostupné z: https://www.holmarc.com/nano\_fiber\_electrospinning\_station.php.
- [125] GHOSAL, Kajal, Anton MANAKHOV, Lenka ZAJÍČKOVÁ a Sabu THOMAS. Structural and Surface Compatibility Study of Modified Electrospun Poly(εcaprolactone) (PCL) Composites for Skin Tissue Engineering. AAPS PharmSciTech [online]. 2017, 18(1), 72–81. ISSN 1530-9932. Dostupné z: doi:10.1208/s12249-016-0500-8.

- [126] OKUTAN, Nagihan, Pınar TERZI a Filiz ALTAY. Affecting parameters on electrospinning process and characterization of electrospun gelatin nanofibers. *Food Hydrocolloids* [online]. 2014, **39**, 19–26. ISSN 0268-005X. Dostupné z: doi:10.1016/j.foodhyd.2013.12.022.
- [127] NAYAK, Rajkishore, Rajiv PADHYE, Illias Louis KYRATZIS, Yen Bach TRUONG a Lyndon ARNOLD. Recent advances in nanofibre fabrication techniques. *Textile Research Journal* [online]. 2012, **82**(2), 129–147. ISSN 0040-5175. Dostupné z: doi:10.1177/0040517511424524.
- [128] NEU Nanofiber Electrospinning Unit / KATO TECH CO., LTD. / Pioneer of Texture Testers and Electronic Measuring Instruments [online]. [vid. 2021-05-28]. Dostupné z: https://english.keskato.co.jp/archives/products/neu.
- [129] LINARI NanoTech. *Linari Nanotech* [online]. [vid. 2021-05-28]. Dostupné z: https://www.linarinanotech.com/collections/electrospinningmachines/electrospinning-r-d-systém.
- [130] MODAFFERI, V., G. PANZERA, A. DONATO, P. L. ANTONUCCI, C. CANNILLA, N. DONATO, D. SPADARO a G. NERI. Highly sensitive ammonia resistive sensor based on electrospun V2O5 fibers. *Sensors and Actuators B: Chemical* [online]. 2012, **163**(1), 61–68. ISSN 0925-4005. Dostupné z: doi:10.1016/j.snb.2012.01.007.
- [131] NLI [online]. [vid. 2021-05-28]. Dostupné z: http://nanolab-i.com/product/.
- [132] HARILAL, Midhun, Baiju VIDYADHARAN, Izan Izwan MISNON, Gopinathan M. ANILKUMAR, Adrian LOWE, Jamil ISMAIL, Mashitah M. YUSOFF a Rajan JOSE. One-Dimensional Assembly of Conductive and Capacitive Metal Oxide Electrodes for High-Performance Asymmetric Supercapacitors. ACS Applied Materials & Interfaces [online]. 2017, 9(12), 10730–10742. ISSN 1944-8244. Dostupné z: doi:10.1021/acsami.7b00676.
- [133] Electrospinning system for medical/healthcare applications The ESM series / nanofiber production / MECC [online]. [vid. 2021-05-28]. Dostupné z: https://www.mecc-nano.com/esm.html.
- [134] YANO, Takahiro, Yuji HIGAKI, Di TAO, Daiki MURAKAMI, Motoyasu KOBAYASHI, Noboru OHTA, Jun-ichiro KOIKE, Misao HORIGOME, Hiroyasu MASUNAGA, Hiroki OGAWA, Yuka IKEMOTO, Taro MORIWAKI a Atsushi TAKAHARA. Orientation of poly(vinyl alcohol) nanofiber and crystallites in non-woven electrospun nanofiber mats under uniaxial stretching. *Polymer* [online]. 2012, 53(21), 4702–4708. ISSN 0032-3861. Dostupné z: doi:10.1016/j.polymer.2012.07.067.
- [135] *Electrospinning / Nadetech Innovations* [online]. [vid. 2021-05-28]. Dostupné z: https://nadetech.com/products/electrospinning.
- [136] CORRES, J. M., F. J. ARREGUI, I. R. MATÍAS a Y. RODRÍGUEZ. High sensitivity optical fiber pH sensor using poly(acrylic acid) nanofibers. In: 2013 IEEE SENSORS: 2013 IEEE SENSORS [online]. 2013, s. 1–4. ISSN 1930-0395. Dostupné z: doi:10.1109/ICSENS.2013.6688291.
- [137] NANOFLUX Electrospinning equipment and Lab scale experimental equipment [online]. [vid. 2021-05-28]. Dostupné z: http://www.nanoflux.com.sg/en/.

- [138] ANG, Hui Ying, Scott Alexander IRVINE, Ron AVRAHAMI, Udi SARIG, Tomer BRONSHTEIN, Eyal ZUSSMAN, Freddy Yin Chiang BOEY, Marcelle MACHLUF a Subbu S. VENKATRAMAN. Characterization of a bioactive fiber scaffold with entrapped HUVECs in coaxial electrospun core-shell fiber. *Biomatter* [online]. 2014, 4(1), e28238. ISSN null. Dostupné z: doi:10.4161/biom.28238.
- [139] NanoNC 나노엔씨 ELECTROSPINNING SYSTEM 전기방사 나노엔씨 nanofiber [online]. [vid. 2021-05-28]. Dostupné z: http://nanonc.co.kr/wordpress/.
- [140] HEO, Young-Jung, Hyo In LEE, Ji Won LEE, Mira PARK, Kyong Yop RHEE a Soo-Jin PARK. Optimization of the pore structure of PAN-based carbon fibers for enhanced supercapacitor performances via electrospinning. *Composites Part B: Engineering* [online]. 2019, 161, 10–17. ISSN 1359-8368. Dostupné z: doi:10.1016/j.compositesb.2018.10.026.
- [141] Technology Melt electrowriting and electrospinning 3D nanofibers tools. NovaSpider [online]. [vid. 2021-07-02]. Dostupné z: http://novaspider.com/technology-melt-electrowriting-mew-nanofiberselectrospinning/.
- [142] KHOEINI, Roghayeh, Hamed NOSRATI, Abolfazl AKBARZADEH, Aziz EFTEKHARI, Taras KAVETSKYY, Rovshan KHALILOV, Elham AHMADIAN, Aygun NASIBOVA, Pallab DATTA, Leila ROSHANGAR, Dante DELUCA, Soodabeh DAVARAN, Magali CUCCHIARINI a Ibrahim OZBOLAT. Natural and Synthetic Bioinks for 3D Bioprinting. *Advanced NanoBiomed Research* [online]. 2021, 2000097. Dostupné z: doi:10.1002/anbr.202000097.
- [143] *Product / SPINBOW* [online]. [vid. 2021-05-28]. Dostupné z: http://www.spinbow.it/en/product-en/.
- [144] SENSINI, Alberto, Carlo GOTTI, Juri BELCARI, Andrea ZUCCHELLI, Maria Letizia FOCARETE, Chiara GUALANDI, Ivan TODARO, Alexander P. KAO, Gianluca TOZZI a Luca CRISTOFOLINI. Morphologically bioinspired hierarchical nylon 6,6 electrospun assembly recreating the structure and performance of tendons and ligaments. *Medical Engineering & Physics* [online]. 2019, **71**, 79–90. ISSN 1350-4533. Dostupné z: doi:10.1016/j.medengphy.2019.06.019.
- [145] AZNAR-CERVANTES, Salvador, Maria I. ROCA, Jose G. MARTINEZ, Luis MESEGUER-OLMO, Jose L. CENIS, Jose M. MORALEDA a Toribio F. OTERO. Fabrication of conductive electrospun silk fibroin scaffolds by coating with polypyrrole for biomedical applications. *Bioelectrochemistry* [online]. 2012, 85, 36– 43. ISSN 1567-5394. Dostupné z: doi:10.1016/j.bioelechem.2011.11.008.
- [146] GILSON. Proper Use of Positive-Displacement Pipettes Learning Hub [online]. [vid. 2021-07-02]. Dostupné z: https://www.gilson.com/default/learninghub/post/proper-use-of-positivedisplacement-pipettes.html.
- [147] SHYNKARENKO, Andrii, Dekel AZULAY, Šárka HAUZEROVÁ, Andrea KLAPSTOVA, Michal MOUCKA, Vera JENCOVA a David LUKAS. Fabrication of Micro/Nanofibrous Scaffolds using a Robotic Manipulator and Their Application for Tissue Engineering [online]. 2020. Dostupné z: doi:10.21203/rs.3.rs-112972/v1.

- [148] SHYNKARENKO, Andrii, Dekel AZULAY a David LUKAS. Versatile Robotic Liquid Handling system - Based on "Uarm Swift Pro" robotic arm. In: 2 nd WORKSHOP ON MECHANICS OF NANOMATERIALS: Characterization and Applications of Nanofibrous Materials and Electrospinning Processes. B.m.: Technická univerzita v Liberci, nedatováno. ISBN 978-80-7494-496-3.
- [149] NAIN, Amrinder S., Cristina AMON a Metin SITTI. 1 Proximal Probes based Nanorobotic Drawing of Polymer Micro/Nanofibers. nedatováno.
- [150] DALTON, Paul D. Melt electrowriting with additive manufacturing principles. *Current Opinion in Biomedical Engineering* [online]. 2017, 2, Additive Manufacturing, 49–57. ISSN 2468-4511. Dostupné z: doi:10.1016/j.cobme.2017.05.007.
- [151] ELECTROLOOM, INC. Demo: Electroloom Mini [online]. [vid. 2021-07-02]. Dostupné z: https://www.youtube.com/watch?v=pGshKRXJbBs&ab\_channel=Electroloom%2CI nc.
- [152] INOVENSO LTD. ELECTROSPINNING COMPANY. Inovenso Nanospinner 24 Multinozzle Electrospinning Machine [online]. [vid. 2021-07-02]. Dostupné z: https://www.youtube.com/watch?v=ZbSud8ptcHg&ab\_channel=InovensoLtd.Elec trospinningCompany.
- [153] POKORNY, Marek a Viadimir VELEBNY. Apparatus for production of twodimensional or three-dimensional fibrous materials of microfibres and nanofibres [online]. WO2011095141A1. 11. srpen 2011. [vid. 2021-05-22]. Dostupné z: https://patents.google.com/patent/WO2011095141A1/ko.
- [154] KORNEV, Konstantin, Chen-Chih TSAI, David LUKAS a Petr MIKES. Flexible Fiber-based Micro and Nanofluidics for Probing Liquids. *Clemson Patents* [online]. 2016. Dostupné z: https://tigerprints.clemson.edu/clemson\_patents/570.
- [155] *Fabricating Finite Length Nanofibrous Yarn* [online]. [vid. 2021-07-02]. Dostupné z: http://electrospintech.com/shortyarn.html#.YM9IDZMzbUI.
- [156] VRŠÍNSKÁ, Klára. Vývoj a optimalizace vlákenného kompozitního drénu pro léčbu glaukomu [online]. Liberec, 2016. Diplomová práce. Technická Univerzita v Liberci. Dostupné z:

https://dspace.tul.cz/bitstream/handle/15240/124632/V\_00817\_T.pdf?sequence=-1&isAllowed=y.

- [157] PLUCHA, Radim. Vlákenný implantát pro léčbu glaukomu z PVDF a jeho kombinací [online]. Liberec, 2017. Bakalářská práce. Technická Univerzita v Liberci. Dostupné z: https://dspace.tul.cz/bitstream/handle/15240/24349/BP\_Plucha.pdf?sequence=-1.
- [158] KROTOV, Anton. Vývoj a návrh konstrukce pro automatické zpracování nanovlakenných přízí [online]. Liberec, 2017. Diplomová práce. Technická Univerzita v Liberci. Dostupné z: https://dspace.tul.cz/bitstream/handle/15240/142573/Diplomova\_prace.pdf?sequence

- [159] CNCShop.cz [online]. [vid. 2021-08-25]. Dostupné z: http://www.cncshop.cz/.
- [160] ELANCHEZHAN, C, S SUNDER SELWYN a G SHANMUGA SUNDAR. *Computer aided manufacturing (CAM)*. New Delhi; Boston: Laxmi, 2007. ISBN 978-

<sup>=1&</sup>amp;isAllowed=y.

81-318-0072-0.

- [161] STOJANOVSKA, Elena, Emine CANBAY, Esra Serife PAMPAL, Mehmet D. CALISIR, Onur AGMA, Yusuf POLAT, Ramazan SIMSEK, N. A. Serhat GUNDOGDU, Yasin AKGUL a Ali KILIC. A review on non-electro nanofibre spinning techniques. *RSC Advances* [online]. 2016, 6(87), 83783–83801. ISSN 2046-2069. Dostupné z: doi:10.1039/C6RA16986D.
- [162] ATMEGA2560 / Microchip Technology [online]. [vid. 2021-08-04]. Dostupné z: https://www.microchip.com/en-us/product/ATmega2560.
- [163] FELIX. ATXRaspi / LowPowerLab [online]. [vid. 2021-08-02]. Dostupné z: https://lowpowerlab.com/guide/atxraspi/.
- [164] SBYRNES321. English: Polycaprolactone (PCL) repeating unit [online].
  14. leden 2012 [vid. 2021-08-23]. Dostupné z: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Polycaprolactone structure.png.
- [165] FERNÁNDEZ, Jorge, Agustin ETXEBERRIA, Jone M. UGARTEMENDIA, Susana PETISCO a Jose-Ramon SARASUA. Effects of chain microstructures on mechanical behavior and aging of a poly(L-lactide-co-ε-caprolactone) biomedical thermoplasticelastomer. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* [online]. 2012, **12**, 29–38. ISSN 1751-6161. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmbbm.2012.03.008
- [166] Handbook of Intelligent Scaffold for Tissue Engineering and Regenerative Medicine.B.m.: CRC Press, 2012. ISBN 978-981-4267-86-1.
- [167] ED. English: Idealized chemical structure of polyvinyl butyral [online]. 14. únor 2011 [vid. 2021-08-23]. Dostupné z:

https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Polyvinyl\_butyral.svg.

- [168] JÜ. Deutsch: Strurturausschnitt Polyvinylalkohol [online]. 20. únor 2015 [vid. 2021-08-23]. Dostupné z: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Polyvinyl\_Alcohol\_Structural\_Formula\_V 1.svg.
- [169] NEUROTIKER. Deutsch: Struktur von PolyvinylidenfluoridEnglish: Structure of Polyvinylidene fluoride [online]. 1. duben 2008 [vid. 2021-08-23]. Dostupné z: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Polyvinylidenfluorid.svg.
- [170] JÜ. *Deutsch: Polyethylenglykol* [online]. 18. únor 2015 [vid. 2021-08-23]. Dostupné z: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:PEG\_Structural\_Formula\_V1.svg.
- [171] Skeletal muscle fibers (Mammalia) / Micronaut: The fine art of microscopy by science photographer Martin Oeggerli [online]. [vid. 2021-08-19]. Dostupné z: https://www.micronaut.ch/skeletal-muscle-fibers-mammalia-8/.
- [172] SHYNKARENKO, A, A KLAPSTOVA, A KROTOV, M MOUCKA a D LUKAS. Production of yarns composed of oriented nanofibers for ophthalmological implants. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* [online]. 2017, 254(6), 062011. ISSN 1757-8981, 1757-899X. Dostupné z: doi:10.1088/1757-899X/254/6/062011.
- [173] POKORNY, M. a V. VELEBNY. Collection method for extra aligned nanofibers deposited by electrospinning. *Review of Scientific Instruments* [online]. 2011, 82(5), 055112. ISSN 0034-6748, 1089-7623. Dostupné z: doi:10.1063/1.3592596.
- [174] TUNÁK, Maroš, Jaromír ANTOCH, Jiří KULA a Jiří CHVOJKA. Estimation of fiber

system orientation for nonwoven and nanofibrous layers: local approach based on image analysis. *Textile Research Journal* [online]. 2014, **84**(9), 989–1006. ISSN 0040-5175. Dostupné z: doi:10.1177/0040517513509852.

- [175] AS5134 8.5 bit brushless DC optimized Rotary position sensor- ams. *ams* [online].[vid. 2021-07-07]. Dostupné z: https://ams.com.
- [176] STMicroelectronics LIS3MDLTR 3-Achsen Beschleunigungssensor, VFLGA 12-Pin, SPI / RS Components [online]. [vid. 2021-07-07]. Dostupné z: https://de.rsonline.com/web/p/bewegungssensor-ics/9172725/?cm\_mmc=DE-PPC-DS3A-\_google-\_-3\_DE\_DE\_Halbleiter\_Bewegungssensor+ICs\_BMM-\_-STMicroelectronics+-+9172725+-+LIS3MDLTR-\_-lis3mdltr&matchtype=b&kwd-324730888537&gclid=CjwKCAjwoZWHBhBgEiwAiMN66QWSBhkZrR7Wx7scY RvTSyzDrf-gLZe4CEn31hdB1aIoCmlkCCLgkRoCg9MQAvD\_BwE&gclsrc= aw.ds.
- [177] *Galerie aktivit katedry Katedra strojírenské technologie* [online]. [vid. 2021-08-18]. Dostupné z: http://www.ksp.tul.cz/galerie/croboplast.
- [178] Ceska Televize; Hyde Park Civilizace: Oldřich Jirsák. Česká televize [online]. [vid. 2021-08-18]. Dostupné z: https://www.ceskatelevize.cz/porady/10441294653-hyde-parkcivilizace/217411058091014/.
- [179] Liberečtí strojaři předvedli aplikace nanotechnologií v medicíně | Technický týdeník [online]. nedatováno [vid. 2021-08-18]. Dostupné z: https://www.technickytydenik.cz/rubriky/veda-vyzkum-inovace/liberecti-strojaripredvedli-aplikace-nanotechnologii-v-medicine\_48790.html.
- [180] Inovace a nové aplikace v oblasti technických textilií drží český textil na světové špičce | Technický týdeník [online]. nedatováno [vid. 2021-08-19]. Dostupné z: https://www.technickytydenik.cz/rubriky/archiv/inovace-a-nove-aplikace-v-oblastitechnickych-textilii-drzi-cesky-textil-na-svetove-spicce\_50251.html.

## Seznam odborných publikací autora

- A. Klápšťová, J. Horáková, M. Tunák, A. Shynkarenko, J. Erben, J. Hlavatá, P. Bulíř, J. Chvojka, *A PVDF electrospun antifibrotic composite for use as a glaucoma drainage implant*, Materials Science and Engineering C, AMSTERDAM, NETHERLANDS, Elsevier BV, 8 pages, ISSN: 0928-4931, 2021, https://api.elsevier.com/content/article/eid/1-s2.0-S0928493120335554.
- A. Shynkarenko, J. Macháček, F. Véle, D. Azulay, *Braiding technique for preparing tissue scaffolds*, 2nd Workshop on Mechanics of Nanomaterials, Liberec, Technická univerzita v Liberci, ISBN: 978-80-7494-496-3, p. 24-25, 2 pages, 2019, https://publi.cz/download/publication/895?online=1.
- 3. A. Shynkarenko, D. Azulay, *Manipulator for the mechanical drawing of fibers and precise dosing of liquids*, 2019.
- H. York, A. Shynkarenko, A. Stanishevsky, *Nanofiber Technology Applied to Absorbable Sutures*, 2nd Workshop on Mechanics of Nanomaterials, Liberec, Technická univerzita v Liberci, ISBN: 978-80-7494-496-3, p. 12-13, 2 pages, 2019.
- A. Shynkarenko, D. Azulay, D. Lukáš, Versatile Robotic Liquid Handling system -Based on "Uarm Swift Pro" robotic arm, 2nd Workshop on Mechanics of Nanomaterials, Liberec, Technická univerzita v Liberci, ISBN: 978-80-7494-496-3, p. 26-27, 2 pages, 2019, https://publi.cz/download/publication/895?online=1.
- A. Shynkarenko, A. Klápšťová, A. Krotov, M. Moučka, D. Lukáš, *Production of multilayer tubular nanostructures composed of oriented nanofibers for ophthalmological implants*, 1st Workshop on Mechanics of Nanomaterials, Liberec, Technická Univerzita v Liberci, ISBN: 978-80-7494-449-9, 1 pages, 2018.
- SHYNKARENKO, A. Automatická výroba koaxiálních nanovlákenných struktur. In Studentská vědecká a odborná činnost (SVOČ). Liberec: Technická Univerzita v Liberci, 2018.
- A. Shynkarenko, A. Klápšťová, A. Krotov, M. Moučka, D. Lukáš, *Automaticky výrobní systém nanovlákenných přízí*, 10th Annual International Scientific Conference 2017 Manufacturing Systems Today and Tomorrow, Liberec, Technická univerzita v Liberci, ISBN: 978-80-7494-370-6, 3 pages, 2017.
- A. Klápšťová, J. Horáková, A. Shynkarenko, D. Lukáš, *Composite fibrous glaucoma drainage implant*, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, Institute of Physics Publishing (IOP Science), 6 pages, ISSN: 1757-8981, n. 6, 2017.
- A. Shynkarenko, A. Klápšťová, A. Krotov, M. Moučka, D. Lukáš, *Production of yarns composed of oriented nanofibers for ophthalmological implants*, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, Institute of Physics Publishing (IOPScience), 5 pages, ISSN: 1757-8981, n. 6, 2017.

- A. Shynkarenko, A. Klápšťová, D. Lukáš, *Comparison of the collecting heads efficacy* using electrospinning method, NANOCON 2016 - Conference Proceedings, 8th International Conference on Nanomaterials - Research and Application, TANGER Ltd., ISBN: 978-80-87294-71-0, p. 578-582, 5 pages, 2016.
- A. Shynkarenko, *Detection And Analysis of Prodused Nanofibers Oriented Structures*, Workshop for Ph.D Students of Faculty of Textile Engineering and Faculty of Mechanical Engineering TUL, Liberec, Technical University of Liberec, ISBN: 978-80-7494-293-8, p. 169-172, 4 pages, 2016.
- A. Klápšťová, J. Horáková, K. Vršínská, A. Šaman, A. Shynkarenko,
  D. Lukáš, *Development of fibrous implant for the treatment of glaucoma*, NANOCON 2016 Conference Proceedings, 8th International Conference on Nanomaterials Research and Application, Ostrava, TANGER spol. s r.o., 1, ISBN: 9788087294710, p. 497-502, 6 pages, 2016.
- I. Kovalenko, M. Garan, A. Shynkarenko, *Digital Magnifying Device Based on Prusa i3*, 2015 International Conference on Applied Mechanics and Mechatronics Engineering (AMME 2015), DEStech Publications, Inc., 1, ISBN: 978-1-60595-021-1, p. 124-128, 5 pages, 2016.
- I. Kovalenko, M. Garan, A. Shynkarenko, P. Zelený, J. Šafka, *Examining the relationship between forces during stereolithography 3D printing and geometric parameters of the model*, MATEC Web of Conferences, Singapore, EDP Sciences, 40, 4 pages, ISSN: 2261-236X, 2016, http://www.matec-conferences.org/articles/matecconf/abs/2016/03/contents/contents.html.
- 16. A. Shynkarenko, A. Klápšťová, A. Krotov, M. Moučka, D. Lukáš, Production And Evaluation of the Quality of Nanofibers Oriented Structures for Ophthalmological Implants, 16th World Textile Conference Autex 2016, Ljubljana, University of Ljubljana, ISBN: 9789616900171, 7 pages, 2016.
- A. Shynkarenko, A. Krotov, A. Klápšťová, *Development Of Device For Parallel Structured Nanofibers Yarns Production*, NANOCON 2015 - 7th International Conference on Nanomaterials - Research & Application, Ostrava, TANGER spol. s r.o., 1, ISBN: 978-80-87294-63-5, p. 231-235, 5 pages, 2015.
- A. Shynkarenko, *Hardware implementation of the production process of the parallel yarns*, Workshop for Ph.D Students of Faculty of Textile Engineering and Faculty of Mechanical Engineering TUL, Liberec, Technická Univerzita v Liberci, 1, ISBN: 978-80-7494-229-7, p. 239-242, 4 pages, 2015.

## Seznam patentů, funkčních vzorků a softwarů

- 1. P. Zelený, L. Stanislav, M. Ševic, P. Keller, M. Moučka, I. Kovalenko, A. Shynkarenko, R. Mendřický, *Minitestbed*, 2020.
- 2. A. Shynkarenko, Sauron, 2020.
- P. Zelený, L. Stanislav, M. Ševic, P. Keller, M. Moučka, I. Kovalenko, A. Shynkarenko, R. Mendřický, *Tisková hlava v1*, 2020.
- 4. A. Shynkarenko, J. Macháček, F. Véle, *down-up Braiding machine for preparing tissue scaffolds immersed in medium*, 2019.
- 5. A. Shynkarenko, D. Azulay, User interface for a manipulator for the mechanical drawing of fibers and precise dosing of liquids, 2019.
- 6. A. Shynkarenko, J. Macháček, F. Véle, *Experimental equipment for braiding fibrous*, 2019.
- 7. A. Shynkarenko, J. Taich, *Dávkovací zařízení polymerů pro výrobní systém* nanovlákenných přízí, 2017.
- 8. A. Shynkarenko, A. Krotov, M. Moučka, *Device for the collection and twisting fibers*, 2016.
- 9. A. Shynkarenko, A. Krotov, Rotující kolektor pro elektrické zvlákňování, 2015.

# Seznam obrázků

Obrázek 1.1: Schematické znázornění dvou přístupů k řešení projektu:	
konvenční a agilní	15
Obrázek 2.1: Schematické znázornění experimentálního zařízení pana Formhalse	19
Obrázek 2.2: Počet publikací s klíčovým slovem "electrospinning"	
na Web of Science [27]	19
Obrázek 2.3: Schematický diagram typické sestavy pro elektrické zvlákňování	20
Obrázek 2.4: Schematické znázornění kolektoru pro elektrické zvlákňování: a) hladký	
rotující válec, b) drátěný rotující válec, c) kolektor karuselového typu, d) hladký di	isk
rotující v ose zvlákňovací trysky, e) statické paralelní elektrodové kolektory.	
(Obrázky inspirovány [12])	22
Obrázek 2.5: Schematické znázornění fází deformace kapiček roztoku	
polymeru / taveniny na kapilární špičce při elektrickém zvlákňování	23
Obrázek 2.6: Fotografie menisku polyvinylalkoholu ve vodném roztoku ukazující	
vlákno získané z Taylorova kužele procesem elektrického zvlákňování [46][47]	23
Obrázek 2.7: Elektrické zvlákňování na statické paralelní křemíkové destičky podle	
Dan Lia [50]	24
Obrázek 2.8: Schematické znázornění procesu zarovnání paprsku nanovláken a jejich	
paralelizace mezi dvěma souhlasně nabitými podlouhlými deskami	25
Obrázek 2.9: Manuální postup tvorby nanovlákna metodou tažení	29
Obrázek 2.10: Robotický postup tvorby nanovlákna metodou tažení	29
Obrázek 2.11: Nanovlákenné struktury s požadovanou přesnou orientací. a) Snímek	
mikrovláken vyrobených metodou drawing pořízený pomocí elektronového	
mikroskopu, b) paralelně orientovaná struktura mikrovláken,	
c) mřížka vyhotovená metodou tažení z jednotlivých vláken	30
Obrázek 2.12: Schematické znázornění metody tažení vláken STEP	30
Obrázek 2.13: Schematické znázornění délky taženého nanovlákna jako funkce	
rychlosti tažení a viskozity materiálu [3]	31
Obrázek 2.14: Relaxační čas viskoelastické kapaliny [83]	31
Obrázek 2.15: Kritická délka dle pevnostního přetrhu v závislosti na deformačním	
gradientu. Označen násobek rychlosti a relaxačního času [83]	32
Obrázek 2.16: Kritická délka pevnostního přetrhu v závislosti na násobku rychlosti a	
relaxačního času. Označen deformační gradient [83]	32
Obrázek 2.17: Znázornění Plateau-Rayleigho nestability	33
Obrázek 2.18: Manipulace s provozními faktorkami pro získání různých průměrů vláke	n34
Obrázek 2.19: Fluorescenční mikroskopie nervových kmenových buněk na (a)	
orientovaných a (b) neorientovaných mikrovláknech [90]	35
Obrázek 2.20: Schematické znázornění (a) kapilárního jevu, (b) vzlínání kapaliny podél	l
svazku paralelně orientovaných vláken	36
Obrázek 3.1: zařízení na výrobu nanovláken od laboratorního měřítka (vlevo) do	
průmyslového (vpravo)	38

Obrázek 3.2: Zařízení pro tvorbu nanovláken (a) a rotující kolektor (b) od společnosti Yflow	38
Obrázek 3.3: Zařízení pro tvorbu nanovláken (a) a rotující kolektor (b) od společnosti	
Nanolab Instruments z Malajsie	39
Obrázek 3.4: (a) Zařízení pro tvorbu nanovláken (b) a rotující kolektor od společnosti	
4SPIN	40
Obrázek 3.5: Průmyslové zvlákňování z (a) trysek a (b)struny	41
Obrázek 3.6: (a)Přenosná zařízení na elektrické zvlákňování, (b)aplikovaná	
nanovlákenná vrstva na tělo člověka	41
Obrázek 3.7: Zařízení pro tvorbu nanovláken metodou tažení [83]	45
Obrázek 3.8: Robotická ruka pro tvorbu nanovláken metodou tažení	46
Obrázek 3.9: Ruční sběr vyhotovené nanovlákenné vrstvy [151]	47
Obrázek 3.10: Proces sundávání nanovlákenné vrstvy zvlákněné na	
podklad z fólie [152]	47
Obrázek 3.11: Manuální sběr nanovláken pomocí nůžek [98]	48
Obrázek 3.12: Manuální sběr nanovláken sběracím nástrojem od společnosti 4SPIN	49
Obrázek 3.13: Manuální sběr nanovláken sběracím nástrojem dle patentu	
WO2011095141A1 [153]	49
Obrázek 3.14: Sběr nanovlákenné vrstvy za pomoci válcových kartáčů	49
Obrázek 3.15: Speciální kolektory pro výrobu nanovlákenných přízí	50
Obrázek 3.16: Výroba nanovlákenné příze (Holmarc [100])	51
Obrázek 4.1: Celkový plán umístění jednotlivých zařízení na pracovní ploše	54
Obrázek 4.2: Část pracovního prostoru pro výrobu vláken metodou	
elektrického zvlákňování	54
Obrázek 4.3: Rotující kolektor (Clemson University v Severní Karolíně)	55
Obrázek 4.4: Model rotujícího kolektoru pro elektrické zvlákňování	56
Obrázek 4.5: Přenos elektrické energie	56
Obrázek 4.6: Rotující kolektor s vyměnitelnou hlavou	57
Obrázek 4.7: Schematické znázornění systému pro dávkování roztoku	58
Obrázek 4.8: Systém pro dávkování roztoku: a) pohon s přímočarým vedením osazený	
stříkačkou, b) soustava tlakové kapaliny se stříkačkou s polymerním roztokem	59
Obrázek 4.9: Součásti systému ohřevu roztoku	60
Obrázek 4.10: Systém pro ohřev roztoku: a) kompletní sestava, b) expanzní nádoba	
s tepelným pásem, c) otopné těleso se stříkačkou	61
Obrázek 4.11: Výpočtový model	62
Obrázek 4.12: Rozložení intenzity E elektrického pole	63
Obrázek 4.13: Závislost intenzity na kolektoru na úhlu natočení pro	
tyče o průměru 4 mm	64
Obrázek 4.14: Závislost intenzity na kolektoru na úhlu natočení pro	
tyče o průměru 2 mm	64
Obrázek 4.15: Rozložení intenzity elektrického pole E pro vybrané úhly natočení α	65
Obrázek 4.16: Vektorové pole intenzity elektrického pole E	65
Obrázek 4.17: Použité tvary průřezu tyčí kolektoru	66
Obrázek 4.18: Porovnání intenzit elektrického pole u jednotlivých tyčí	67

Obrázek 4.19: Část pracovního stolu osazená manipulátorem pro interakce se stroji a	
formování nanovlákenných struktur	68
Obrázek 4.20: 3D model manipulátoru: a) základní součásti, b) základní pohyby	69
Obrázek 4.21: Pracovní polohy manipulátoru podle aktuálního výrobního procesu	69
Obrázek 4.22: Konstrukce efektoru	71
Obrázek 4.23: Součásti efektoru a) sklíčidlo pro upevnění jehlice, b)platforma pro	
formování jádra nanovlákenné struktury	71
Obrázek 4.24: Schematické znázornění procesu sběru nanovlákenné vrstvy pomocí	
rotujících kartáčů (první varianta)	72
Obrázek 4.25: Schematické znázornění procesu sběru nanovlákenné vrstvy pomocí	
rotujících kartáčů (druhá varianta)	73
Obrázek 4.26: Proces sběru nanovlákenné vrstvy pomocí rotujících kartáčů	73
Obrázek 4.27: Zákrutový mechanismus za běhu	74
Obrázek 4.28: Výsledky provozu zařízení: a) sebraná jemná nanovlákna z rotačního	
kolektoru; b) zakroucená nanovlákenná vrstva	74
Obrázek 4.29: Schéma geometrie tvoření příze	75
Obrázek 4.30: Závislost úhlu $\varphi$ na délce příze	76
Obrázek 4.31: Část pracovního prostoru pro výrobu vláken metodou tažení	77
Obrázek 4.32: Zařízení pro vlastní výrobu nanovláken pomocí metody tažení	77
Obrázek 4.33: Extrudér pro husté polymerní roztoky	78
Obrázek 4.34: Proces nanášení nanovláken metodou tažení mezi ukotvenými částmi	
efektoru (platformami)	79
Obrázek 4.35: Extruder: a) ohřívací prvek pro hrot PDP; b) snímek tepelné stopy	
zařízení; c-1) originální píst koncovky pipety; c-2) 3D vytištěný teplu odolný píst.	79
Obrázek 4.36: Platforma pro umístění speciálního rámečkového skřipce	80
Obrázek 4.37: a) návrh pracovního stolu; b) osazený pracovní stůl	81
Obrázek 4.38: Magnetické uchycení panelů	81
Obrázek 4.39: Čelní panel a jeho funkcionalita	82
Obrázek 4.40: Kompletní vzhled postaveného zařízení: a) vnitřní prostor,	
b) vnější pohled	82
Obrázek 5.1: Schéma propojení součástí zařízení systému	84
Obrázek 5.2: Uspořádání elektrických prvků v rozváděcí skříni	85
Obrázek 5.3: Konektory na rozváděcí skříni pro propojení všech zařízení	86
Obrázek 5.4: Deska plošných spojů	86
Obrázek 5.5: Schéma umístění tranzistorového pole (zvýrazněno červeně)	87
Obrázek 5.6: Použitá provedení koncových spínačů lišících se způsobem osazení desky	
plošných spojů	89
Obrázek 5.7: Umístění některých koncových spínačů na stroji	89
Obrázek 5.8: Orientační stavový diagram systémů	91
Obrázek 5.9: Schéma zapojení Raspberry Pi a vestavěných prvků	93
Obrázek 5.10: Vestavěný ovládací modul na bázi Raspberry Pi s příslušenstvím	94
Obrázek 5.11: Načítání RFID: a) štítku, b) personální karty ITIC	94
Obrázek 5.12: Grafické uživatelské rozhraní	95
Obrázek 5.13: Rozšiřovací bloky pro snadné připojení dalších zařízení	98

Obrázek 5.14: Předpřipravený blok kódu, který může být aktivovaný na požadavek	
uživatele a sepne relé, čímž zapne externí zařízení	98
Obrázek 5.15: Umístění a zapojení odporového drátu	99
Obrázek 5.16: Používání odporového drátu pro delikátní uříznutí nanovlákenné vrstvy	99
Obrázek 6.1: Nanovlákenná struktura ve tvaru kompozitní nitě	100
Obrázek 6.2: Nanovlákenná struktura získaná obklopením tubulárních objektů	101
Obrázek 6.3: Model přesné 100% nanovlákenné příze	102
Obrázek 6.4: Model mikrovlákenné trubice	102
Obrázek 6.5: Model s 2D mřížkou na podkladu z nanovlákenné vrstvy	103
Obrázek 6.6: Model modifikovaného rotujícího kolektoru pro výrobu vláken	
metodou STEP	103
Obrázek 6.7: Strukturní vzorec PCL [164]	104
Obrázek 6.8: Schéma vzniku kopolymeru PLCL [166]	104
Obrázek 6.9: Strukturní vzorec PVB [167]	105
Obrázek 6.10: Strukturní vzorec PVA [168]	105
Obrázek 6.11: Strukturní vzorec PVDF [169]	106
Obrázek 6.12: Strukturní vzorec PEO[170]	106
Obrázek 6.13: Proces sběru z rotujícího kolektoru nanovlákenné vrstvy pomocí	
manipulátoru	107
Obrázek 6.14: Zákrut nanovlákenné vrstvy do příze	107
Obrázek 6.15: Vyhotovení vláken metodou tažení	108
Obrázek 6.16: Postup výroby nanovlákenné struktury s kombinací metody tažení pro	
vytvoření jádra a elektrického zvlákňování pro tvorbu pláště	109
Obrázek 6.17: a) Nanovlákenné struktury kombinující metodu tažení pro tvorbu jádra a	a
elektrického zvlákňování pro vytvoření pláště;	
b) snímek míšní tkáně člověka [171]	109
Obrázek 6.18: Experimentální sonda na odběr vzorku	110
Obrázek 6.19: Nanovlákenný tubulární vzorek typu jádro – plášť	110
Obrázek 6.20: Prvotní experiment po získání flexibilních kondenzátorů	111
Obrázek 6.21: Nanovlákenná dutá trubicovitá struktura o průměru zhruba 2mm	111
Obrázek 6.22: 2D orientované struktury vyhotovené metodou tažení	112
Obrázek 6.23: Rotující kolektor pro výrobu vláken metodou STEP	112
Obrázek 7.1: a) neorientovaná nanovlákna; b) paralelně orientovaná nanovlákna	114
Obrázek 7.2: a) HotEnd E3D V6; b) konstrukce HotEndu E3D V6	115
Obrázek 7.3 a) Krokový motor a nástavec s ozubenými kolečky pro dávkování	
filamentu; b) schématické znázornění dávkování filamentu a tvorby polymerní	
kapky z taveniny	115
Obrázek 7.4: a) konstrukce pro odvod proudu vzduchu od vláken; b) schematické	
znázornění proudění vzduchu	116
Obrázek 7.5: Mřížka vyhotovená z taveniny PCL	117
Obrázek 7.6: Magnetický snímač polohy. Schematické znázornění	117
## Seznam tabulek

Tabulka 1: Stručný přehled faktorů, které mají vliv na tvorbu a kvalitu vláken	26
Tabulka 2: Stručný souhrn výrobců zařízení na elektrické zvlákňování [105]	42
Tabulka 3: Porovnání vlastností kolektoru pro výrobu paralelizovaných	
nanovláken a vliv na strukturu vláken při sběru	48
Tabulka 4: Seznam hlavních prvků v rozváděcí skříni	85
Tabulka 5: Pravidlo pro příkaz	96

## Seznam příloh

- Příloha A: Parametry dávkovače dle principu dávkování roztoku.
- Příloha B: Návrh okruhu a jeho částí.
- Příloha C: Schéma zapojení a návrh desky plošných spojů pro propojení pinů mikroprocesoru ATmega 2560.
- Příloha D: Schéma zapojení tranzistorového pole a návrh desky plošných spojů.
- Příloha E: Schéma zapojení koncového spínače a návrh desky plošných spojů.
- Příloha F: Tabulka příkazů pro komunikační protokol.
- Příloha G: Testování cytotoxicity Polyesterových materiálů určených pro 3D tisk a přípravu vláken metodou drawing.
- Příloha H: CD nosič