

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA TEXTILNÍ

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE



LIBEREC 2008

MICHAELA HÁJKOVÁ

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

FAKULTA TEXTILNÍ

Studijní program: B3107 – Textil

Studijní obor: Netkané textilie

Katedra netkaných textilií

Adheze nanovláknenných vrstev k podkladovému materiálu

Adhesion nanofibrous layers to the base material

Autorka: Michaela Hájková

Vedoucí bakalářské práce: Ing. Jiří Chaloupek

Konzultant bakalářské práce: Prof. RNDr. Oldřich Jirsák, CSc.

Počet stran textu: 48

Počet obrázků: 31

Počet tabulek: 4

Počet příloh: 3

Prohlášení

Prohlašuji, že předložená bakalářská práce je původní a zpracovala jsem ji samostatně. Prohlašuji že citace použitých pramenů je úplná, že jsem v práci neporušila autorská práva (ve smyslu zákona č. 121/2000 Sb. O právu autorském a o právech souvisejících s právem autorským).

Souhlasím s umístěním bakalářské práce v Univerzitní knihovně TUL.

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

Beru na vědomí, že TUL mám právo na uzavření licenční smlouvy o užití mé bakalářské práce (prodej, zapůjčení apod.).

Jsem si vědoma toho, že užít své bakalářské práce či poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem TUL, která má právo ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, vynaložených univerzitou na vytvoření díla (až do jejich skutečné výše).

V Liberci, dne 12.5. 2008

.....

Podpis

Ráda bych poděkovala vedoucímu mé bakalářské práce Ing. Jiřímu Chaloupkovi, za odbornou pomoc při provádění experimentální části, za cenné připomínky a podněty poskytnuté během vypracovávání zvoleného tématu. Dále bych chtěla poděkovat Prof. RNDr. Oldřichu Jirsákovi, CSc. Za poskytnutí potřebných informací a odbornou pomoc.

Anotace:

Bakalářská práce se zabývá adhezí nanovláknenných vrstev k podkladovým materiálům. V teoretické části je zpracována rešerše k adhezi a kohezi, jsou zde prostudovány adhezí systémy a různé způsoby jejich nanášení. Dále se zabývám elektrostatickým zvlákňováním, výrobou nosné textilie spun-bond a způsoby testování zkoumaných materiálů. V experimentu je zvlákněna vrstva polyuretanu na různé adhezí systémy o různých plošných hmotnostech. Jsou zkoumány a testovány mechanicko-fyzikální vlastnosti vyrobených zkušebních vzorků.

Anotation:

This thesis deals with the adhesion nanofibres layers to the base materials. In theoretical part is described the adhesion and cohesion are studied the adhesions system and various means landing. Next I deal with the electrospinning, spun-bond textile manufactured and means testing inspect materials. In experiment part is spinning layers polyurethane on the various adhesions systems with various surface weights. The mechanical-physical properties are inspecting and testing on the made samples.

Klíčová slova: adheze, koheze, adheziva, elektrostatické zvlákňování, nanovláknna, technologie Nanospider, technologie spun-bond, měření prodyšnosti, Gardonův test

Key words: adhesion, cohesion, adhesives, electrospinning, nanofibres, technology Nanospider, technology spun-bond, metering permeability, Gardon test



SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

Označení	Jednotky	Význam
Δp	[MPa]	tlakový spád
atd.		a tak dále
č.		číslo
max.		maximum
např.		například
obr.		obrázek
PUR		polyuretan
tab.		Tabulka
tj.		to je
tzn.		to znamená
tzv.		tak zvaný
viz.		imperativ od vidět



OBSAH

1. ÚVOD	9
2. TEORETICKÁ ČÁST BAKALÁŘSKÉ PRÁCE	10
2.1. ADHEZE	10
2.1.1. PŘILNAVOST-ADHEZE	10
2.1.2. SOUDRŽNOST-KOHEZE.....	11
2.2. ADHEZIVA	11
2.2.1. SAMOLEPÍCÍ ADHEZIVA.....	12
2.2.2. PSA VE FORMĚ VODNÉ DISPERZE.....	13
2.2.3. HOT-MELT ADHEZIVA	13
2.3. APLIKACE ADHEZIV	14
2.3.1. ZAŘÍZENÍ PRO NÁTĚR ADHEZIV	14
2.3.2. APLIKACE HOT-MELT ADHEZIV.....	17
2.3.3. OBECNÉ APLIKAČNÍ VLASTNOSTI ADHEZIV.....	18
2.4. ELEKTROSTATICKÉ ZVLÁKŇOVÁNÍ.....	20
2.4.1. PRINCIP ELEKTROSTATICKÉHO ZVLÁKŇOVÁNÍ Z TRYSKY	21
2.4.2. TECHNOLOGIE NANOSPIDER	22
2.5. TECHNOLOGIE SPUN-BOND.....	23
2.6. TESTOVACÍ METODY	24
2.6.1. GARDONŮV TEST.....	24
2.6.2. MĚŘENÍ PRODYŠNOSTI VZDUCHU.....	25
3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST BAKALÁŘSKÉ PRÁCE.....	27
3.1. ADHEZIVA NANESENÁ FIRMOU NORDSON	28
3.1.1. SNÍMKY Z OPTICKÉHO MIKROSKOPU.....	29
3.1.2. TESTOVÁNÍ VZORKŮ	32
3.2. APLIKACE VODNÝCH DISPERZÍ	32
3.2.1. ZAŘÍZENÍ PRO APLIKACI DISPERZÍ	33
3.2.2. PŘÍPRAVA VZORKŮ.....	34
3.2.3. SNÍMKY Z OPTICKÉHO MIKROSKOPU.....	35
3.2.4. OBRAZOVÁ ANALÝZA VZORKŮ.....	38
3.2.5. TESTOVÁNÍ VZORKŮ	39
4. DISKUSE VÝSLEDKŮ	43
4.1. ADHEZIVA NANESENÁ FIRMOU NORDSON	43
4.2. VODNÉ DISPERZE	43
5. ZÁVĚR	45



6. SEZNAM LITERATURY	46
7. SEZNAM PŘÍLOH.....	48

1. ÚVOD

Nanotechnologie je rozvíjející se obor výzkumu a vývoje zaměřený na řízení struktury materiálů v nanorozměrech, tedy pracující na úrovni atomů a molekul, využívání této struktury a vlastností nanočástic v materiálech je převratnou a moderní technologií, využitelnou ve veliké škále oborů a odvětví lidské činnosti.[7]

Jednou z oblastí nanotechnologií jsou i nanovláknenné materiály. Vzhledem k průměru nanovláken a tudíž k jejich velkému měrnému povrchu lze nanovláknenné vrstvy využívat v mnoha oblastech jako speciální materiály. Příkladem jsou speciální filtry nebo materiály používané ve tkáňovém inženýrství.

Technologie, díky níž je možné nanovláknenné textilie vyrábět v průmyslovém měřítku se nazývá Nanospider. Tato technologie byla vynalezena na Technické Univerzitě v Liberci. Podstata spočívá v obměněné metodě elektrostatického zvlákňování.[7]

Elektrostatické zvlákňování je založeno na formování roztoku nebo taveniny polymeru ve vlákna působením silného elektrostatického pole. Vzniklá vlákna jsou současně vlivem pole ukládána na podložku, kterou je textilní materiál, pohybující se po povrchu protielektrody.[1]

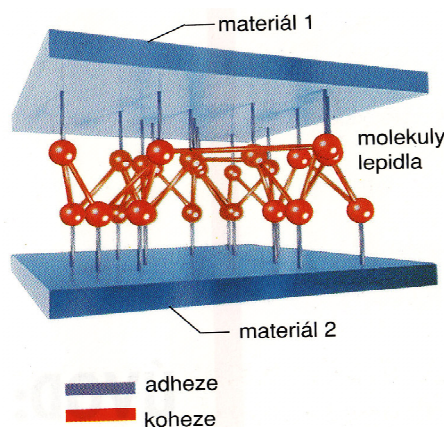
Předmětem bakalářské práce je studium adheze mezi textilním materiálem a nanovláknennou vrstvou, která je při elektrostatickém zvlákňování na tento textilní materiál ukládána. Cílem práce je zvýšit soudržnost těchto dvou vrstev adheziv. V teoretická části jsou uvedeny základní poznatky o adhezi a elektrostatickém zvlákňování, dále jsou uvedeny základní parametry použitých textilních materiálů. Detailněji jsou studovány samolepící systémy a jejich aplikace na zvolené materiály. V další části práce uvádím těž použité testovací metody. V praktické části se budu zabývat aplikací adheziv na zmíněné materiály, testováním a vyhodnocováním vlastností vzorků s různými typy nánosu a adheziv.

2. TEORETICKÁ ČÁST

2.1. Adheze

Adheze je soubor povrchových sil kterými se navzájem poutají částice různých látek. Adhezní vazbu (fyzikálně-chemickou) můžeme vytvořit lepením, klížením, svařováním nebo pojením u netkaných textilií.

Adhezivum je materiál schopný držet při sobě povrchy tuhých látek adhézními a kohézními silami. Koheze je soubor sil, kterými se navzájem poutají částice téže látky. Adherendum je těleso které je drženo u druhého tělesa adhezí [6].



Obr.1.: Adhezní a kohezní síly [12].

2.1.1. Přilnavost – adheze

Přilnavost je síla slepeného spoje na kontaktních površích dvou materiálů. Fyzikální síly přitažlivosti a adsorpce, které jsou dohromady popisovány jako síly Van der Waalsovy, jsou pro lepení nejdůležitější. Vliv těchto mezimolekulárních sil je značně nižší, jestliže se lepidlo nedostane do těsného styku s povrchem lepeného materiálu např. vlivem relativní drsnosti jeho povrchu. Příznivá adheze je závislá na dobré smáčivosti lepeného povrchu tekutým lepidlem. Smáčivost pevného povrchu tekutým lepidlem souvisí s úhlem smáčení, který svírá okraj kapky lepidla se základním materiálem, a tedy s povrchovou energií obou látek.

Protože každý řetěz je jen tak pevný, jak pevný je jeho nejslabší článek, adhezní a kohezní síly v lepeném spoji by měly být přibližně v rovnováze [12].

2.1.2. Soudržnost – koheze

Koheze neboli soudržnost určuje vlastní pevnost lepidla a je spojena s jeho tloušťkou. Tloušťka lepidla mezi adherendy není vždy stejná, lepidlo není namáháno jen na stykových plochách, ale také uvnitř sebe. Velikost koheze udává tzv. kohezní energie, kterou je možno vyjádřit jako energii potřebnou k oddělení částice lepidla od ostatních částic. Skládá se z mezimolekulární přitažlivé Van der Waalsovy síly a síly vzájemného propletení řetězců molekul polymerů mezi sebou [12].

Při vytváření adhezní vazby v průběhu pojení netkaných textilií dochází ke změnám jejich vlastností na základě změn jejich mikrostruktury. Proces vytváření adhezní vazby můžeme rozdělit do pěti fází. V první fázi je adhezivo a adherendum připraveno do vzájemného styku. Technologicky se v této fázi jedná o stříkání pojiva, roztírání pasty a pěny, posypávání práškovými formami pojiva, mísení vláken, vrstvení termoplastických útvarů atd. Druhou fází je smočení povrchu vláken nebo vlákenných útvarů adhezivem. U kapalných typů pojiv k tomu dochází bezprostředně po styku adheziva s adherendem. Třetí nutnou fází k vytvoření pevného spoje je ztužení adheziva (pojiva), ke kterému dochází odpařováním disperzního média, koagulací vlivem změn prostředí, polyreakcí monomerů, nebo ochlazením termoplastických pojiv. V další fázi dochází ke ztužení adheziva a k jeho migraci. Deformace pojeného útvaru během ztužení je poslední, pátou fází [6].

2.2. Adheziva

Lepidla (adheziva) jsou nekovové materiály používané ke spojování různých materiálů, hlavně jejich povrchů, prostřednictvím adheze a koheze.

Adheziva se obecně dělí na termoplastická (heat-sensitive adhesives) a samolepící (pressure-sensitive adhesives). Termoplastická adheziva

vyžadují aplikaci tepla a přtlaku pro vytvoření adhezního spoje. Samolepící adheziva vytvářejí spoj pouhým tlakem za normální teploty [10].

2.2.1. Samolepící adheziva

Adheze a koheze jsou jevy, které mohou být popsány termodynamicky, ale ve skutečnosti nemohou být měřeny přesně. Jak je napsáno v [13], nejdůležitější procesy pojení, je pojení pomocí adheze a pojení tlakově citlivými lepidly (pressure-sensitive adhesives) PSA. Lepidla fungující na adhezním principu přecházejí z tekutého stavu (tj. vytvoření lepeného spoje) do pevného až po slepení. V případě PSA lepidlo vytrvává v tekutém stavu i po vytvoření spoje. Odolnost k odlepení těchto lepidel je mírná a lepený spoj může být oddělen ve většině případů bez porušení laminovaných součástí.

Tlakově citlivá lepidla (PSA) byla široce používána od 19. století na lékařské náplasti a oděvy. Ve 40. letech byla představena hot-meltová lepidla. Tlakově citlivá lepidla jsou adheziva, která většinou tvoří film. Tento film má stálé lepicí účinky. Při jejich použití v mnoha případech nezávisí na substrátech, které chceme spojit [14]. PSA jsou velmi přesně technicky definované a jejich rozdělení je možno najít v literaturách zabývajících se chemií [15,16].

Funkcí PSA je zajistit okamžité přilnutí při působení nízkého tlaku. Hodně aplikací dále vyžaduje, aby mohlo být lepidlo snadno odstraněno z povrchu. PSA mají schopnost dosáhnout okamžité a permanentní adheze povrchů bez aktivace teplem nebo rozpouštědly. Také mají dostatečnou vnitřní pevnost, lepený materiál se neporuší před spojením mezi lepidlem a povrchy. Slepení a rozlepení PSA je proces spojený se změnou energie. Tlakově citlivá lepidla si musí udržet viskózní vlastnosti, aby mohly téct a aby mohly ztratit energii během spojování. Musí být také elastické, tzn. musí vzdorovat snaze tečení. Tlakově citlivá lepidla by měla mít typické visko-elastické vlastnosti, aby mohlo docházet jak ke snadnému procesu spojování tak k procesu rozpojování. Pro splnění výkonu v každém z těchto kroků musí materiály reagovat na deformující sílu předepsaným způsobem.

Polymery použité jako PSA musí splnit také částečně protikladné požadavky. Jejich přilnavost k substrátu musí být dokonalá, ale na druhou stranu při procesu odlepování nesmí na substrátech zůstat žádný zbytek

adheziva. K tomu, aby vyhověla všem těmto požadavkům je nutný kompromis. Obecně musí lepidla a PSA důkladně vytvořit spojitou, měkkou (tekutou) a lepkavou (kaučukovitou) vrstvu. Tedy vlastnosti, které požadujeme od PSA jsou přilnavost k substrátu a dokonalé spojení substrátu. Když tyto vlastnosti popíšeme detailněji pak prvním požadavkem je aby lepidlo rychle přilnulo a druhým je schopnost odolávat přemísťování během odtrhávání [10].

2.2.2. PSA ve formě vodné disperze

Disperze je nejpoužívanější formou chemických pojiv, její hlavní výhodou je vysoká koncentrace pojiva v disperzi (až 55%) při nízké viskozitě. Nízká viskozita je předpokladem snadného transportu k vlákenné vrstvě a mezi vlákna.

Disperze je soustava skládající se z homogenní fáze (např. voda) a rozptýlených částic. Další nutnou složkou disperze je tenzid (povrchově aktivní látka), zajišťující její stabilitu tím, že brání vzájemnému spojování částic. Koagulace je proces rozpadu disperze cestou spojování částic. Tento proces se uměle vyvolává po rozmístění disperze pojiva ve vlákenné vrstvě a vede ke zpevnění pojiva a celé textilie.[1]

2.2.3. Hot-melt adheziva

Hot-melty jsou lepidla na bázi syntetické pryskyřice, jsou netoxická, bez jakýchkoliv rozpouštědel. Pro výrobu hot-meltů se používá velké množství polymerů (např. polyamid, polyester, polyethylen). V pokojové teplotě jsou hot-melty v pevném stavu, aplikují se roztavené při zvýšených teplotách, během tuhnutí se spojují se substráty, následuje chlazení.

Nová generace hot-melt lepidel jsou například hot-melt PUR jejich aktivní základ tvoří polyuretan, tyto lepidla mají zvláštní schopnost znovu se aktivovat s vlhkostí. Hlavní výhodou těchto produktů je jejich vysoká odolnost proti stárnutí, okamžitá vysoká soudržnost, odolnost proti vodě a také snadné přichycení na obtížné substráty.

Hot-melty se taví v teplotách mezi 130° 190°C, Tyto produkty mají široké využití, například v hygieně, balícím průmyslu, textilním průmyslu nebo při výrobě filtrů [29].

2.3. Aplikace adheziv

Lamináty jsou kompozitní struktura získaná kompletací dvou nebo více materiálů za pomoci pojiva. Různé způsoby laminování zahrnují mokrou nebo suchou laminaci. Laminování se skládá ze dvou kroků. V prvním je adhezivum nanесeno na jednu z laminárních komponent, v druhém dochází ke spojení s druhou komponentou. Laminace s PSA je suchý laminační proces, kdy je adhezivum nanесené na jedné z komponent před setkáním s další laminovací komponentou zasušeno [10].

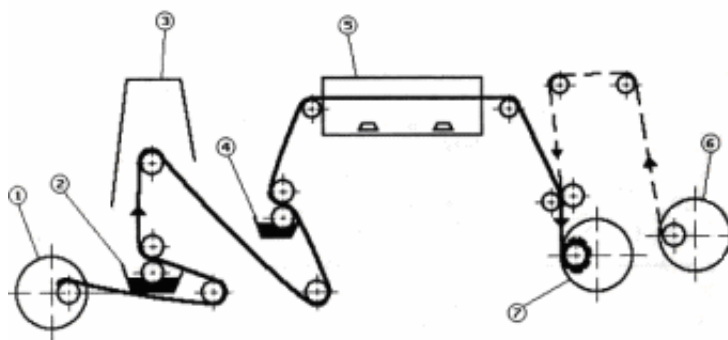
Proces laminace lze také rozdělit na přímý nános adheziva na jednu z lepených komponent a na přenosový nános. To znamená, že adhezivum se nejprve nanese na nějaký substrát (silikonový papír) a následně se přenesе na jednu z komponent [10].

Laminační a nanášecí stroje jsou technicky složité systémy. Na Obr.2. a 3. jsou znázorněny stroje pro nanášení adheziv. Parametry, které musí být při procesu nanášení adheziv kontrolovány jsou sušící teplota, rychlost vzduchu při sušení, napětí provrstvované vrstvy, rychlost nanášecího válce (rychlost aplikace adheziva), tlak mezi přítlačovými válci. V neposlední řadě je potřeba sledovat a regulovat vlhkost okolního prostředí [17,18].

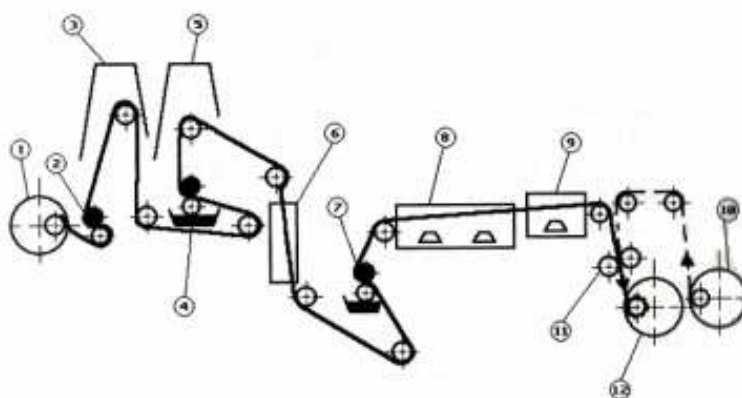
2.3.1. Zařízení pro nátěr adheziv

Na počátku 70 let došlo k bouřlivému rozvoji strojů pro nános adheziv. Objevují se první stroje šíře 2.40 m, výrobní rychlosti se oproti dosavadním strojům zdvojnásobily. Došlo též k vývoji nových způsobů nanášení a to v důsledku vývoje nových lepidel [8].

Rozdílné nanášecí systémy jsou určeny pro různé adheziva (PSA) jak je vidět na obr. 2. a 3.



Obr.2.: Natírací stroj pro základní nátěr lepidla- 1. automatický odvíjecí stojan, 2.základní nátěr, 3. sušící tunel, 4. nátěr PSA, 5.sušící tunel, 6.odvíjecí stojan, 7. převíječka [10].



Obr.3.: Přímý nátěr obou vrstev- 1. automatický odvíjecí stojan, 2. tiskárna, 3. sušící tunel, 4. základní nátěr, 5. sušící tunel, 6. chlazení a zvlhčování, 7. nátěr PSA, 8. sušící tunel, 9. chlazení a zvlhčování, 10. odvíjecí stojan, 11. vrstvení, 12. převíječka [10].

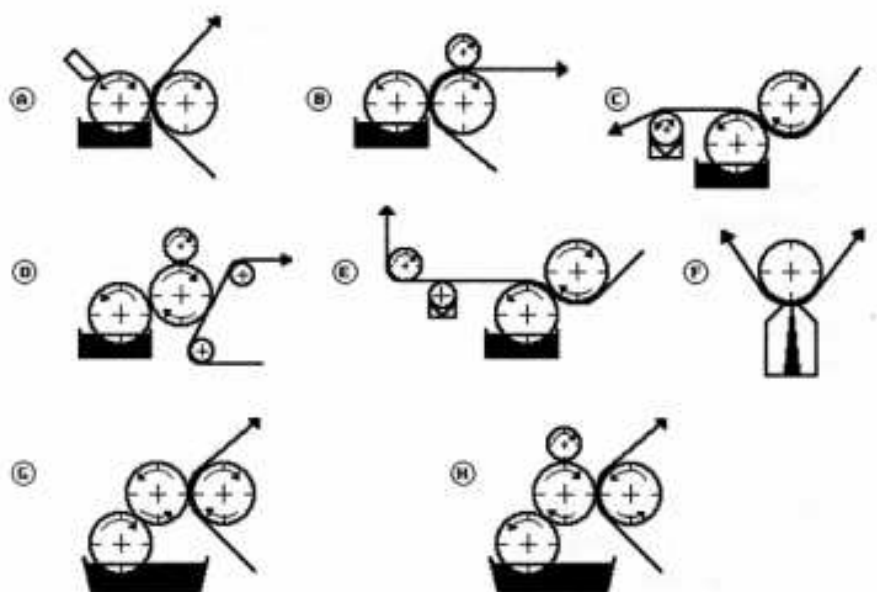
Počet součástí nanášecích strojů je závislý na vlastnostech adheziva. Nanášecí stroj pro rozpuštěná PSA se skládá z těchto částí: automatické odvíjecí zařízení materiálu, který má být povrstven adhezivem, zařízení pro navádění materiálu, zařízení pro kontrolu napětí materiálu, jednotka pro nanášení adheziva, zásobník pro adhezivum, sušící zařízení, zařízení pro kontrolu a zajištění správné vlhkosti a teploty, chlazené válce, odvíjecí zařízení. Následně může být do linky zařazeno zařízení pro laminaci. Nejdůležitější zařízení jsou jednotky pro nanášení adheziva. Typ jednotky nám určí jak bude adhezivum na materiál naneseno [18, 19, 20].

Z teoretického hlediska je přístrojový systém nátěru založený na noži (ostří nebo rakele), rotačním válci, nebo drážkovém razidlu. Možné způsoby nanášení adheziva (Obr.4.) [21]:

- Přímý přenos nožem přes válec
- Přímý přenos pomalým, rotujícím nožem
- Dotykové nanášení- předdávkování nožem nebo přes obrácený válec
- Víceválcové nanášení (v přímém smyslu) -předdávkování v přímém nebo obráceném smyslu
- Nanášení přes obrácený válec- předdávkování nožem přes válec nebo obrácený válec.

Je možné také použít drážkový nátěr pro disperze. Ten se používá v případě lepidel citlivých na vzdušnou vlhkost, nebo když požadujeme nelepivé oblasti [20]. Nátěr přes obrácený válec dovoluje snadno měnit hmotnost nátěru. Pro tento proces je limitována dolní hmotnost nátěru [28]. Může být použit také vzdušný nůž, což je starší systém, jeho význam se za posledních několik let ztratil.

V případě jednoválcového zařízení pro nátěr adheziva válec nabírá lepidlo a vytváří nános. V případě víceválcového zařízení pro nátěr nastává předdávkování adheziva přes další válec, konečné dávkování se provádí přes vzdušný nůž [18]. Zařízení pro nátěr adheziv je velmi mnoho, záleží na požadavcích na výrobek a na typu adheziva [22, 23, 24].



Obr.4.: Možné způsoby zařízení pro nátěr- A. Přímý přenos adheziva nožem přes válec, B. Přímý přenos adheziva přes rotační nůž, C. Přímý přenos adheziva, D. Dotykový přenos adheziva E. Přímý přenos přes vzdušný nůž F. Přímý přenos drážkovým razidlem G. Víceválcové nanášení (přímé) H. Nanášení adheziva přes obrácený válec [10].

2.3.2. Aplikace hot-melt adheziv

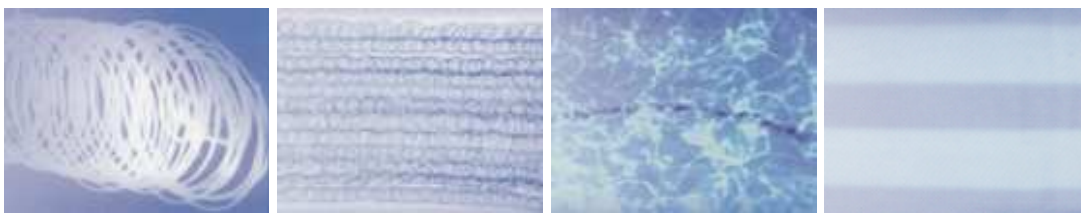
Hot-melty se taví v tavících kotlích ve formě prášku nebo granulí (Obr.5.), kotle jsou určeny až pro 200 litrů taveniny. Povrchy kotle, které jsou v kontaktu s roztaveným adhezivem jsou pokryty teflonem. Adhezivum je z těchto kotlů odebíráno přes filtrační vložky zubovými čerpadly, množství čerpadel závisí na jejich velikosti a na množství rozstřikovacích hlavic stroje. Tavící kotle mají ruční seřizovač teploty, signalizaci nízké nebo vysoké teploty, ta využívá teplotní senzory vyrobené ze železa, mědi nebo niklu.



Obr.5.: Hot-melty ve formě granulátu a prášku [31].

Dalším zařízením nanášecího stroje je zásobovací jednotka. Její zásobovací nádrže mají objem 6, 12, 24 a 100 litrů a jsou pokryty teflonem. Nádrží proteče až 80 kg/h taveniny. Systémy 24 litrů a více mohou mít až čtyři zubová čerpadla.

Speciální ohřívanou hadicí jsou hot-melty přiváděny do aplikátorů, těmi to aplikátory mohou být multilinkové aplikátory nebo samostatné rozstřikovací hlavy (dle budoucího použití vyráběného materiálu). Aplikátory mají teplotní rozsah 20-210°C, jsou to jednotky z dlouhou životností vyrobené z vysokopevnostní oceli. Podstatou této bezkontaktní technologie nanášení je aplikace adheziva v podobě hot-meltů na textilii, pomocí aplikátoru kterým je rozstřikovací hlava s tryskami. Tento aplikátor poskytuje výjimečnou kontrolu nad adhezivem, umožňuje regulovat plošnou hmotnost nánosu, vzor nánosu a minimalizuje odpad lepidla. Pro různé metody a vzory nanášení (Obr.6. a 7.) lze v aplikátoru měnit trysky [30].



Obr.6.: Různé vzory nanesených adheziv [32].



Obr.7.: Různé způsoby nanášení hot-melt adheziva[33].

2.3.3.Obecné aplikační vlastnosti adheziv

Tak jako v případě mnoha výrobků, byl také pro PSA vyvinut široký okruh zkušebních metod. Řada organizací jako FINAT, AFERA, PSTC, a TLMI má ustanovené zkušební metody které jsou široce užívané v průmyslu. Tyto metody poskytují dobré základy pro vyhodnocení lepidel ale pro modifikace nebo dodatečné zkoušky je požadované různé testování materiálů pro konkrétní použití. Proto, hlavní výrobci PSA a zušlechťovači vyvinuly vlastní metody. Pro výrobce štítků jsou velmi důležité vlastnosti roztoku lepidla, jeho chování v nátěru a pracovní charakteristiky PSA [10].

➤ Vyhodnocení vlastností kapalného lepidla

PSA jsou natíraná v kapalném stavu (např. jako disperze, roztok, nebo jako roztavené lepidlo). Proto se provádí vyhodnocení začáteční přilnavosti lepidla zkouškou charakteristickou pro kapalná PSA. Jedná se o testování tokových vlastností. Tokové vlastnosti se liší pro PSA na bázi rozpouštědla (stabilní soustavy), PSA na vodné bázi a hot-melt PSA (vysoce viskózní, teplotně citlivé systémy). Vlastnosti tekutého adheziva při testování ovlivňuje obsah sušiny, viskozita a obsah volného monomeru [25]. Později jsou testovány vlastnosti usušeného PSA nátěru a to soudržnost s materiálem na který je PSA nanášeno, pevnost spoje vytvořeného mezi dvěma materiály, plastičnost, srážení nebo rozměrová stabilita, stárnutí adheziva, teplotní odpor, odlup a stárnutí na substrátu [10].

➤ **Hot-Melt PSA**

Nejdůležitější zpracovací parametr hot-meltů je jejich viskozita, ta se testuje běžnými metodami. Důležitá je také jejich časová a teplotní závislost (stárnutí). Hot-melty se taví na požadovanou viskozitu při teplotě 140- 200°C. Měření viskozity probíhá pomocí Brookfieldova viskozimetru (spindle LVF 4) [26]. Díky rozvoji v měřících technikách se používají konické a měřící talíře, které umožňují rychlejší určování viskozity.

➤ **PSA na bázi rozpouštědla**

Vlastnosti těchto PSA závisí na jejich viskozitě a obsahu sušiny. Nátěrová zařízení těchto PSA jsou určena pro danou viskozitu, hmotnost nátěru po zaschnutí závisí na obsahu sušiny. Obsah sušiny a viskozita by měly být měřeny pro daná složení. Kvůli neideálnímu tokovému chování rozpuštěných lepidel (disperzí) by mělo být provedeno měření viskozity v různých rychlostech toku. Nejběžnější průmyslová metoda k měření viskozity je cup-flow metoda kde je jednobodové měření viskozity (doba toku versus pohárový vstupní otvor) [10].

➤ **Vodné roztoky PSA**

Testované vlastnosti vodných disperzí [27] zahrnují viskozitu a její stabilitu v čase, jejich ředivost, obsah sušiny, a teplotní stabilitu. Vzhledem k zpracovacím vlastnostem je několik požadavků na tyto PSA a to nepřítomnost pění, samovolné zasychání na nanášecích válcích, smáčivost, mechanická stabilita při mechanickém namáhání a zapáchavost. Kapalně vlastnosti vodných roztoků PSA jsou rozhodující pro jejich zpracovatelnost. Vodné disperze jsou citlivé systémy na mechanické vlivy během skladování, operace nátěru mohou způsobit tvoření nežádoucích útvarů nebo pěny, proto je důležitá zkouška mechanické stability. Důležitou roli hraje též povrchové napětí. Hustota a velikost rozptýlených částic může ovlivňovat stabilitu roztoku, vlastnosti nátěru a také koagulaci roztoku. Vlastnosti pěny určí zpracovací rychlost a kvalitu vzhledu nátěru. Velikost částice a distribuci velikých částic ovlivňuje povrchové napětí, viskozita, mechanická stabilita a jejich rozptyl. Mechanická stabilita ovlivňuje viskozitu, viskozita a napětí ovlivňuje nátěr. Jak již bylo napsáno, důležitou vlastností

vodných PSA je jejich smáčivost, ta hraje důležitou roli při volbě nanášecího zařízení (pro jeho geometrii), také ve vzhledu výsledného vzoru, který vytvoří nanesené PSA na substrátu [10].

2.4. Elektrostatické zvlákňování

Elektrostatické zvlákňování je způsob přípravy ultra jemných vláken z polymerního roztoku, nebo polymerní taveniny pomocí elektrostatických sil. Častěji jsou zvlákňovány polymery ve formě roztoku, protože vyšší viskozita polymerních tavenin nedovoluje utváření jemnějších vláken. Touto metodou byly již zvlákňovány různé druhy přírodních i syntetických polymerů [9].

Rozložení materiálu v ploše je rovnoměrné. Vysvětluje se to elektrickým nábojem na vláknech ve vznikající vrstvě. Vlákná pohybující se v elektrickém poli mají stejný náboj a jsou tedy převážně směřována do míst s nižší koncentrací hmoty.

V procesu vznikají velmi jemná vlákna o průměru 50-500 nm při použití polymerních roztoků a 1-20 mikronů při zvlákňování z taveniny, plošná hmotnost je 0,05 – 5 g/m². Průměr závisí na rozdílu potenciálů mezi elektrodami, na vzdálenosti mezi elektrodami, na průměru válečků, na viskozitě a povrchovém napětí materiálu.

Pod běžnými mikroskopy nejsou tato vlákna viditelná, jejich průměr je menší než vlnová délka světla, lze je vidět a fotografovat pouze pod elektronovým mikroskopem. Mezi významné vlastnosti nanovláken patří obrovský měrný povrch, vysoká pórovitost a malé velikosti pórů, mají vynikající mechanické vlastnosti v poměru k jejich váze.

Nanovlákná jsou nerovnoměrná vzhledem k průměru, tvaru průřezu a stupni vydloužení, který je obecně nízký. Z toho vyplývá velmi nízká mechanická soudržnost výrobků, které se proto nejčastěji vytvářejí a používají vrstvené s nosnými a krycími materiály [1].

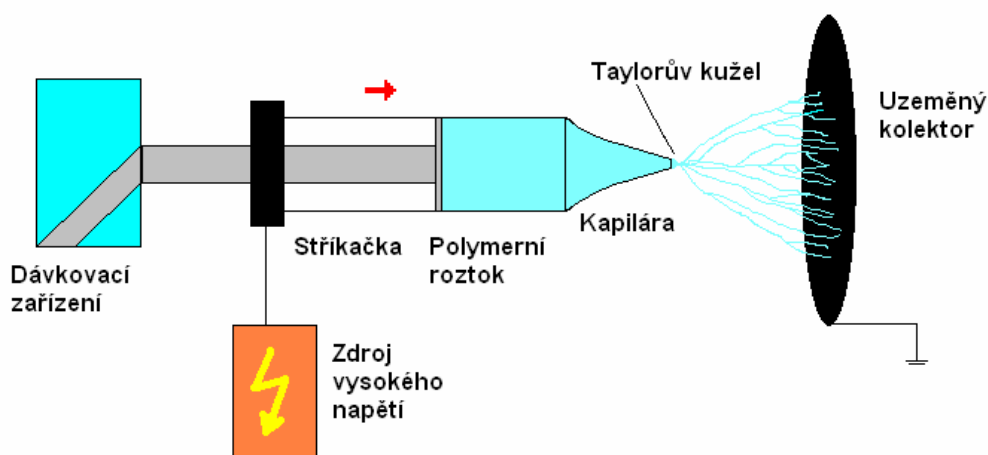
Využití textilních nanomateriálů je velmi rozsáhlé uplatnění nacházejí v mnoha oblastech. V textilním průmyslu se z nanovláken vyrábějí nemačkávé, hydrofobní a nešpinící se tkaniny. Ve zdravotnictví se využívají jako cílená doprava léčiv, náhrada tkání, umělé klouby a chlopně, ochranné

roušky. Prospěšné jsou také v ekologii, například při odstraňování nečistot v životním prostředí. Výjimečné vlastnosti nanovláken můžeme využít také v chemickém, optickém, kosmickém nebo v automobilovém průmyslu [11].

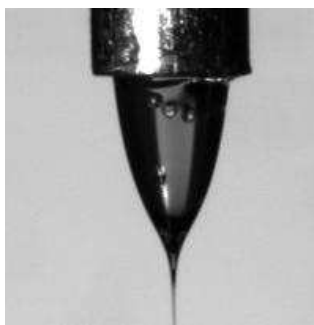
2.4.1. Princip elektrostatického zvlákňování pomocí trysky

V procesu elektrostatického zvlákňování se využívá elektrostatického pole. Toto pole je tvořeno napětím mezi elektrodami, z nichž jedna je v našem případě v podobě trysky (můžeme použít také jehlu od injekční stříkačky) a druhá v podobě disku, který je postavený proti vrcholu trysky. Tato druhá elektroda je nazývána kolektorem. Tryskou je vytlačován polymerní roztok. Jelikož je vrchol trysky nabitý, dochází k přenosu náboje do roztoku polymeru.

Na polymerní roztok ve vrcholu trysky, působí síly. Tyto síly způsobí energické vytažení hmoty roztoku směrem ke kolektoru. Dojde k vytvoření tzv. Taylorova kužele (Obr.8.), což je mikroskopický prostorový útvar, který svým tvarem opravdu připomíná kužel (Obr.9.). Vytažené vlákno se během cesty ke kolektoru dlouží a štěpí, dochází tak k obrovskému nárůstu povrchu a odchodu rozpouštědel. Při vhodném uspořádání trysky a kolektoru a správné volbě rozpouštědel dopadají na kolektor suchá nanovlákná [8].



Obr.8.: Schéma elektrostatického zvlákňování pomocí trysky.



Obr.9.: Taylorův kužel [8].

2.4.2. Technologie Nanospider

Nanospider je technologie vyvinutá na Technické Univerzitě v Liberci, která umožňuje výrobu nanovláknenných textilií v průmyslovém měřítku. Tato technologie je založena na objevu, že je možné vytvořit Taylorův kužel a následný proud hmoty nejen z vrcholu kapiláry, ale také z tenké vrstvy roztoku polymeru.

Nanospider tedy pro tvorbu vláken nepoužívá žádných trysek ani kapilár, ale válec částečně ponořený do roztoku polymeru. Tento válec se otáčí kolem své osy a přitom se na jeho povrchu vytváří tenký film roztoku polymeru. V horní úvratí rotačního pohybu válce, což je současně místo s nejnižší vzdáleností od kolektoru (protielektrody), se v důsledku maximální síly elektrického pole začnou vytvářet mnohačetná ohniska Taylorových kuželů, která následně vyústí v proces zvlákňování (Obr.10.).

Taylorovy kužele a následné proudy hmoty jsou hustě vedle sebe na horní části válce. Tím je dosaženo vysoké výrobní kapacity zvlákňovací hlavy Nanospideru. Proud roztoku polymeru jsou těsně před tím než dopadnou na kolektor zbaveny rozpouštědla a stávají se pevnými nanovláknem [8].



Obr.10.: Ohniska Taylorových kuželů (hlava Nanospideru) [8].

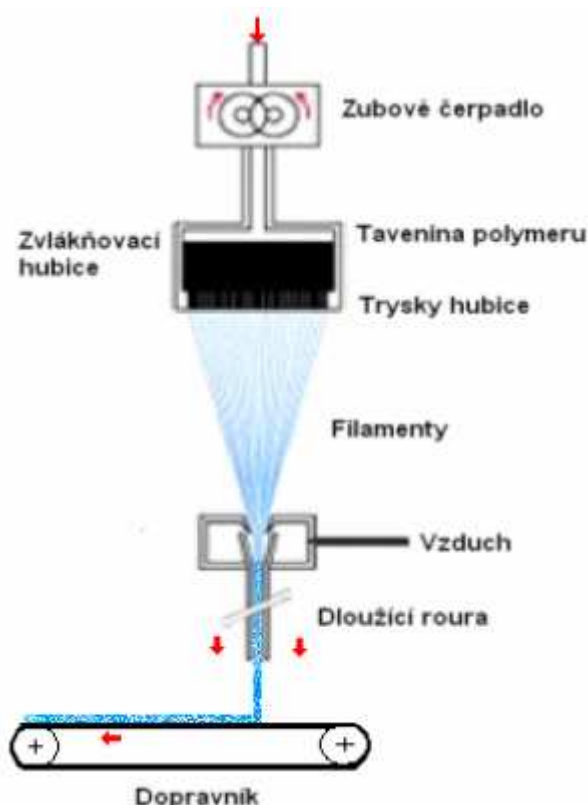
2.5. Technologie spun-bond

Pro výrobu nanovláken se používá nosná textilie. Jednou z těchto nosných textilií může být i materiál vyrobený technologií spun-bond. Podstata výroby netkané textilie technologií spun-bond spočívá v přímém zvlákňování polymerních granulátů na nekonečná vlákna (filamenty), která následně vytváří plošnou netkanou textilií. Odpadá tak pro ostatní textilní útvary charakteristická prvotní výroba vláken a jejich pozdější přeměna na plošný útvar. K výrobě tohoto typu netkaných textilií se používá převážně polypropylen (mono vlákna), polyester, nebo například kombinace polypropylenů a polyethylenů (bikomponentní vlákna) [5].

Proces výroby textilií postupem spun-bond lze dělit do několika fází a to na tavení polymeru předkládaného ve formě granulátu, zvlákňování pomocí zvlákňovacích trysek, odtah vláken od hubice, případně dloužení, rozkládání filamentů na plochu pohybujícího se dopravníku a zpevnění vlákenné vrstvy, poslední fází je ořezávání okrajů a navíjení.

Pod tryskami se vlákna mohou odtahovat několika způsoby a to gravitační silou, vzduchovou odtahovací tryskou nebo galetami s případným dloužením.

Vychlazená, případně vydloužená vlákna je nutno rozložit rovnoměrně na plochu pohybujícího se dopravníku na němž tak vzniká vlákenná vrstva. To se může uskutečnit přímým ukládáním vláken z dostatečně široké zvlákňovací trysky, elektrickým nabitím vláken ve vzduchové odtahovací trysce, které způsobuje vzájemné odtahování jednotlivých fibril, rozmítání svazku vláken pod odtahovací vzduchovou tryskou, výkyvným pohybem odtahovací vzduchové trysky, odtahem a ukládáním v celé šíři [1].



Obr.11.: Technologie Spun-bond.

Vytvořené vlákenné vrstvy se dále mohou zpevnit vzájemným slepením neúplně vychlazených nedloužených vláken, chemickým nebo tepelným pojením, vpichováním a dalšími postupy zpevňování vrstev [1].

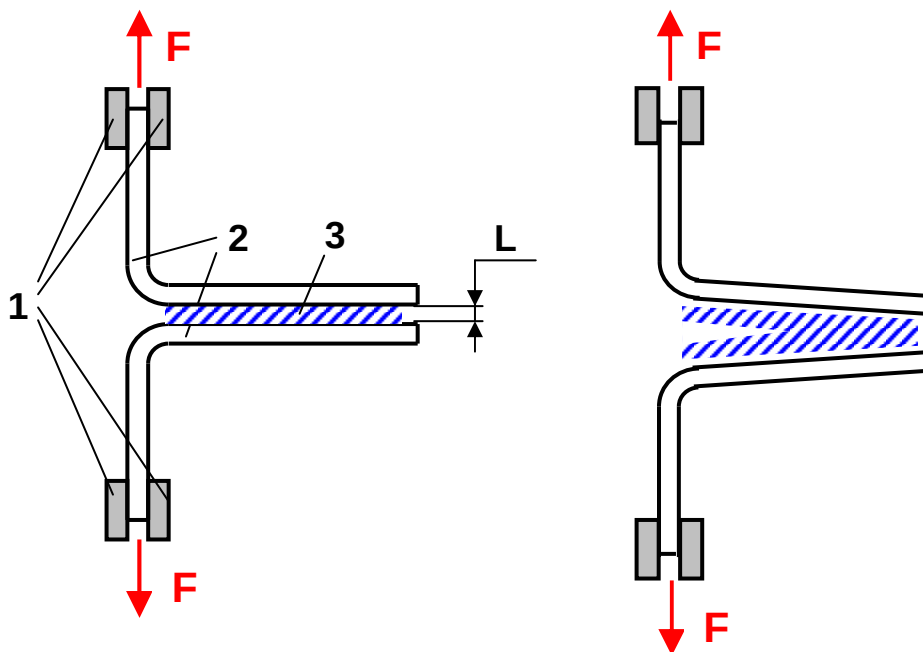
Základními vlastnostmi těchto textilií je vysoká konečná pevnost textilního útvaru zapříčiněná vysokou pevností nekonečných vláken (filamentů). Rovnoměrné rozložení vláken v plošné textilii, určující charakteristické hodnoty vlastností, které jsou v podélném a příčném směru v poměru cca 2:1. Rozsah plošných hmotností spun-bond textilií je pro: mono 10 - 100 g/m², biko 12 - 80 g/m². Charakteristická je také jemnost jednotlivých filamentů v rozmezí 0,1 – 0,4 tex [5].

2.6. Testovací metody

2.6.2. Gardonův test (Obr.12.)

V tomto testu se měří síla potřebná k porušení adhezního spoje mezi dvěma proužky textilie určité šířky. Výsledkem testu je i vizuální kontrola

pojených povrchů. Hodnotí se přitom, v jakém prostředí dochází k porušení, zda se kohezně porušuje textil či adhezivum, nebo zda se porušuje přímo adhezní vazba mezi pojivem a textilem. Bylo zjištěno, že k dosažení pevného spoje stačí pouze tenká mezivrstva adheziva [6].



Obr.12.: Znáznornění Gardonova testu: 1 - vložky do čelistí trhacího stroje, 2 - proužky textilií, 3 - adhezivo (lepidlo), L - šířka adheziva, F - síla.

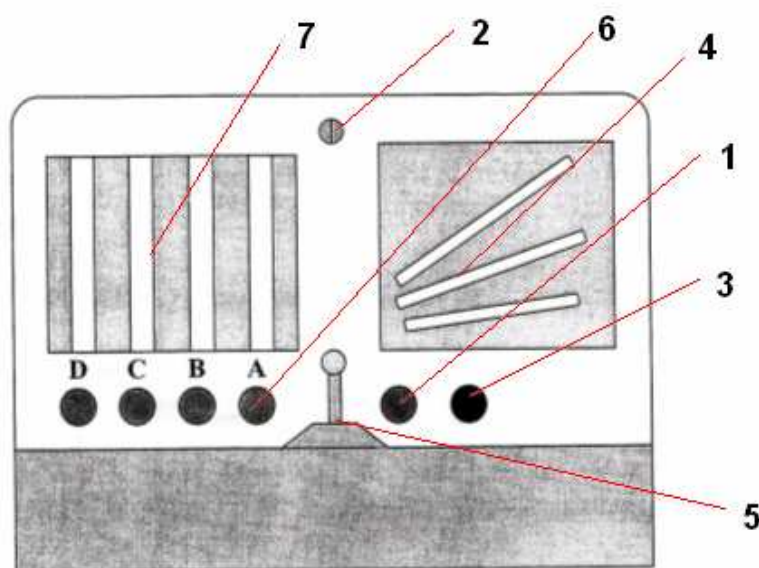
2.6.3. Měření prodyšnosti

Prostup vzduchu, jinak též zvaná prodyšnost je vlastnost, která ovlivňuje fyziologický komfort textilií zásadním způsobem. Se vzduchem textilií prostupuje také vlhkost a teplo. Hnací silou prostupu vzduchu je tlakový spád, což je rozdíl tlaků před a za textilií. Tlak před textilií je větší, než tlak za textilií.

Přístroj pro měření prostupu vzduchu (prodyšnosti) se skládá z ventilátoru, který odsává vzduch z čelisti, ve které je upnut vzorek textilie. Čelist má kruhový charakter o definované ploše. Množství nasávaného vzduchu při nastaveném tlakovém spádu Δp je měřeno tzv. rotametrem, což je trubice o přesně stanovené světlosti (vnitřním průměru), ve které je umístěn plováček. Podle výše plováčku v trubici se stanoví množství vzduchu, které prošlo textilií [2].

Přístroj maďarské výroby Metefem FF-12/A (Obr.13.) je určený pro měření prodyšnosti oděvních textilních materiálů (tkanin i pletenin),

technických textilií, ale i impregnací upravených textilních materiálů. Mimo to může být testována také účinnost faktorů, které mají vliv na prodyšnost měřené textilie např. kvalita suroviny, stavba nitě a textilie způsob úprav atd. U tohoto přístroje je měřená textilie umístěna na otvor sací hlavy, shora je svírána pákou zakončenou kruhovým otvorem. Tato páka je proti textilii sevřena pružinou připevněnou ve vnitřním plášti přístroje. Pro zlepšení utěsnění je horní svěrací plocha opatřena gumovým těsněním. Požadovaný spád je nastaven manometrem, průtok vzduchu odečítán na stupnici plovákového průtokoměru [3].



Obr.13.: Metefem FF-12/A: 1.vzduchový ventil, 2.vypínač, 3.nulovací kolečko, 4.trubice pro měření tlakového spádu, 5.páka pro upevnění vzorku, 6.ventily otevírající průtokoměry, 7.průtokoměry [3].

3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

V experimentální části bakalářské práce se zabývám možnostmi zvýšení adheze nanovlákných vrstev k podkladovým materiálům. V některých kombinacích podkladových vrstev a nanovlákných materiálů je adheze velmi malá (Obr.14.) a pro další zpracování je tedy takto vyrobený materiál nevhodný.

Zaměřila jsem se na samolepicí systémy, protože vytvářejí spoj pouhým tlakem za normální teploty, jsou účinnější z hlediska spojování různých typů podkladů tak jak bylo uvedeno výše.

Snažila se hledat vhodný a zároveň účinný způsob nanášení, který by kontinuálně spolupracoval s Nanospiderem. V kontinuálním procesu odpadá složitý transport podkladového materiálu s adhezním systémem, který je zajištěný antiadhezivní vrstvou.

Dalším, neméně důležitým požadavkem je možnost zachování vysoké prodyšnosti, propustnosti s ohledem na aplikace. Také možnost vzorového nanášení adheziva zajišťující maximální využití adheziva k dosažení vysoké soudržnosti vrstev a v neposlední řadě také chemická, tepelná odolnost a přijatelná cena.

V experimentu bylo naneseno samolepicí adhezivum na spun-bond textilií v různých plošných hmotnostech. Na tento materiál byla nanesena nanovlákná vrstva Polyuretanu, protože právě textilní nanovrstva Polyuretanu má velmi malou soudržnost s podkladovým materiálem.

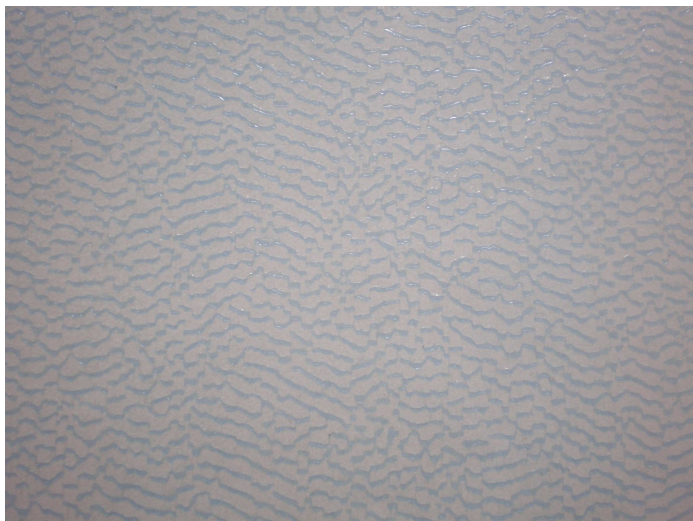
Takto připravený materiál byl zkoušen v testech simulujících průmyslové zatěžování. Materiál byl podroben cyklickému namáhání na trhacím stroji LabTest 4.050, v případech kdy při cyklickém namáhání došlo k oddělení vrstev, byl proveden Gardonův test. Dále byla měřena prodyšnost materiálu a to na přístroji METEFEM FF-12/A.



Obr.14.: Nanovláknenná vrstva Polyuretanu na spun bondovém podkladu bez nánosu adheziva.

3.1. Adheziva nanesená firmou Nordson

Pro experiment byla oslovena firma Nordson nabízející širokou škálu aplikátorů tavných lepidel pro kontinuální nános a různé typy vzorových nánosů. Vybrán byl typ nánosu označený jako "signature" (Obr.15.). Tento typ nánosu nepokrývá celou plochu a zachovává tak prodyšnost vzniklého útvaru.



Obr.15.: Vzorový nános "signature".

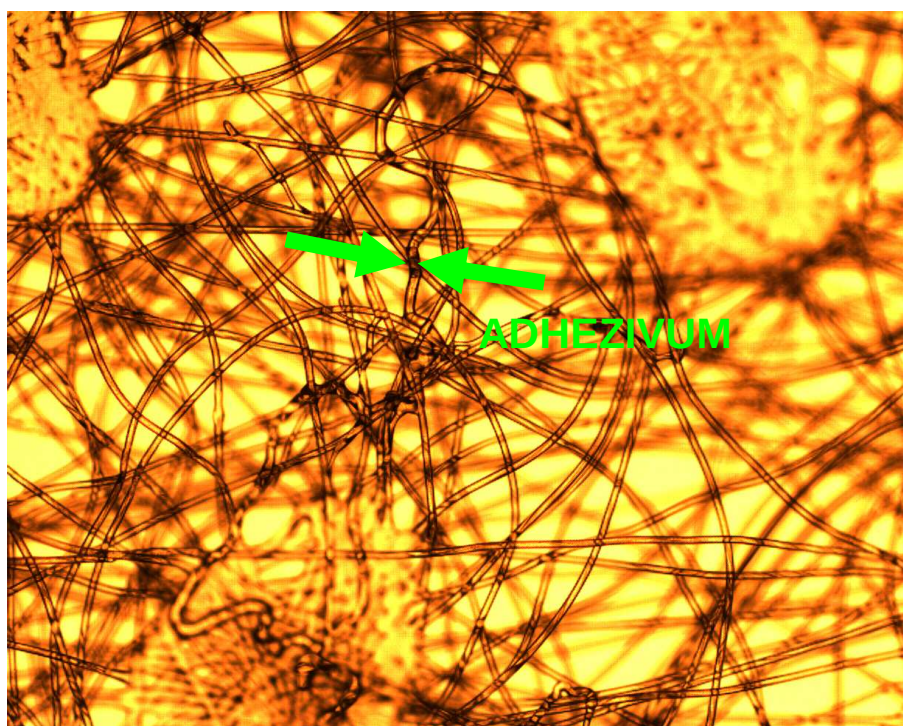
Po dohodě s firmou Nordson byly vytvořeny čtyři vzorky s různými plošnými hmotnostmi adheziva a to: $0,8 \text{ g/ m}^2$; $1,5 \text{ g/ m}^2$; $2,5 \text{ g/ m}^2$; $2,5 \text{ g/ m}^2$ a 5 g/ m^2 . Adhezivum bylo nanášeno na antistaticky upravený spun-bond o plošné hmotnosti 20 g/ m^2 firmy Paegas vzorovým postupem "signature", jak

bylo uvedeno výše. Jednotlivé vzorky spun-bond materiálu s různými hmotnostmi nánosu adheziva byly pozorovány a snímány optickým mikroskopem.

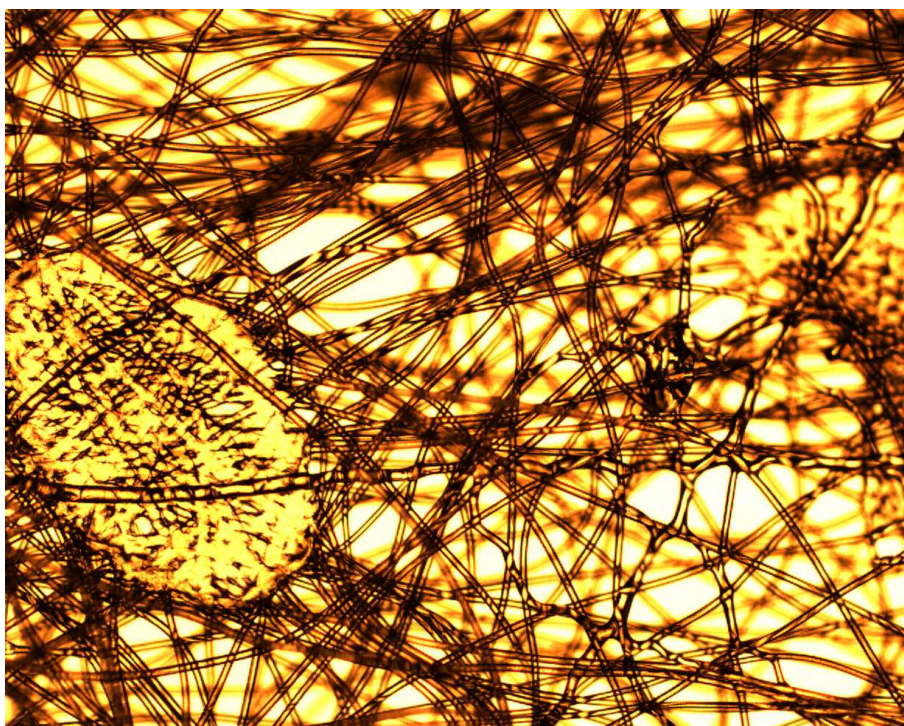
3.1.1. Snímky z optického mikroskopu

Na snímcích z optického mikroskopu vidíme jak je adhezivum rozprostřené na ploše spun-bond textilie. Je také viditelné že čím větší je plošná hmotnost nánosu, tím vznikají větší shluky adheziva mezi vlákny spun-bondu. Tento rozdíl je nejvíce viditelný porovnáme-li vzorek s plošnou hmotností $0,8 \text{ g/m}^2$ a 5 g/m^2 (další obrázky z mikroskopu viz. příloha).

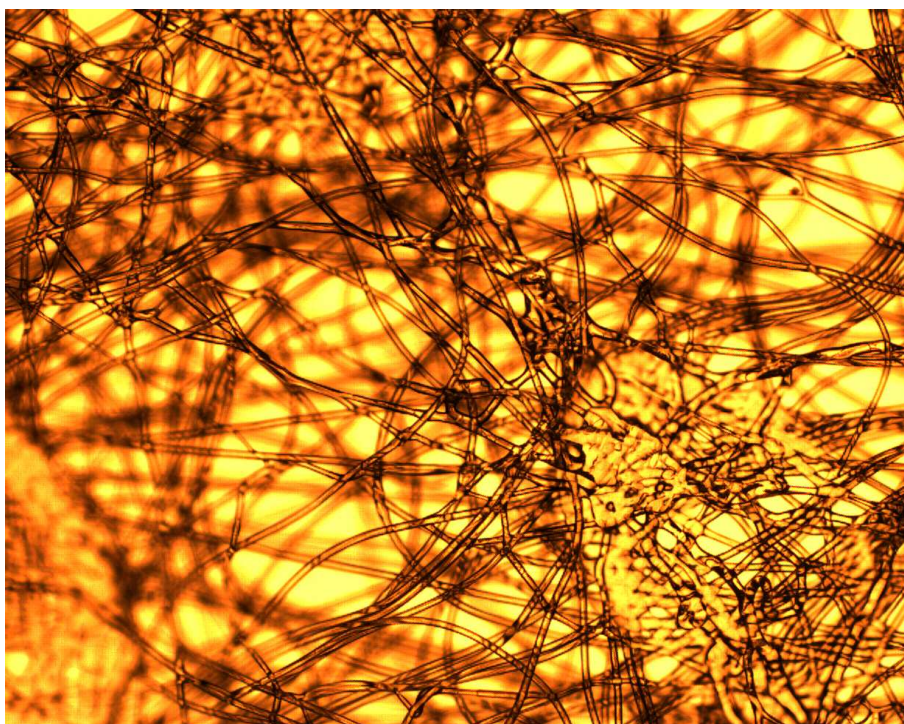
Jestliže porovnáme nános na silikonový papír Obr.15. a nános na textilií, je též vidět patrný rozdíl. V případě papíru viz Obr.15. vidíme, že nános je tzv. linkách (podpisový vzor) a tyto linky jsou souvislé. V případě nánosu na textilií dochází k rozpadu pojiva (adheziva) mezi jednotlivá vlákna, které jsou buď na svém povrchu pokryté právě pojivem ($0,8\text{g/m}^2$ Obr.16.) a nebo se mezi vlákna vytvářejí shluky adheziva (pojiva) (5 g/m^2) a tudíž nános není tak souvislý jako v případě papíru. (na Obr.16. a 19. je pojivo vyznačeno šipkami).



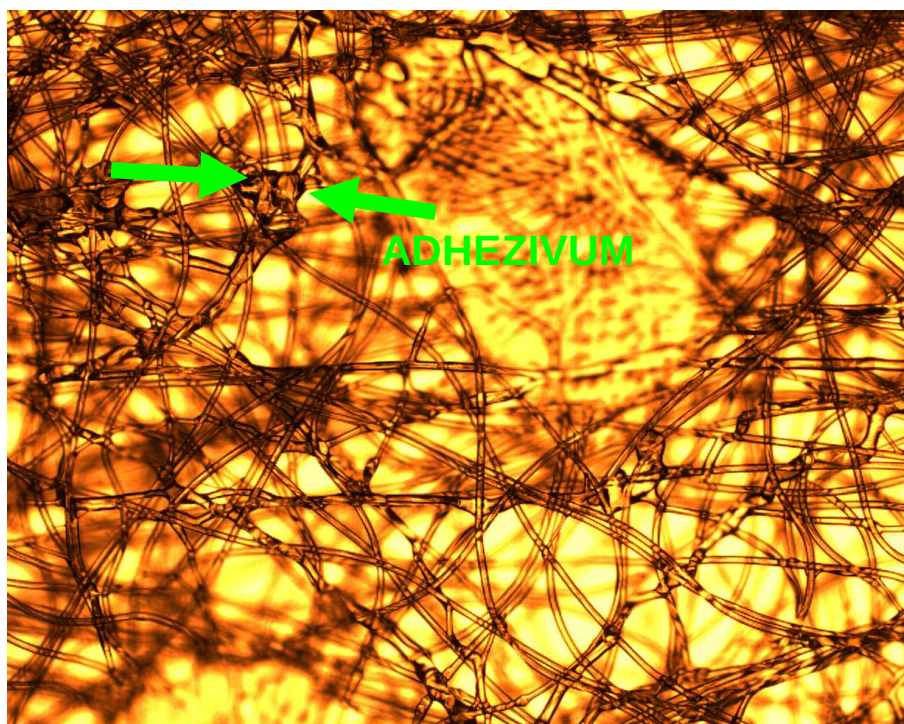
Obr.16.: Vzorek s plošnou hmotností $0,8 \text{ g/m}^2$ - zvětšení 5x.



Obr.17.: Vzorek s plošnou hmotností $1,5 \text{ g/m}^2$ - zvětšení 5x.



Obr.18.: Vzorek s plošnou hmotností $2,5 \text{ g/m}^2$ - zvětšení 5x.



Obr.19.: Vzorek s gramáží 5 g/m² -zvětšení 5x.

3.1.2. Testování vzorků

V dalším postupu jsme na jednotlivé vzorky nanесли nanovláknennou vrstvu polyuretanu pomocí laboratorního zařízení Nanospider. Při nanášení došlo k tomu, že pevnost adhezního spoje je větší než pevnost nanovrstev, proto není možné vzorky vyhodnocovat podle Gardonova testu. Je tedy nutné zaměřit se na další způsoby testování kvality těchto vrstev např. měření prodyšnosti, cyklické namáhání na trhače.

Při cyklickém namáhání vzorků materiálu na trhacím stroji, byly jednotlivé materiály namáhány postupně zvyšujícím se počtem cyklů (max. 100) při protažení 35% (při 40% již dochází k poškození vzorků) a ani při tomto zatížení se vrstvy spun-bondu a nanovláken ani u jednoho vzorku neoddělily.

Dále bylo na těchto vzorcích provedeno měření prodyšnosti dle normy Edana 140.1-81 (viz přílohy), průměrné hodnoty z tohoto měření jsou zaznamenány v tabulce 1. Pro srovnání bylo také provedeno měření prodyšnosti spun-bond textilie s nánosem nanovláken bez adheziva.

Tab.1.: Hodnoty z měření prodyšnosti.

Číslo vzorku	Množství naneseného adheziva [g/m ²]	Prodyšnost [m ² .s ⁻¹]
1.	0,8	18,300
2.	1,5	18,520
3.	2,5	18,246
4.	5,0	15,372
5.	----	19,540

3.2. Aplikace vodných disperzí

Cena a nedostupnost aplikátorů firmy Nordson byly podnětem k návrhu aplikačního zařízení vodných disperzí, které bylo zkonstruováno na katedře netkaných textilií (Obr.20.) a vycházelo z poznatků uvedených v teoretické části práce.

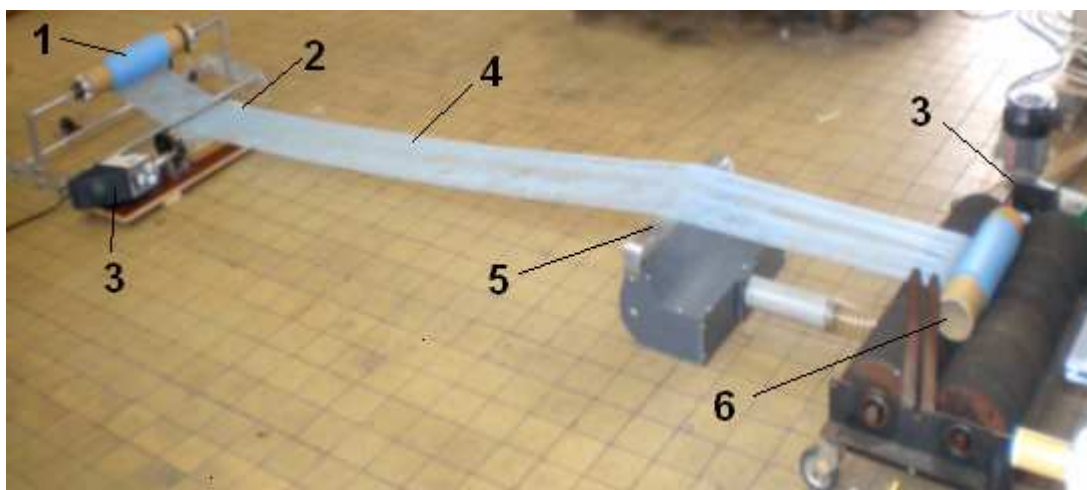
Tímto zařízením byla na spun-bond textilií aplikována polyvinylacetátová vodná disperze Duvilax KA-4+. Tato disperze je netoxická, nehořlavá, zdravotně a hygienicky nezávadná a biologicky odbouratelná. Na jakémkoliv povrchu dokáže vytvořit samolepící, velmi tenký průsvitný film. Výhodou Duvilaxu KA-4+ je možnost jeho ředění a umývání vodou ještě před zaschnutím, přičemž jeho film je po vyschnutí ve vodě prakticky nerozpustný [34].

Je doporučeno toto lepidlo aplikovat buď přímo na povrch materiálu, k čemuž jsem se z časových a praktických důvodů rozhodla i v tomto experimentu, Může se také nastříkat na separační folii, nechat vyschnout a následně přilepit na povrch materiálu.

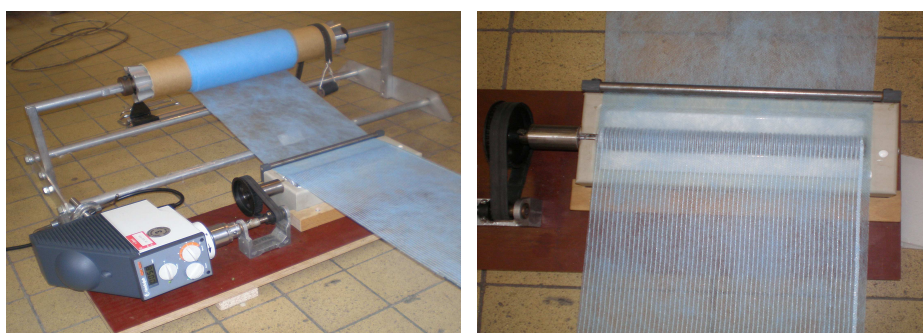
3.2.1. Zařízení pro aplikaci disperzí

Zařízení se skládá z odvíjecího válce z něhož je odvíjena spun-bond textilie. Tato textilie je dále vedena přes rýhovaný váleček (aplikátor), který je částečně ponořen do vodné disperze a adhezivem na textilií vytváří svislé linky (vzor). Váleček je samostatně poháněn elektromotorem, otáčky tohoto válečku můžeme měnit, čímž zvětšíme nebo zmenšíme výslednou plošnou hmotnost naneseného adheziva. Toto se dá regulovat také rychlostí odtahu textilie. V další části je textilie vedena přes sušící pole, v němž je teplota

50°C, následuje navíjení textilie s usušeným adhezivem. Takto navinutá textilie je připravená pro elektrostatické zvlákňování.



Obr.20.: Zařízení pro aplikaci vodných disperzí: 1.odvíjecí válec, 2.aplikátor (rýhovaný váleček) ponořený v disperzi, 3.elektromotor, 4.spun-bond textilie, 5. sušící pole, 6. navíjení textilie.



Obr.21.: Aplikátor.

3.2.2. Příprava vzorků

V aplikátoru byla použita 50% vodná polyvinylacetátová disperze DUVILAX KA-4+, po odpaření vodného prostředí z této disperze zůstane na spun-bond textilií samolepící systém. Pro experiment byla použita koncentrace disperze ve vodném prostředí 25% a 30%.

V průběhu nanášení adheziva byly měněny otáčky nanášecího válečku a odtahová rychlost, což různě ovlivnilo plošnou hmotnost výsledných vzorků. Pro experiment jsme vyrobily dvanáct vzorků o různé koncentraci disperze a plošné hmotnosti. Přehled parametrů, které byly

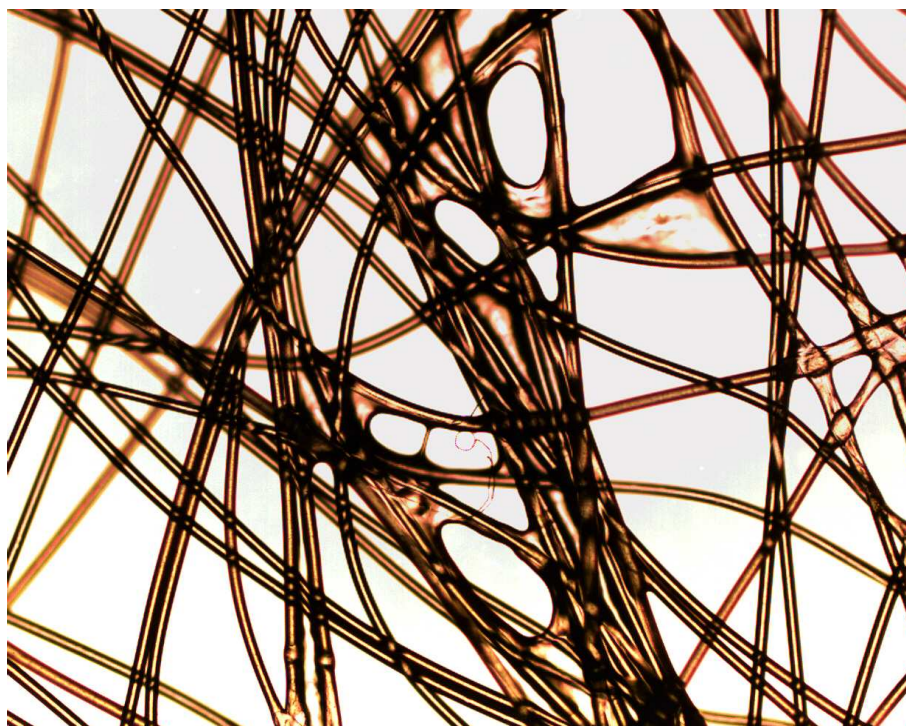
během nanášení měněny a výsledná plošná hmotnost vzorků je v tabulce číslo 2.

Tab.2.: Přehled vzorků vyrobených aplikačním zařízením pro disperze.

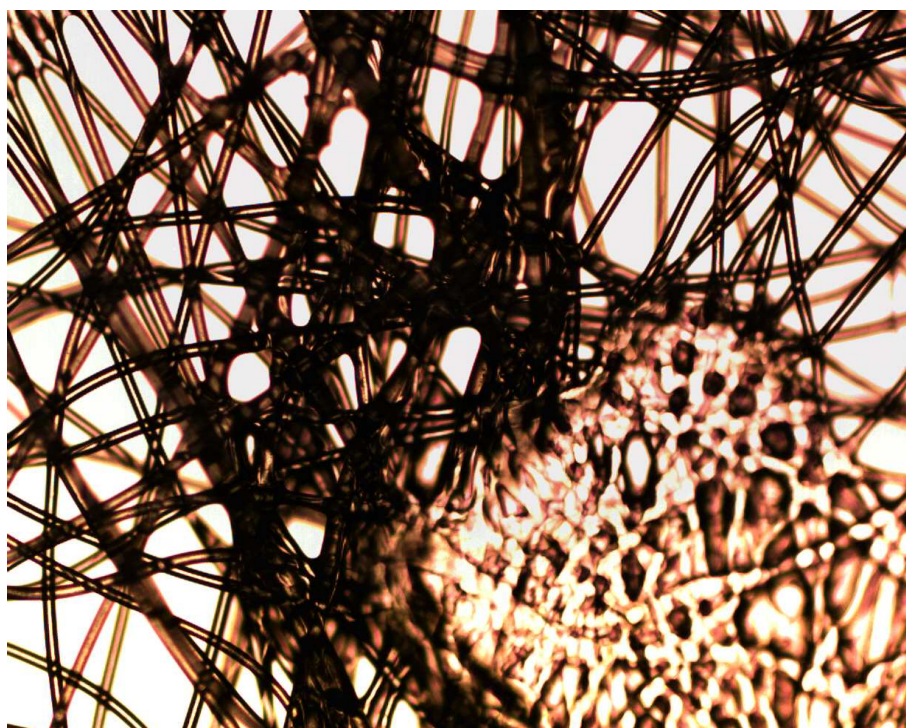
Číslo vzorku	Koncentrace disperze [%]	Otáčky nanášecího válečku [ot/min]	Rychlost odtahu [m/min]	Plošná hmotnost [g/m ²]
1.	25	40	1,25	0,208
2.		60	1,25	0,708
3.		80	1,25	2,600
4.		40	0,45	3,158
5.		60	0,45	5,500
6.		80	0,45	7,508
7.	30	40	1,25	1,25
8.		60	1,25	1,71
9.		80	1,25	3,23
10.		40	0,45	1,63
11.		60	0,45	3,93
12.		80	0,45	7,32

3.2.3. Snímky z optického mikroskopu

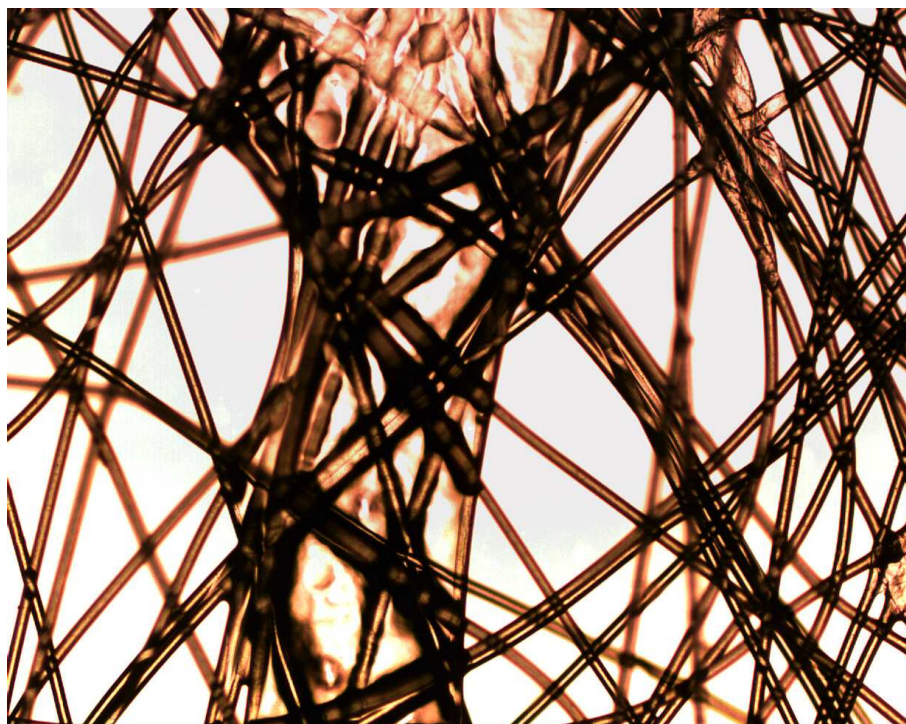
Vzorky spun-bond textilie s naneseným adhezivem byly pozorovány optickým mikroskopem (Obr.22.-27.). Na těchto snímcích a také pouhým okem je vidět, že disperze je díky nánosu rýhovaným válečkem nanesená v pravidelných, nepřerušovaných linkách. U textilie s nejnižší plošnou hmotností nánosu adheziva a tedy také s rychlejším odtahem textilie při nanášení smáčí disperze vlákna jen lehce, zatímco u textilie s nejvyšší plošnou hmotností vznikají širší sloupce a mezi vlákny v místech, kde je nanesena disperze jsou pod mikroskopem viditelné membrány. (Obr.27.).



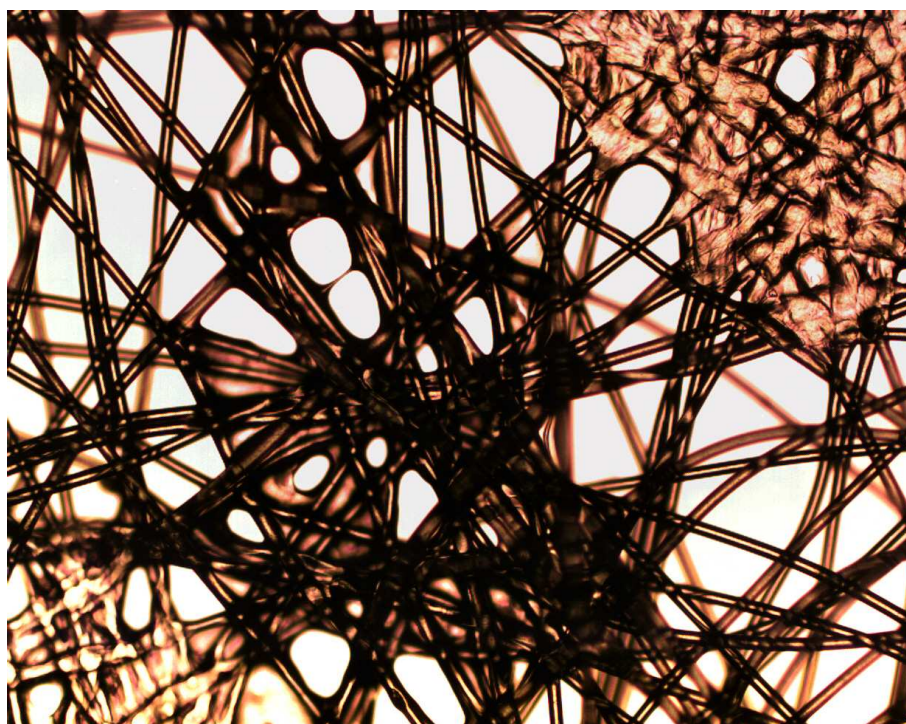
Obr.22.: vzorek č.1. 25% vodná disperze – zvětšení 5x.



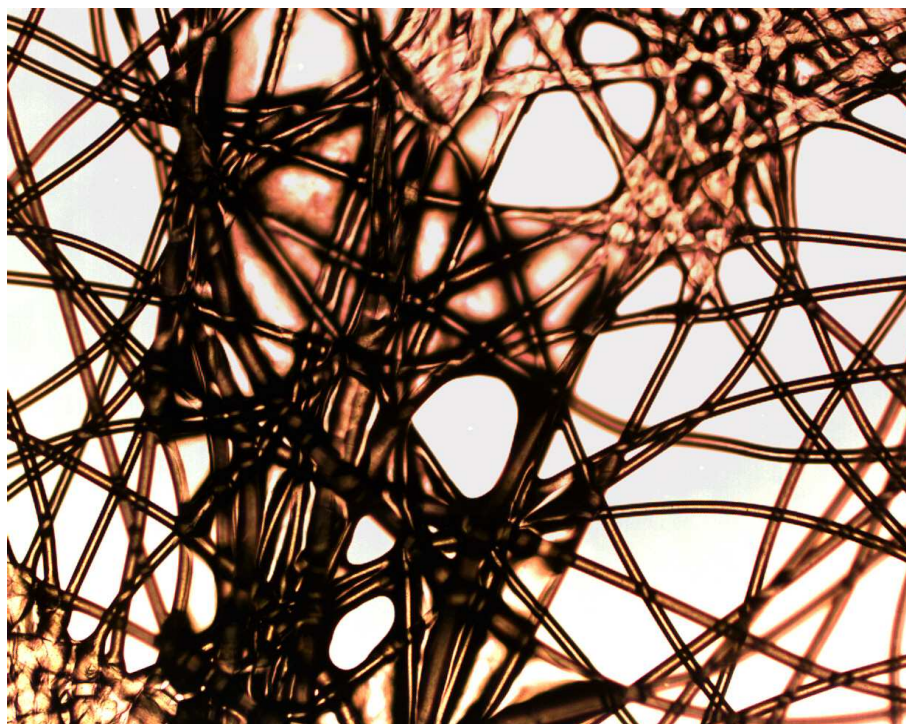
Obr.23.: vzorek č.2. 25% vodná disperze – zvětšení 5x.



Obr.24.: vzorek č.3. 25% vodná disperze – zvětšení 5x.



Obr.25.: vzorek č.4. 25% vodná disperze – zvětšení 5x.



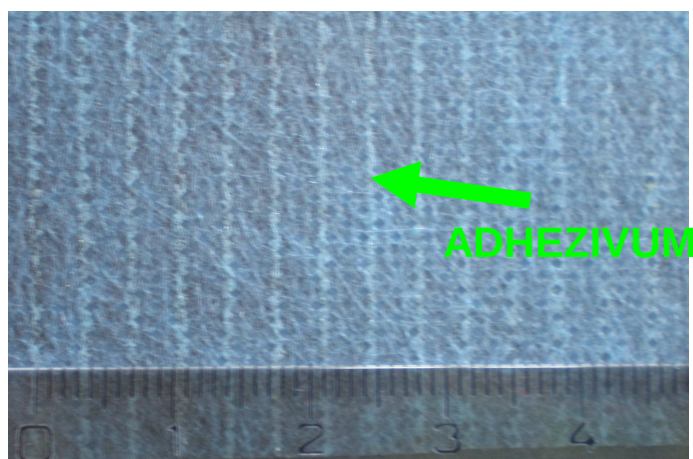
Obr.26.: vzorek č.5. 25% vodná disperze – zvětšení 5x.



Obr.27.: vzorek č.6. 25% vodná disperze – zvětšení 5x.

3.2.4. Obrazová analýza vzorků

Ještě před zvlákňováním jsem pořídila snímky všech vzorků spun-bond textilie s různými hmotnostmi nánosu (Obr.28.). Šířku linek adheziva jednotlivých vzorků jsem proměřila pomocí analýzy Lucia G. Na každém vzorku jsem provedla vždy dvacet měření a výsledné průměrné hodnoty měření jsem zaznamenala v tabulce 3.



Obr.28.: Snímek vzorku č.6.

Tab.3.: Hodnoty z měření šířky sloupců adheziva.

Číslo vzorku	Průměrná šířka sloupce [mm]	Minimum	Maximum
1.	0,746	0,625	0,875
2.	0,437	0,343	0,600
3.	0,476	0,400	0,550
4.	0,760	0,630	0,890
5.	0,730	0,630	0,930
6.	0,690	0,575	0,775
7.	0,700	0,570	0,860
8.	0,470	0,370	0,550
9.	0,520	0,440	0,630
10.	0,580	0,450	0,720
11.	0,700	0,540	0,770
12.	0,800	0,700	0,900

3.2.5. Testování vzorků

Na všechny vzorky spun-bond textilie s adhezivem vyrobené na zařízení pro aplikaci vodných disperzí, byla zvlákněna polyuretanová vrstva nanovláken na laboratorním zařízení Nanospider. U všech těchto vzorků byla změřena prodyšnost pomocí přístroje na měření prodyšnosti METEFEM FF-12/A dle normy Edana 140.1-81. Výsledné průměrné hodnoty z měření prodyšnosti jsou zaznamenány v tabulce 4. Pro porovnání byla také změřena prodyšnost spun-bond textilie s nanovláknennou vrstvou, bez nánosu adheziva.

Dále byl materiál s adhezivem a nanosenou nanovláknennou vrstvou polyuretanu, vystaven testům simulujícím průmyslové zatěžování. Jako způsob testování bylo nejprve zvoleno cyklické namáhání vzorků na univerzálním zkušebním stroji Labtest 4.050 s jedním pracovním prostorem (Obr.29.). Tento stroj je určen pro mechanické zkoušky v tahu, tlaku, ohybu, pro statická a dynamická namáhání a zkoušky vzorků i celých výrobků.



Obr.29.: Zkušební stroj LabTest 4.050: 1.mini M-BOX, 2.síloměrný snímač, 3.horní čelist, 4.spodní čelist [35].

Při cyklickém zatěžování bylo zvoleno pět cyklů, vzorek se protahoval o 35% (při 40% dochází k narušení nanovláknenné vrstvy). Pro porovnání byla při těchto parametrech namáhána spun-bond textilie bez adheziva s nanosenou nanovláknennou vrstvou Polyuretanu, po pěti cyklech došlo k okamžitému oddělení materiálů. Po cyklickém zatěžování vzorků s nanoseným adhezivem se u všech vzorků nanovláknenná vrstva od spun-bond textilie neoddělila. Z bočního pohledu na vzorky bylo vidět, že vrstvy drží jen v místech kde se nachází adhezivum. Protože spun-bond textilie není pružná je v místech kde není spojena adhezivem s nanovláknennou vrstvou nakrabacená (Obr.30.).



Obr.30.: Boční pohled na vzorky po cyklickém zatěžování.

Právě díky tomuto krabacení bylo v některých případech možné oddělit materiály od sebe a provést Gardonův test na pevnost adhezního spoje. Gardonův test byl prováděn opět na trhacím stroji, v místě spojení byla měřena pevnost, výsledky měření jsou zaznamenány v tabulce č. 4. Pro přehlednost a hodnocení výsledků testů je v této tabulce zaznamenána také plošná hmotnost adheziva a koncentrace disperze.

U vzorků s vyšší plošnou hmotností nánosu adheziva nebylo možné od sebe materiály oddělit bez poškození nanomateriálu, protože pevnost v místě adhezního spoje byla větší než pevnost nanovrstvy, což je viditelné na Obr.31. Z tohoto důvodu nebylo tedy možné u těchto vzorků provést Gardonův test.



Obr.31.: Vzorek materiálu který má vyšší pevnost adhezního spoje než pevnost nanovrstvy.

Tab.4.: Hodnoty z měření pomocí univerzálního stroje LabTest 4.050.

Číslo vzorku	Plošná hmotnost adheziva [g/m ²]	Koncentrace disperze [%]	Prodyšnost [m ⁻² .s ⁻¹]	Gardonův test-max.síla potřebná k oddělení materiálů [N]
1.	0,208	25	4,920	0,2
2.	0,708		5,662	0,2
3.	2,600		5,800	0,5
4.	3,158		4,755	0,6
5.	5,500		4,310	0,9
6.	7,508		4,556	1,1
7.	1,25	30		0,3
8.	1,71			0,5
9.	3,23		11,17	2,73
10.	1,63		12,00	0,4
11.	3,93		9,29	Nelze provést
12.	7,32		6,17	Nelze provést
Prodyšnost textilie bez adheziva je 9,77 [m ⁻² .s ⁻¹]				

4. DISKUSE VÝSLEDKŮ

4.1. Adheziva nanesená firmou Nordson

V experimentu byla na vzorky spun-bond textilie s adhezivem dodané firmou Nordson nanosená nanovlákná vrstva polyuretanu. Je-li tato vrstva nanosená na spun-bond textilií bez adheziva, je poměrně jednoduché ji od této nosné textilie mechanicky oddělit.

Abych dokázala zvýšení soudržnosti těchto vrstev s naneseným adhezivem rozhodla jsem se je cyklicky namáhat a to protažením o 35%. Během namáhání jednotlivých vzorků s různou plošnou hmotností na trhacím stroji se ani v jednom případě vrstvy nanovláken a spun-bond textilie s adhezivem od sebe neoddělily. Při pokusu od sebe tyto vrstvy oddělit, jsem zjistila že pevnost adhezivního spoje je větší než pevnost nanovrstev. Z tohoto měření jsem tedy dostala velmi dobrý výsledek, soudržnost vrstev byla velmi výrazně zvýšena.

Během testování byla také změřena prodyšnost těchto vzorků s vrstvou nanovláken. Pro porovnání byla změřena i prodyšnost spun-bond textilie bez adheziva s nánosem polyuretanových nanovláken. Průměrné hodnoty z tohoto měření jsou zaznamenány v tabulce č. 1. Rozdíl mezi prodyšností vzorku bez adheziva a mezi prodyšností vzorků s naneseným adhezivem je minimální a pro většinu způsobů použití nanovlákných textilií zcela zanedbatelný.

4.2. Vodné disperze

V tomto experimentu bylo navrženo a sestrojeno aplikační zařízení, tímto zařízením byla pomocí rýhovaného válečku aplikována 25% a 30% vodná disperze na spun-bond textilií. Bylo vyrobeno celkem dvanáct vzorků, změnou rychlostí odtahu a nanášení byla různě měněna jejich plošná hmotnost, ta je uvedena v tabulce č. 2. Při porovnání vzorků 30% a 25% vodné disperze se stejnou rychlostí odtahu a nanášení, má po zasušení vyšší plošnou hmotnost vzorek na který byla nanosená 30% disperze.

Ještě před zvlákněním byla proměřena šířka linek naneseného adheziva na spun-bond textilií (Tab.3.). Čím menší byla rychlost nánosu a

odtahu tím širší linky adheziva se na textilií vytvořily. Šířka těchto linek a koncentrace vodné disperze sehrály významnou roli ve výsledcích testu cyklickým zatěžováním. U většiny vzorků byla pevnost adhezního spoje nižší než pevnost nanovrstev, proto bylo možné od sebe materiály po cyklickém namáhání oddělit, provést Gardonův test a změřit tak sílu potřebnou k oddělení materiálů.

Vzorek č.1 a č.2, což jsou vzorky s nejmenší plošnou hmotností adheziva mají nejmenší pevnost ve spoji, tato pevnost u všech vzorků postupně stoupá s plošnou hmotností. U posledních dvou vzorků č. 11. a 12. s koncentrací disperze 30% je již pevnost v adhezním spoji vyšší než pevnost nanovrstvy, Gardonův test tedy nelze provést. Tyto dva vzorky se v této části experimentu jeví jako nejideálnější.

Při měření prodyšnosti bylo zjištěno, že prodyšnost vzorků s naneseným adhezivem byla snížena, ale toto snížení se opět jeví nevýrazně. Čím vyšší je plošná hmotnost textilie, tím nižší je její prodyšnost. U vzorků s nejvyšší plošnou hmotností adheziva byly pod optickým mikroskopem viditelné membrány mezi vlákny spun-bondu (Obr.27.), právě tyto membrány snižují prodyšnost výsledného materiálu.

5. ZÁVĚR

Nejlepších výsledků bylo dosaženo při aplikaci nanovláken na spun-bond textilie s nánosem tavných lepidel firmy Nordson. Jejich prodyšnost byla oproti prodyšnosti spun-bond textilií s vodnou disperzí vyšší. Soudržnost materiálů všech těchto vzorků byla vyšší než pevnost nanosených polyuretanových nanovrstev. Po nějaké době (zhruba týden) došlo k oddělení nanovrstvy a spun-bond textilie, u vzorků které byly namáhány cyklicky, dochází ke stárnutí adheziva a ztrátě jeho lepidivých účinků.

Aplikátory firmy Nordson jsou nabízeny za vysokou cenu, při jejich zapojení do kontinuální spolupráce s Nanospiderem by došlo k významnému zdražení výsledných materiálů. Další nevýhodou je nutnost vysoké rychlosti, pro nanosení malých množství adheziva je třeba pracovat při vysoké rychlosti postupu podkladového materiálu, která neodpovídá rychlosti tohoto materiálu při prostupu zařízením Nanospider. To značně komplikuje možnost kontinuální linky obsahující aplikátor adheziva Nanospider. Přitom nelze tyto operace provádět odděleně, k tomu je nutno použít separátního materiálu, například silikonového papíru. To by výrobci postup značně prodražilo.

Jako úspěšné se v experimentu zdály také vzorky č. 11. a 12. s nanosené 30% vodnou disperzí. Mají sice nižší prodyšnost než vzorky kde je adhezivum nanosené firmou Nordson, ale jsou vyrobeny za příznivější cenu. Rychlost odtahu při nanášení adheziva na tyto dva vzorky je nízká, je tedy možnost zapojení aplikátoru disperze do kontinuálního procesu s Nanospiderem.

Vyhodnocuji tedy vzorky č. 11. a 12. z aplikačního zařízení vodných disperzí, jako nejvhodnější. Jejich hlavní výhodou je především nízká cena a snadná dostupnost. Jejich zapojení do kontinuální linky Nanospider, by ještě mělo být dále testováno a zkoumáno.



6. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] Jirsák, O., Wadsworth, L.C.: *Nonwoven Textiles*, Carolina Academic Press, 1999, ISBN 0-89089-978-8.
- [2] Vladimír Kovačič, *Textilní zkušebnictví*, Technická univerzita v Liberci, (2004) ISBN 80-7083-824-8.
- [3] Dokumentace k zařízení Metefem FF 12/A z katedry zkoušení textilií FT TUL.
- [4] Doc. Ing. Josef Jenčík, CSc., Ing. Aleš Brázda: *Technická měření*, str. 7-8 (ČVUT 1996).
- [5] Dostupné na Word Wide Web na adrese (8.1.2008):
<http://www.pegasas.cz>
- [6] David Lukáš: *Teorie netkaných textilií* KNT 7/2001.
- [7] Dostupné na Word Wide Web na adrese (21.2.2008):
<http://www.inovace.cz/trendy/nanovlakna---material-budoucnosti>
- [8] Dostupné na Word Wide Web na adrese (8.1.2008):
<http://www.elmarco.com/>
- [9] Růžicková. J.: *Elektrostatické zvlákňování nanovláken*. Skripta TUL 2004.
- [10] Benedek, I.: *Pressure-Sensitive Adhesives and Applications*, ISBN 0824750594, 2004.
- [11] Ramakrishna, Seeram : *Electrospinning and Nanofibers*, New Jersey, World Scientific, 2005.
- [12] Muller, M., Brožek, M.: Technologie lepení – mechanická úprava lepeného povrchu. *Tématický magazín, Svařování - dělení - spojování materiálů*, TM vydavatelství, Praha 2/2004, s. 56-57, ISSN 1212 - 4044.
- [13] R. Köhler, *Adhäsion*, (3) 90 (1970).
- [14] Vinnapas, *Eigenschaften und Anwendung*, 7.1. Teil, Anwendung, Wacker GmbH, München, 1976.
- [15] R. Houwink and G. Salomon, *Adhesion and Adhesives*, Vol. 2, Chapter 17, Elsevier Co., New York, 1982.
- [16] D. Satas, *Handbook of pressure sensitive Technology*, Van Nostrand Rheinhold Co., New York, 1982.
- [17] *Adhäsion*, (1/2) 27 (1987).



- [18] H. Klein, *Coating*, (4) 123 (1988, 1984, 1974, 1987).
- [19] E. Bohmer, *Norsk Skogindustrie*, (1968).
- [20] W. Schaezle, *Coating*, (1987).
- [21] C. Massa, *Coating*, (1989).
- [22] H. Hadert, *Coating*, (1961).
- [23] G. W. Drechsler, *Coating*, (1987).
- [24] D. Percivalle, European Tape and Label Conference, Exxon, Brussels, April 1993.
- [25] National Starch Chem.Co., Durotak, Pressure Sensitive Adhesives, Technical bulletin, Zutphen, The Netherlands, (1986).
- [26] British Petrol, *Hyvis.*, Technical bulletin (1985).
- [27] H. Hanke, *Coating*, (1986).
- [28] G. Renz, *Allg. Papier Rundschau*, (1986).
- [29] Dostupné na Word Wide Web na adrese (25.4.2008):
<http://www.colquimica.com/en/>
- [30] Dostupné na Word Wide Web na adrese (1.5.2008):
<http://www.apro-systems.com/eng/00fhomea.htm>
- [31] Dostupné na Word Wide Web na adrese (1.5.2008):
<http://www.emsgriltech.com/>
- [32] Dostupné na Word Wide Web na adrese (6.5.2008):
<http://www.melton.es/>
- [33] Dostupné na Word Wide Web na adrese (6.5.2008):
<http://www.savare.com/>
- [34] Dostupné na Word Wide Web na adrese (3.5.2008):
<http://www.duslo.sk/pvac.php?lm=4&sel=2&item=4&lang=sk&sub=7>
- [35] Dostupné na Word Wide Web na adrese (4.5.2008):
http://www.ft.tul.cz/depart/knt/nove/obsah/vedecka_cinnost/mech_zkousky/labtest_1_10.jpg

7. SEZNAM PŘÍLOH



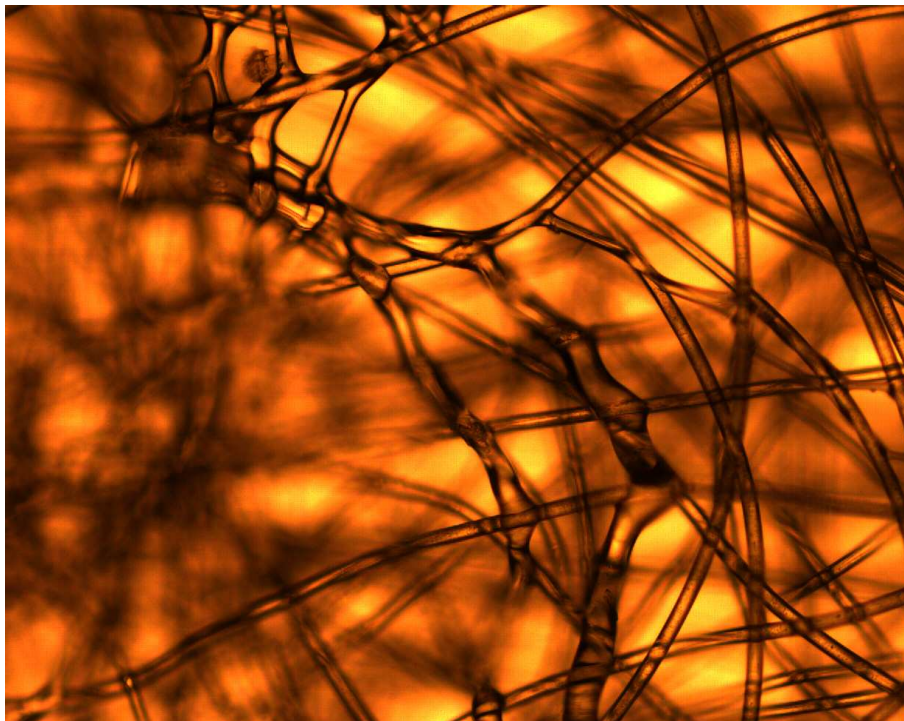
Příloha 1.: Snímky z optického mikroskopu s adhezivem firmy Nordson

Příloha 2.: Snímky z optického mikroskopu se zasušenou vodnou disperzí

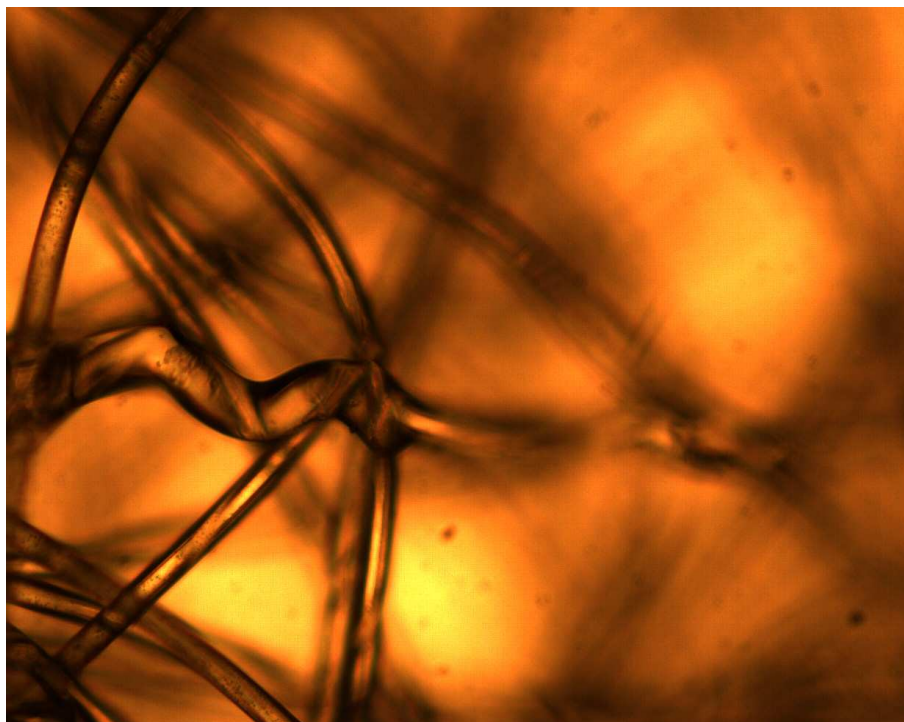
Příloha 3.: Norma Edana

Snímky z optického mikroskopu s adhezivem firmy Nordson

1. vzorek s plošnou hmotností 0,8 g/m²



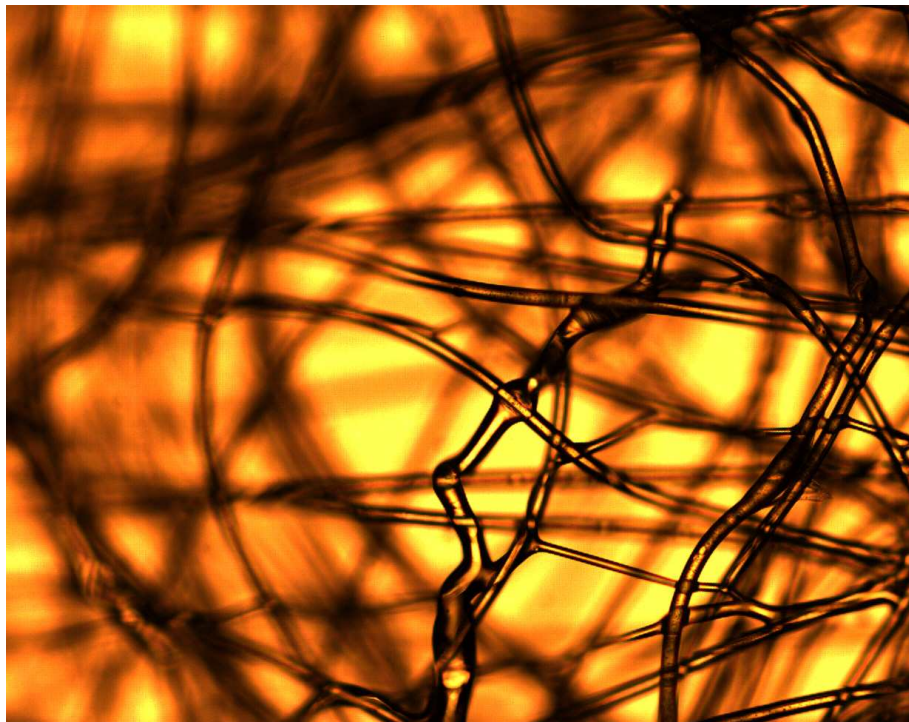
Zvětšení 10x



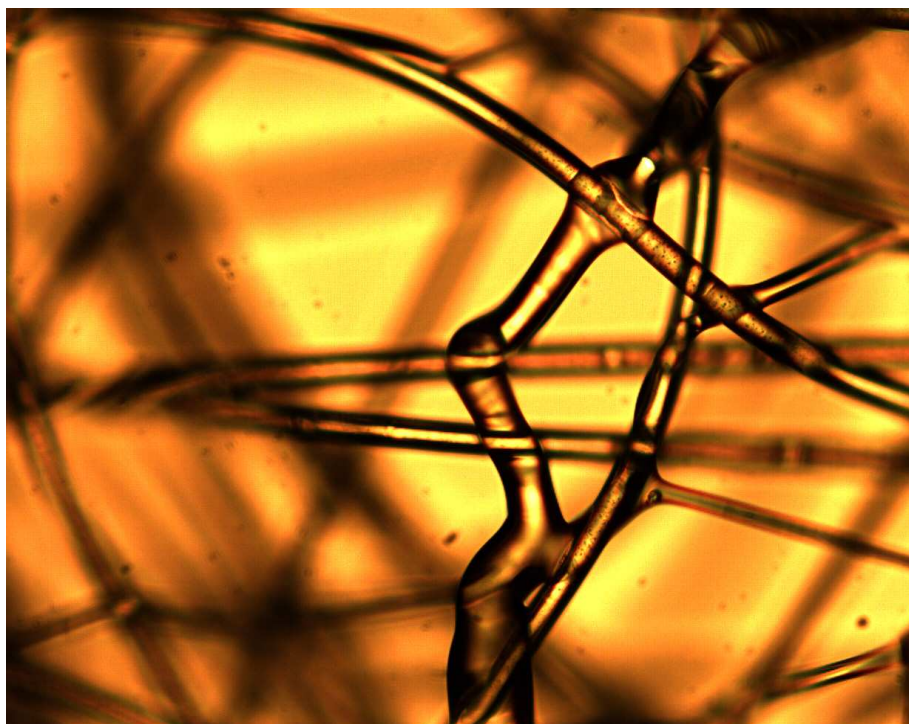
Zvětšení 20x

Příloha P1 str. 2/4

2. vzorek s plošnou hmotností $1,5 \text{ g/m}^2$

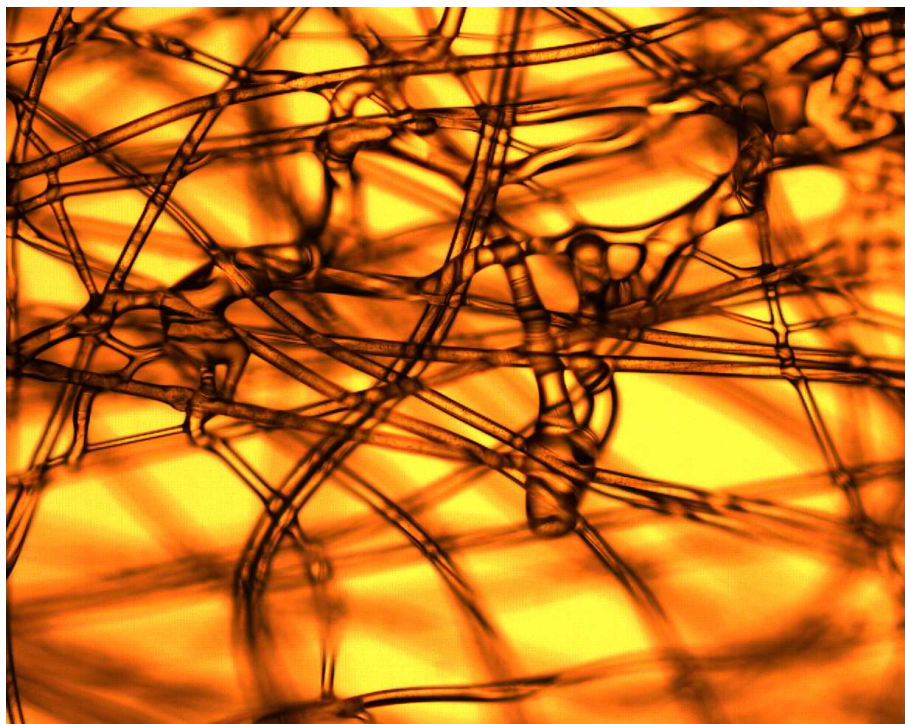


Zvětšení 10x

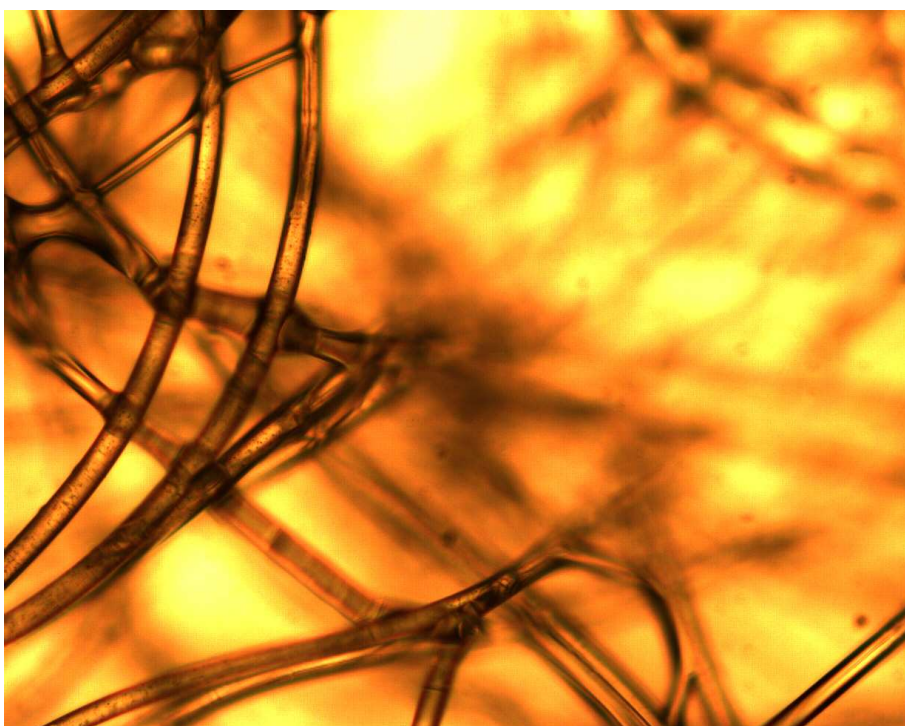


Zvětšení 20x

3. vzorek s plošnou hmotností $2,5 \text{ g/m}^2$

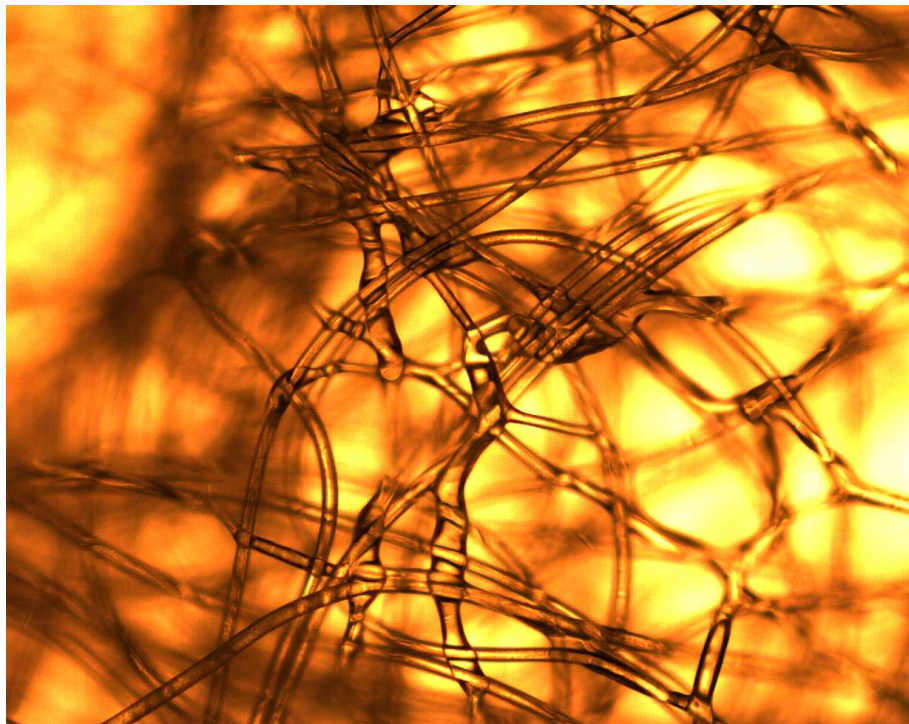


Zvětšení 10x

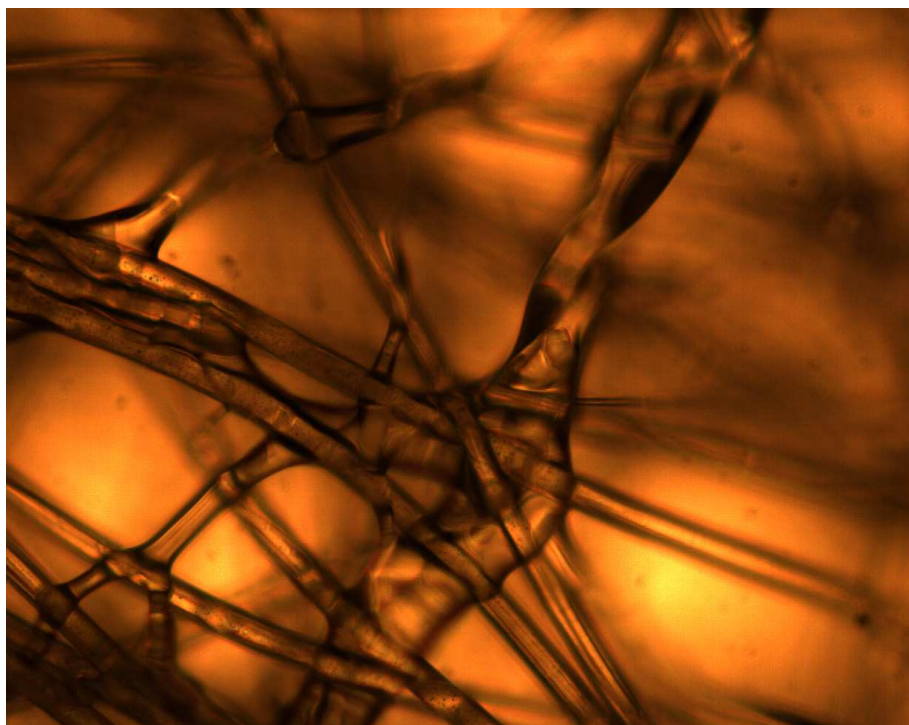


Zvětšení 20x

4. vzorek s plošnou hmotností 5 g/m²



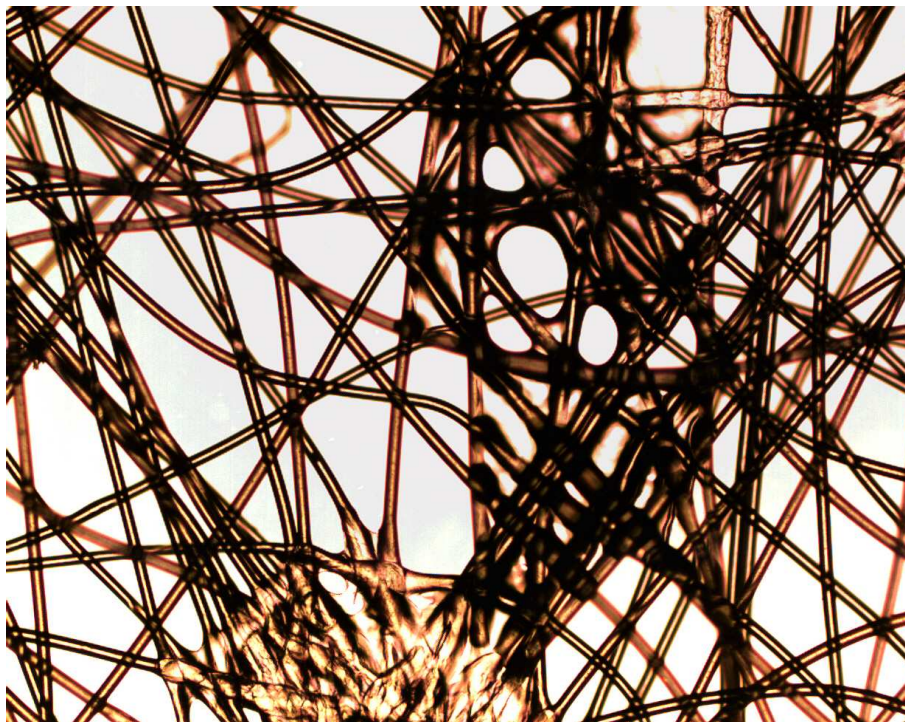
Zvětšení 10x



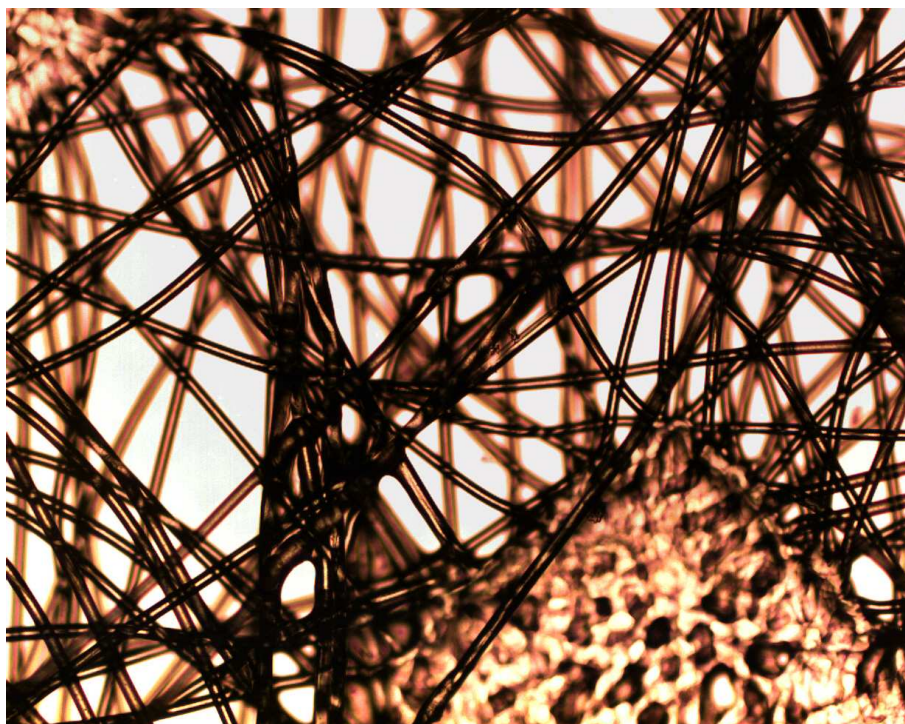
Zvětšení 20x

Snímky z optického mikroskopu se zasušenou vodnou disperzí

1. vzorek 25% vodná disperze, plošná hmotnost $0,208 \text{ g/m}^2$



Zvětšení 5x

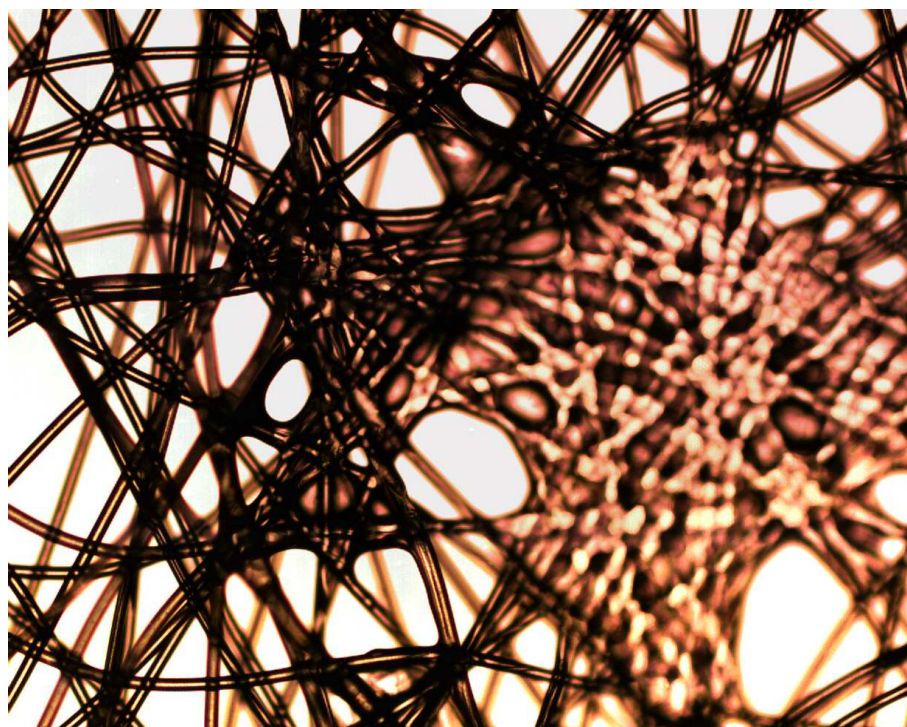


Zvětšení 5x

2. vzorek 25% vodná disperze, plošná hmotnost $0,708 \text{ g/m}^2$

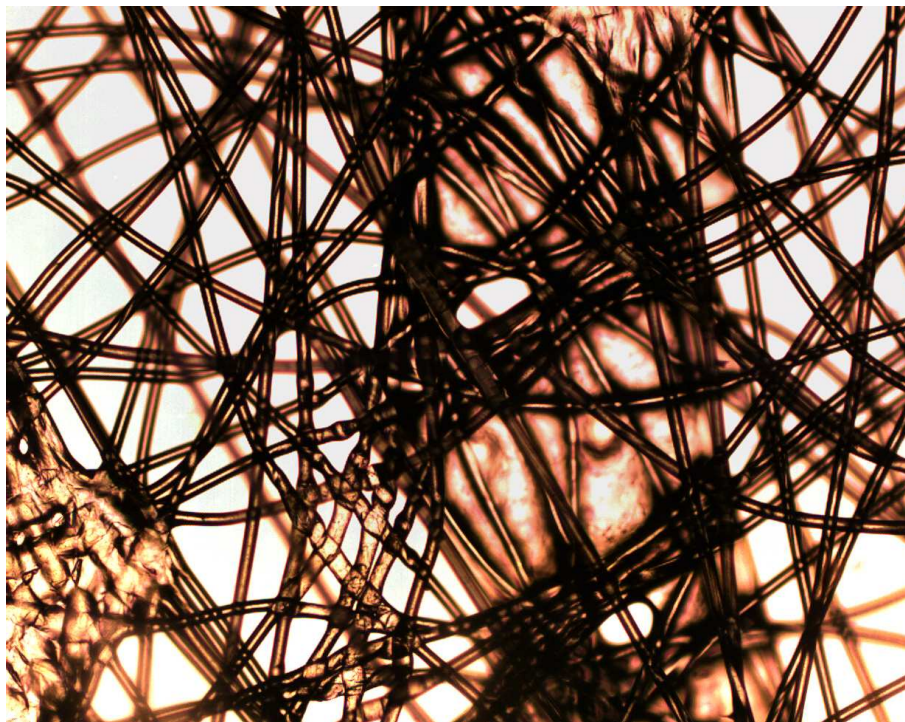


Zvětšení 5x

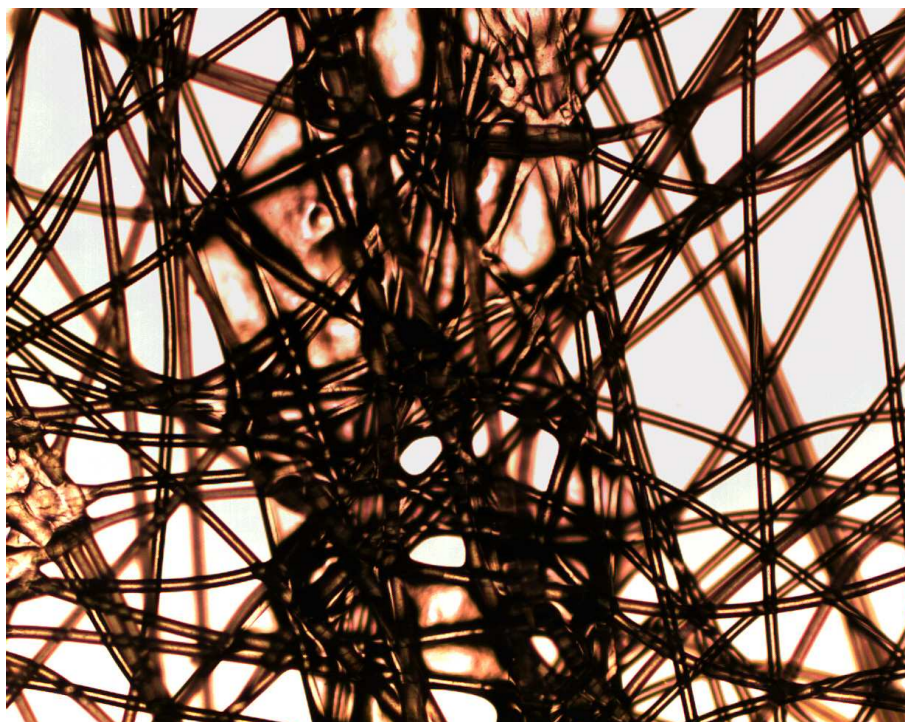


Zvětšení 5x

3. vzorek 25% vodná disperze, plošná hmotnost 2,6 g/m²

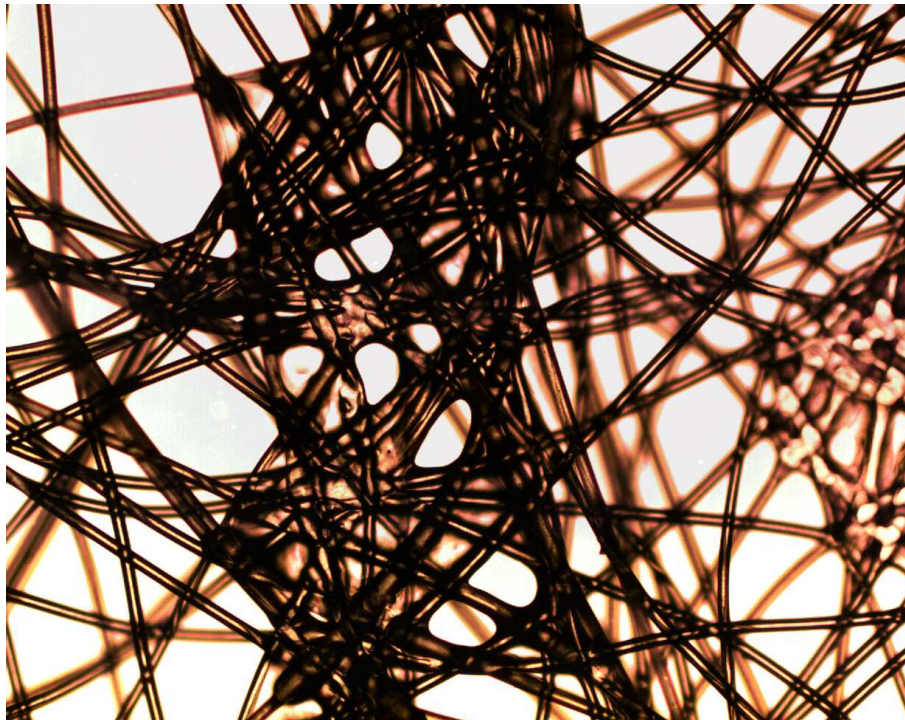


Zvětšení 5x

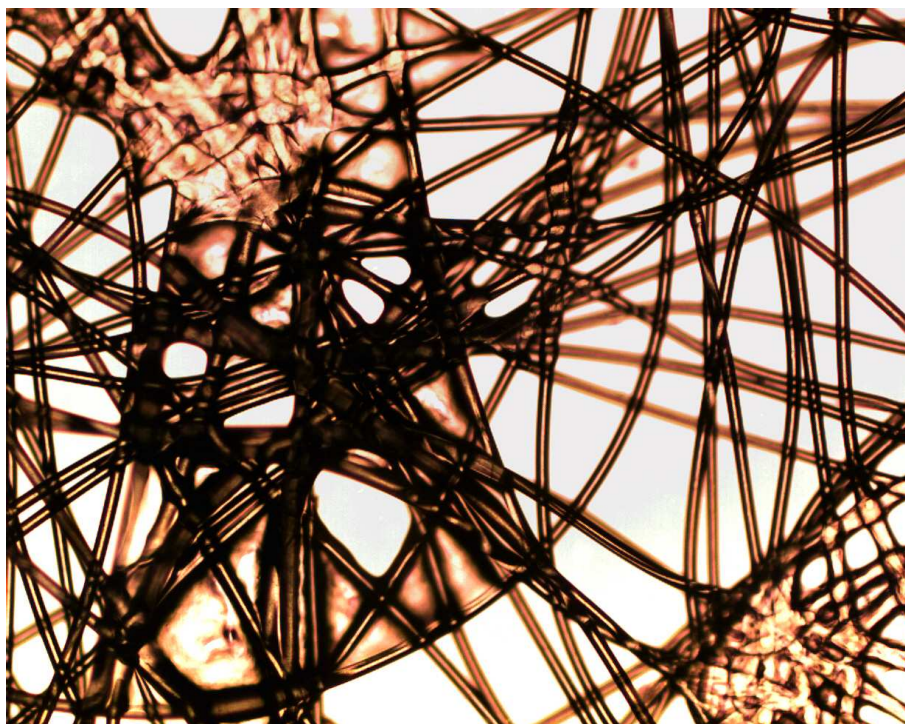


Zvětšení 5x

4. vzorek 25% vodná disperze, plošná hmotnost 3,158 g/m²

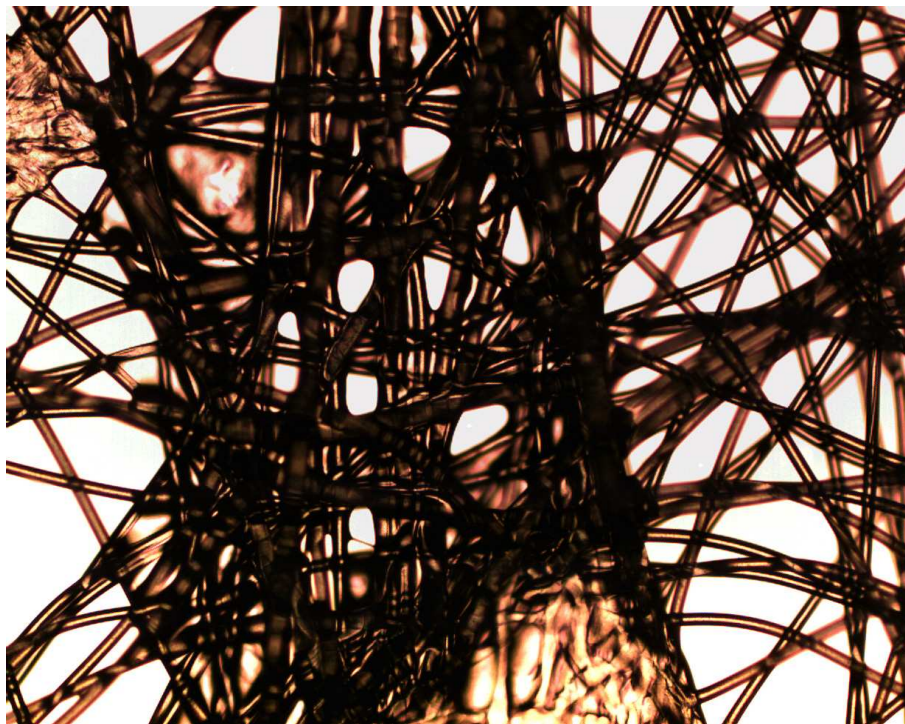


Zvětšení 5x

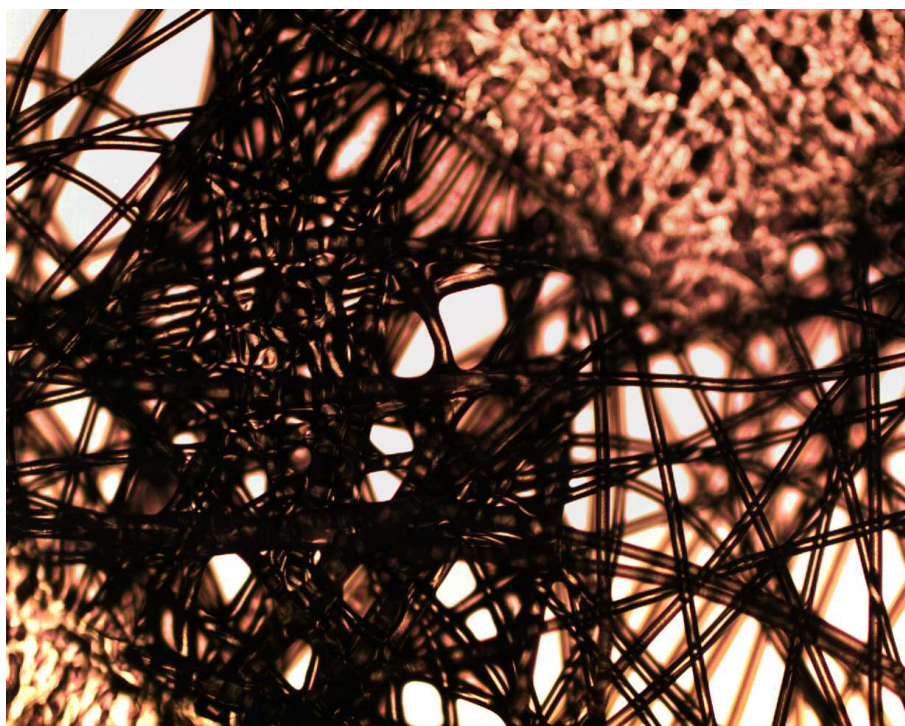


Zvětšení 5x

5. vzorek 25% vodná disperze, plošná hmotnost 5,5 g/m²

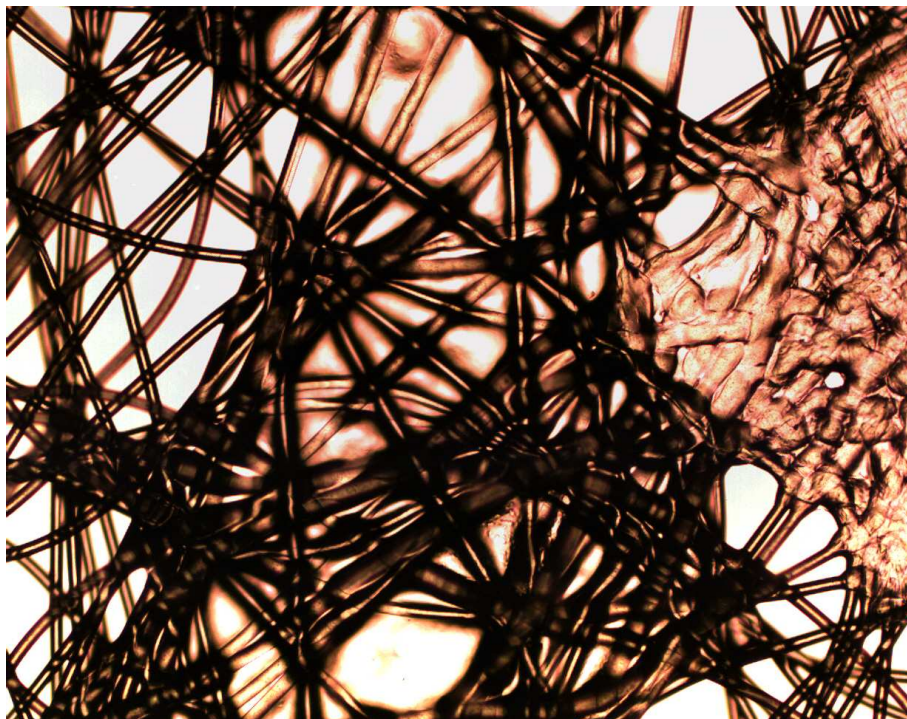


Zvětšení 5x

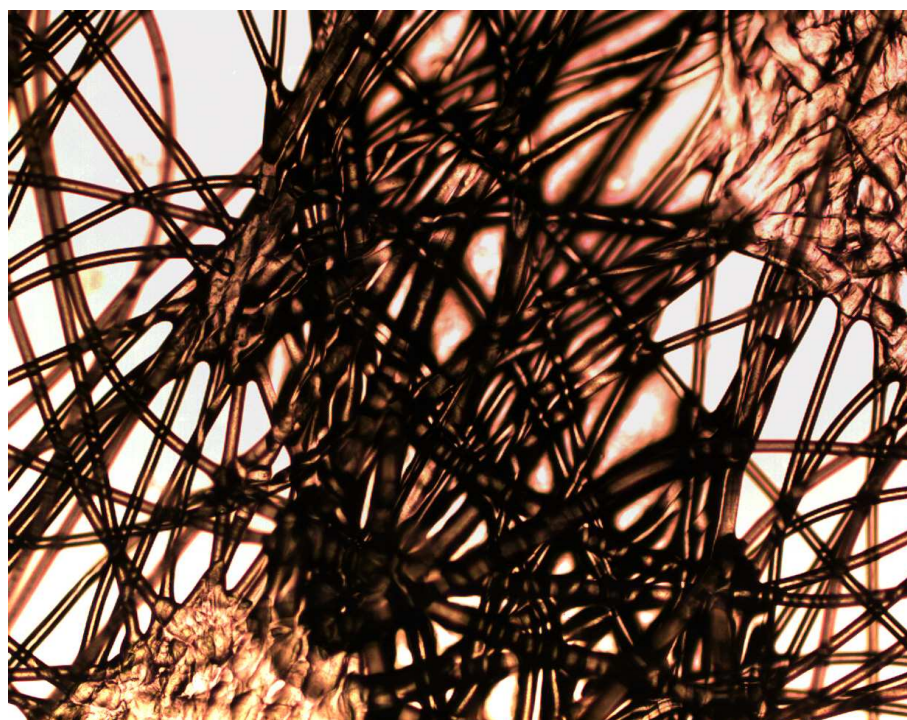


Zvětšení 5x

6. vzorek 25% vodná disperze, plošná hmotnost $7,508 \text{ g/m}^2$

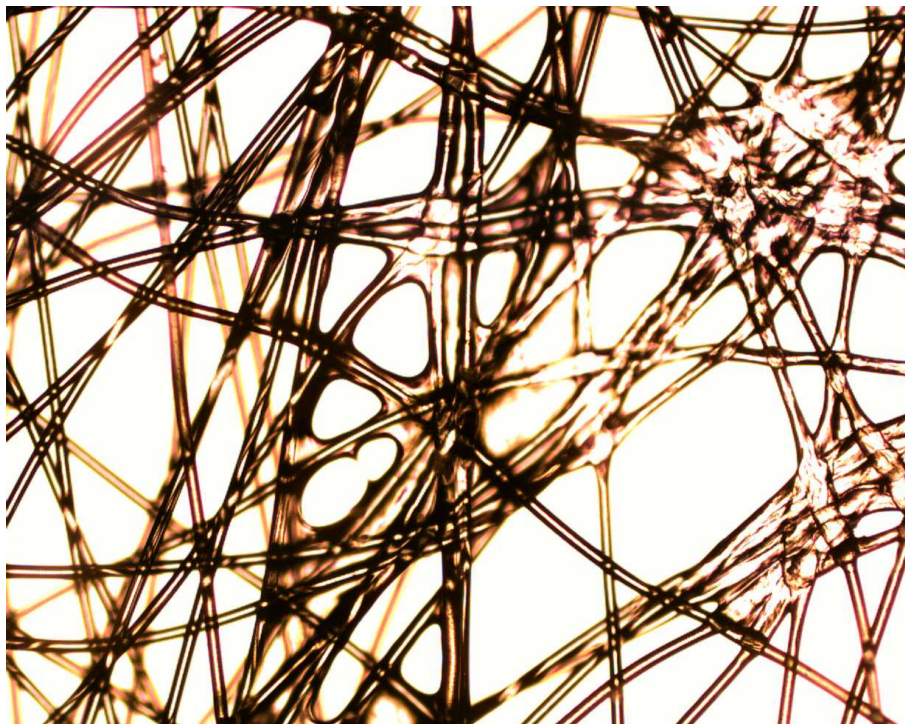


Zvětšení 5x

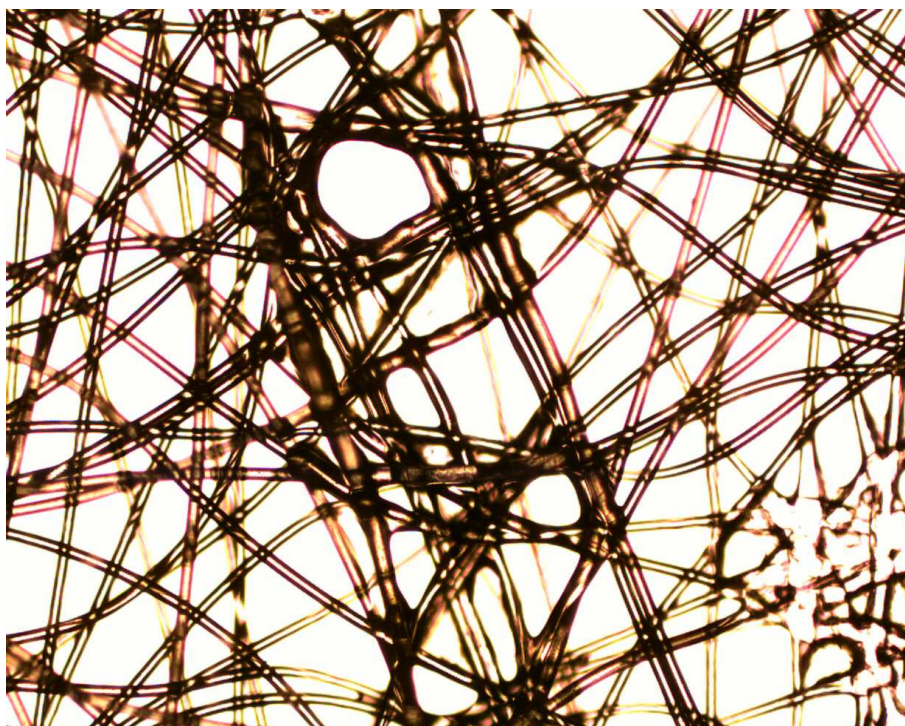


Zvětšení 5x

7. vzorek 30% vodná disperze, plošná hmotnost

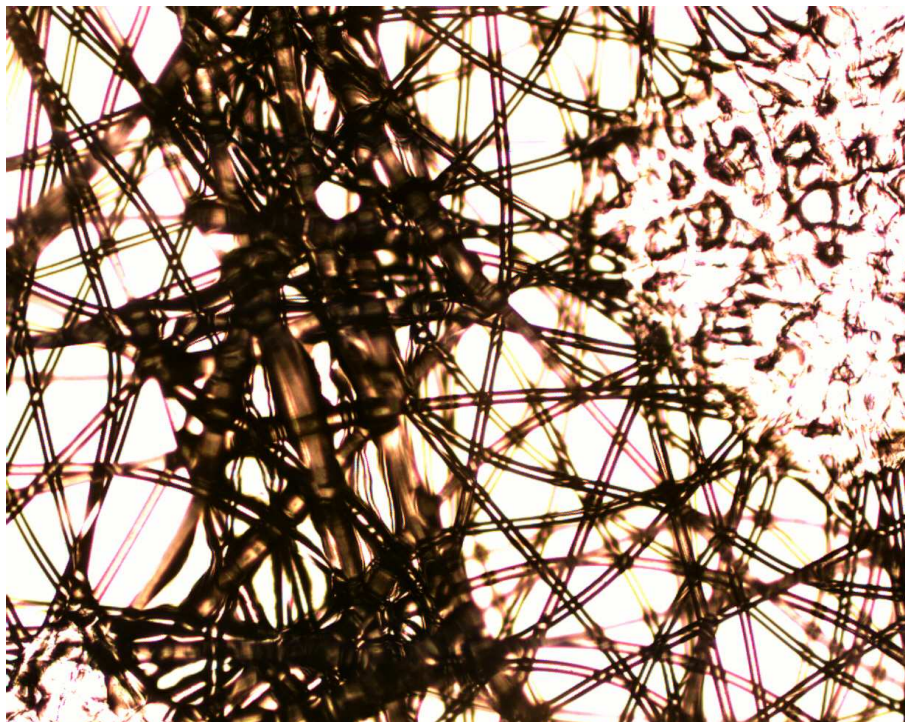


Zvětšení 5x

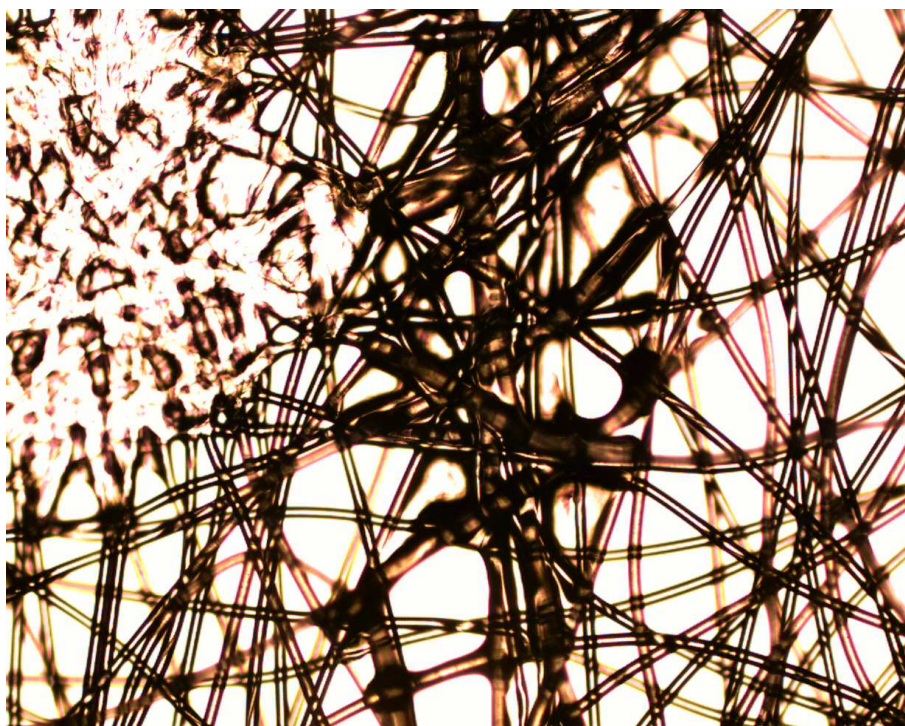


Zvětšení 5x

8. vzorek 30% vodná disperze, plošná hmotnost

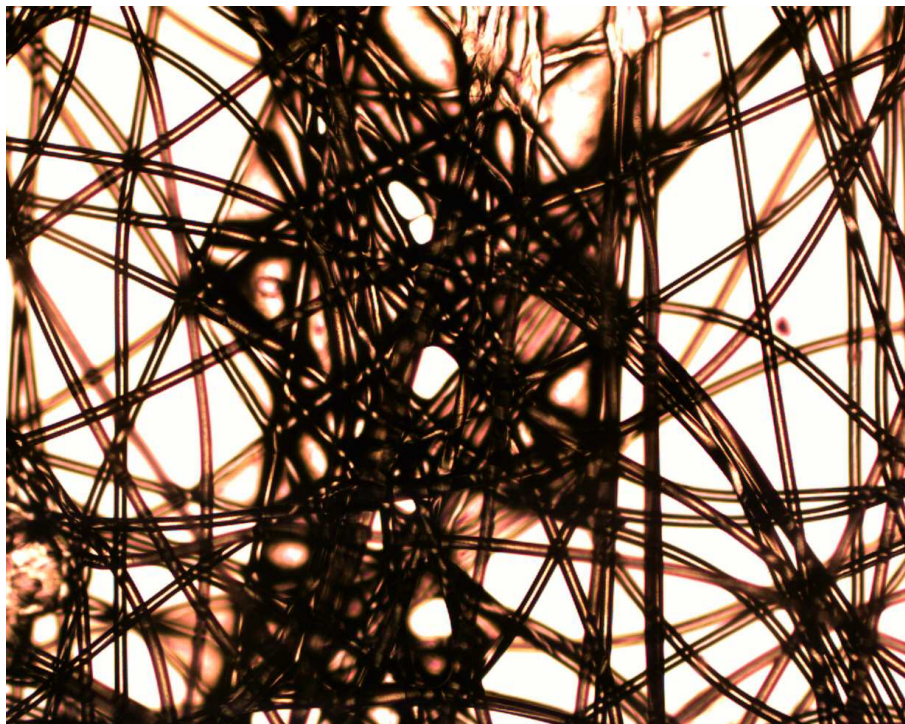


Zvětšení 5x

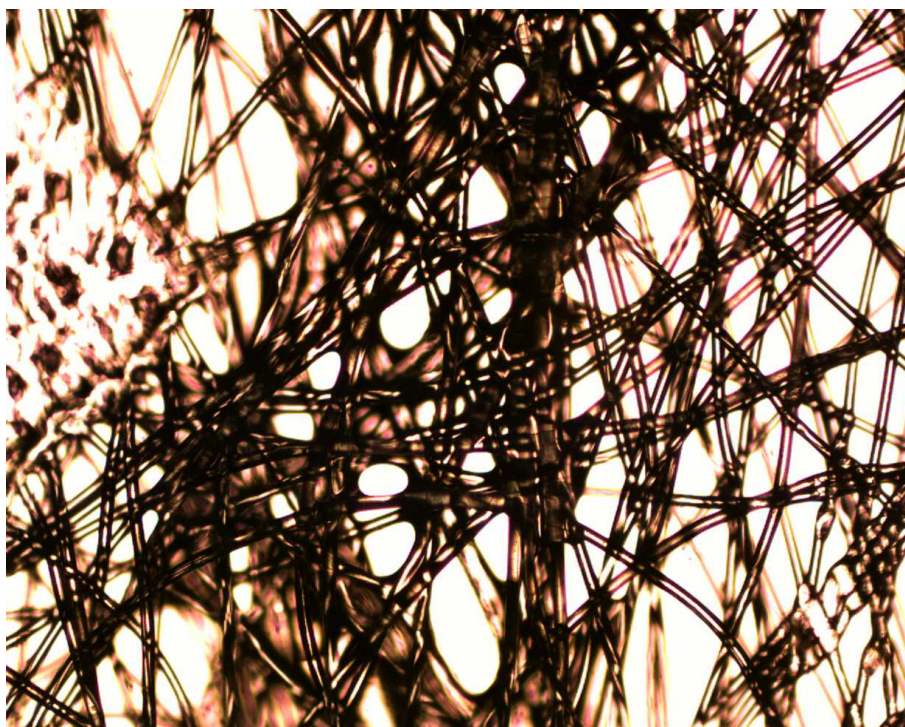


Zvětšení 5x

9. vzorek 30% vodná disperze, plošná hmotnost



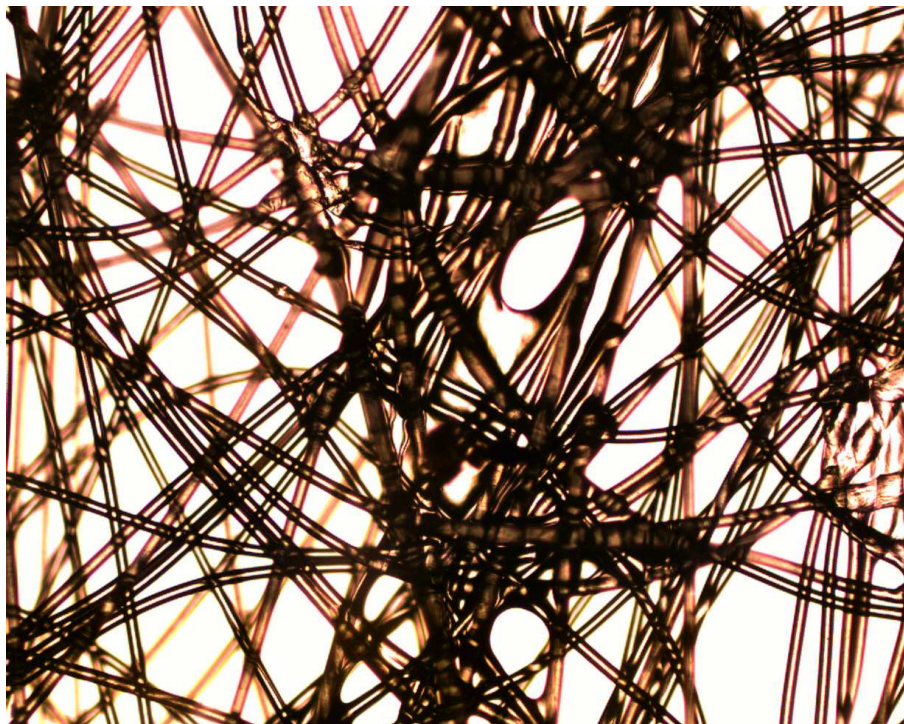
Zvětšení 5x



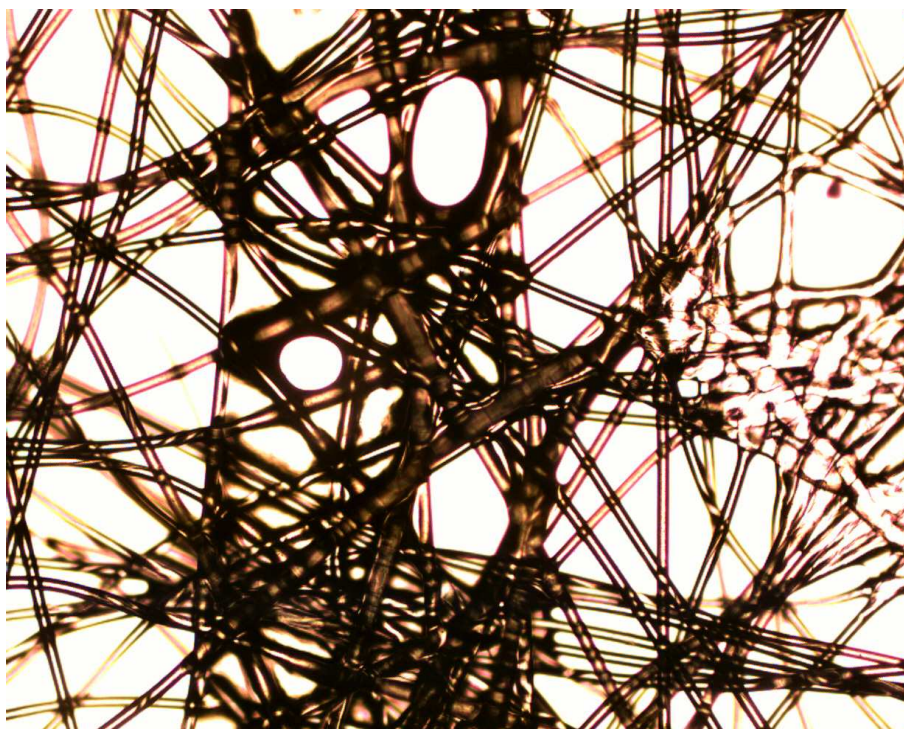
Zvětšení 5x

Příloha P2 str. 10/12

10. vzorek 30% vodná disperze, plošná hmotnost



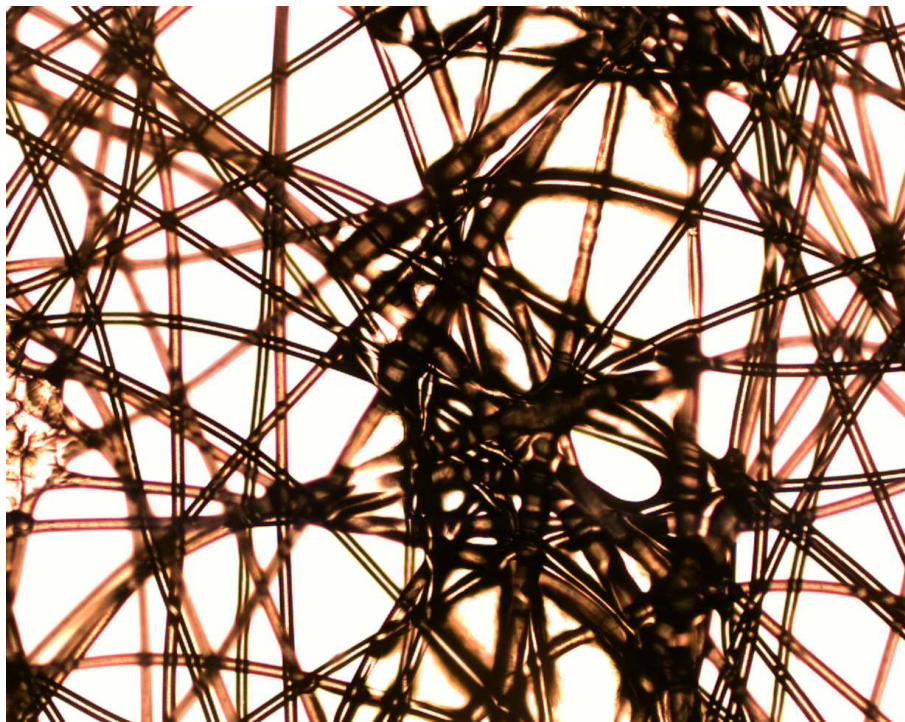
Zvětšení 5x



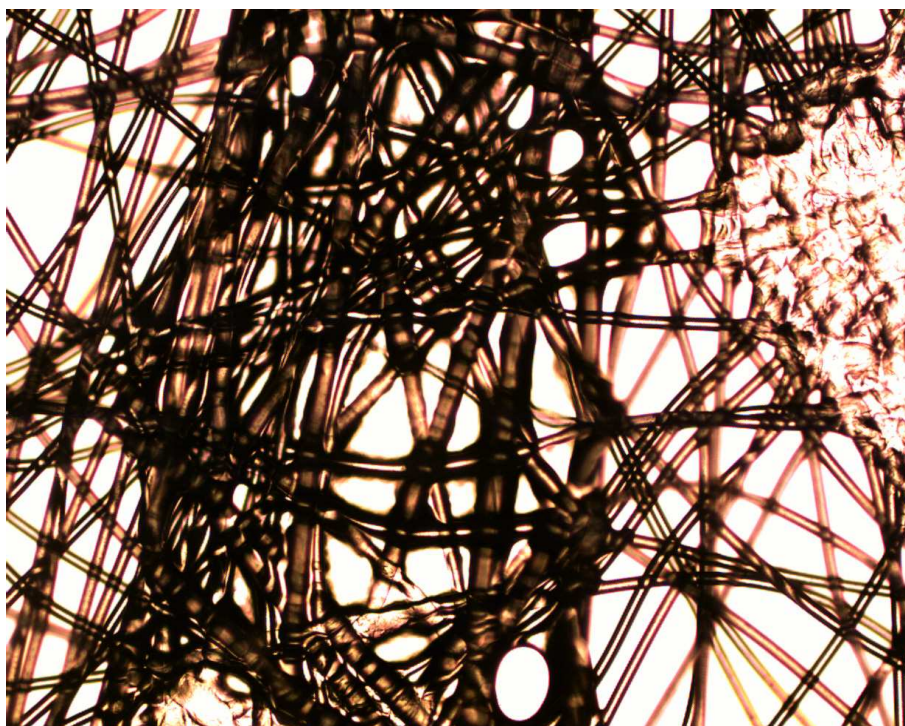
Zvětšení 5x

Příloha P2 str.11/12

11.vzorek 30% vodná disperze, plošná hmotnost

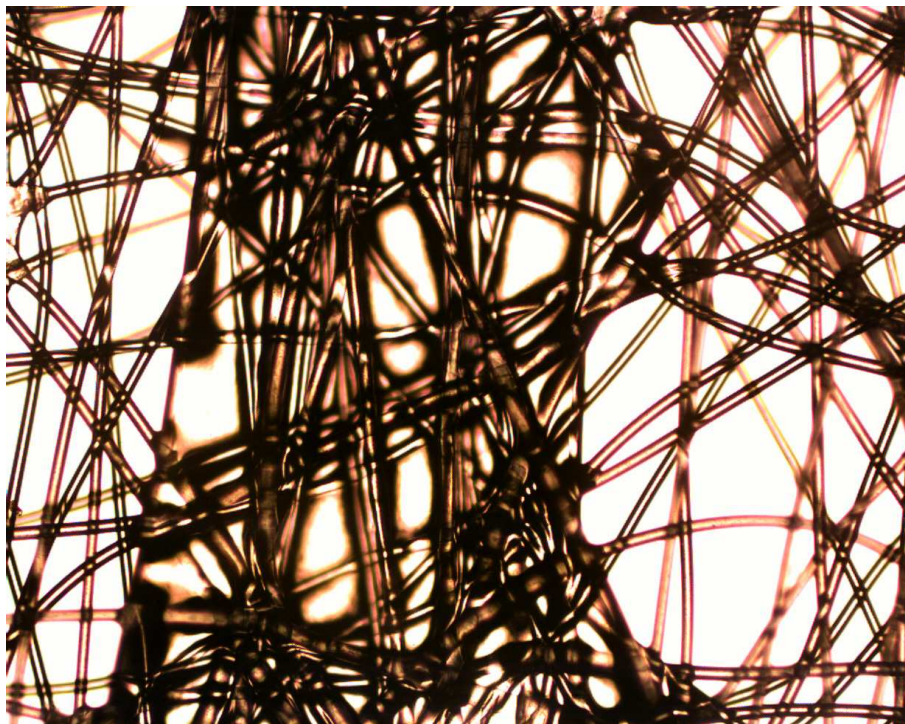


Zvětšení 5x

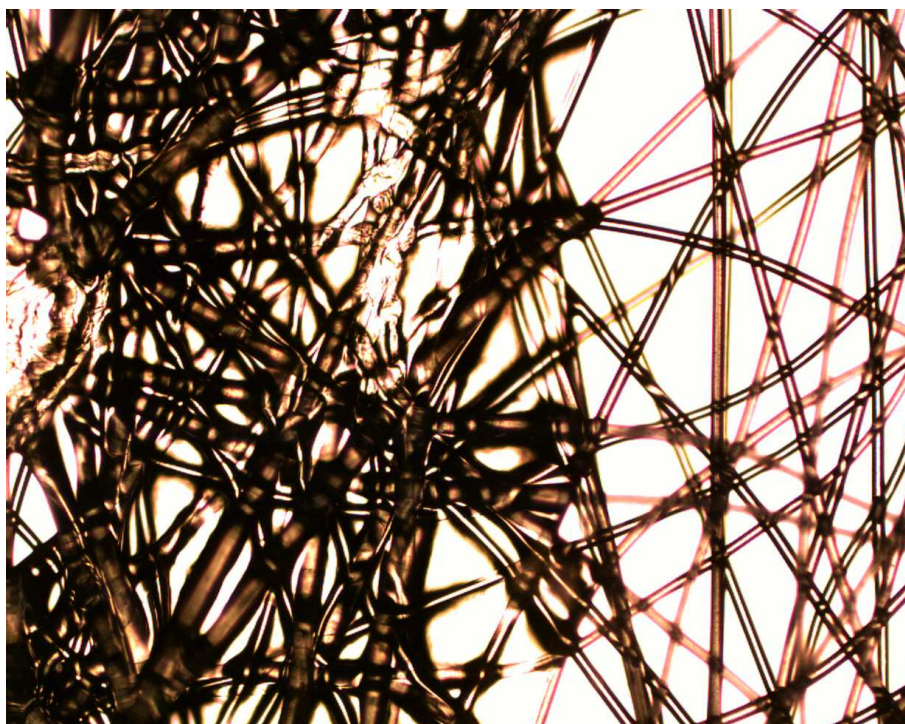


Zvětšení 5x

12. vzorek 30% vodná disperze, plošná hmotnost



Zvětšení 5x



Zvětšení 5x

EDANA

140.1-81

TEST PRODYŠNOSTI VZDUCHU NETKANÝCH TEXTILIÍ

A. Rozsah

Tato zkušební metoda se zabývá hodnocením prodyšnosti vzduchu netkaného materiálu, který vypočítáme z mezerovitosti textilie.

1. Prodyšnost je vlastnost materiálu která dovoluje vzduchu šířit se jeho průlinami a dutinami. Prodyšnost je měřená množstvím vzduchu který prochází skrz dva protější povrchy za určitý čas a tlak. To je přímo úměrné ΔP .

2. Porozita je procento prázdných prostorů mezi povrchem (s) (průliny) a celkovou rozlohou (S). Porozita, která je charakteristická pro nějaký materiál, souvisí s dalšími vlastnostmi jako je: propustnost vzduchu , vody, vodních par

Vzdušná porozita (p) může být měřena jako procento proudu vzduchu které prošlo materiálem.

$$p = \frac{P_x}{P_o} \cdot 100$$

Její velikost závisí také na ΔP (tlakový spád).

B. Podmínky zkoušky

Upravte vzor pro 24 h a testujte v $65 \pm 2\%$ relativní vlhkosti vzduchu a $20 \pm 2^\circ\text{C}$ (ERT 60.1 75).

C. Doporučená metoda

AFNOR G 07- 111

D. Ekvivalentní metodiky

DIN	53887 - 1977
NEN	2016 – 1976
ASTM D	1117 - 1980
ASTM D	737 – 1975
FTMS	5450 - 1978

Příloha P3 str. 2/3

E. Dodatky

Oblast pro měření by měla být 20- 50 cm².

ΔP by měl být 196 Pa (20 mm H₂O).

F. Vybavení

Zařízení pro měření prodyšnosti by mělo mít:

- oblast pro analýzu mezi 20- 50 cm²
- místo na které dopadne kruhová čelist, v tomto místě musí být zajištěna neprodyšnost
- zařízení sání
- odstupňované zařízení pro měření proudu vzduchu

..

G. Postup a zpracovaný příklad

Postup	Zpracovaný příklad
1. Nastříhejte pět čtvercových vzorků, dlouhých 100 mm.	Vzorek 1 =
2. Upravte vzorky podle ERT 60.1-75	P = 2,36 m/s
3. Zkušební vzorky musí být stejné.	
4. Vložte vzorky na oblast pro analýzu a uzavřete kruhovou čelist.	Vzorek 2 =
5. Nastavte zařízení sání.	P = 2,33 m/s
6. Regulujte množství vzduchu, pracujte s tlakem 196 Pa na manometru.	Vzorek 3 =
7. Když se tlak stabilizuje na 196 Pa, odečtěte ze stupnice prodyšnost vyjádřenou v m/s.	P = 2,41 m/s
8. Opakujte operace s každým vzorkem	Vzorek 4 =
$\Delta P = 196 \text{ Pa} = 20 \text{ mm H}_2\text{O}$	P = 2,36 m/s
$1 \text{ kg/cm}^2 = 98,07 \text{ Pa}$	Vzorek 5 =
9. Výpočet a výsledky	P = 2,42 m/s
Prodyšnost vzorku je vyjádřena v objemu m ³ , který prochází oblastí m ² za sekundu při tlaku z 196 Pa.	$\overline{M} = 2,38$
Prodyšnost P je aritmetický průměr výsledků testů zpracovaných na pěti vzorcích.	

Příloha P3 str. 3/3

Poznámky

1. Pro tkaniny s velmi malou nebo velmi velkou hustotou nití je doporučený tlak jiný. Použití jiného tlaku musí být uvedeno ve zprávě.
2. V této zprávě musí být také zmíněno, která strana látky je testovaná, nebo zda jsou testovány obě strany.
3. Jestli se na přístroji nepodaří nastavit minimální tlak ΔP , pak můžeme testovat vrstvy materiálu. Počet testovaných vrstev by měl být zmíněn ve zprávě.

H. Zpráva

1. Typ testovaného materiálu
2. Úprava vzorku během testování
3. Číslo testovaného vzorku
4. Okolnosti během testování materiálu
5. Použitá zkušební metoda
6. Získané hodnoty pro každý vzorek v m/s
7. Nějaká odchylka od standartu mezi dalšími :
 - zda byl použit jiný tlak
 - která strana vzorků byla testována
 - kolik vrstev bylo testováno