

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta mechatroniky, informatiky a mezioborových studií



Autoreferát disertační práce

Analýza procesu elektrostatického zvlákňování a možnosti jeho řízení

The analysis of electrospinning process and possibility its control

Autor: Ing. Pavel Pokorný
Studijní program: P2612 Elektrotechnika a informatika
Studijní obor: 2612V045 Technická kybernetika
Pracoviště: Ústav mechatroniky a technické informatiky
Fakulta mechatroniky, informatiky a mezioborových studií
Technická univerzita v Liberci
Studentská 2
416 17 Liberec
Školitel: Prof. RNDr. David Lukáš, CSc.
Konzultant specialista: Doc. Ing. Pavel Rydlo, Ph.D.

Anotace

Analýza procesu elektrostatického zvlákňování a možnosti jeho řízení

Elektrostatické zvlákňování je způsob přípravy ultrajemných vláken z polymerního roztoku nebo taveniny. Silné elektrické pole působí na kapalinu s cílem destabilizovat její povrch a vytvořit tak vlákna s průměrem pod 1 μm . Typicky se dosahuje průměrů vláken kolem 200 nm.

Dizertační práce se zabývá stanovením některých technologických parametrů a jejich využitím pro řízení procesu zvlákňování. Při zvlákňování je využíváno vysoké napětí, lze tedy očekávat vznik jevů dlouho známých z techniky vysokého napětí. Tyto jevy, jako je například elektrický vítr a jiné efekty spojené s ionizací vzduchu, nebyly dosud při zkoumání elektrostatického zvlákňování brány příliš v úvahu. Práce je také příspěvkem k objasnění komplikovaných fyzikálních jevů, ke kterým při elektrostatickém zvlákňování dochází.

Aerodynamické jevy, které jsou vyvolané ionizačními pochody ve vzduchu, mají velký vliv na vznik a ukládání nanovlákných vrstev. Elektrický náboj kapalinové trysky, ze které vznikají nanovlákná, se během procesu dramaticky mění. V práci je navržena a realizována měřicí metoda pro zjištění elektrických parametrů kapalinové trysky během zvlákňování. Ideový návrh způsobu zpětnovazební elektrické regulace výkonu zvlákňování vychází z měření proudu kapalinovou tryskou s cílem opakovaně získat nanovlákná žádaných vlastností. Byla vyzkoušena velmi jednoduchá a názorná metoda zviditelnění jevů uplatňujících se při zvlákňování. Provedený experiment zkoumá vliv magnetického pole na trajektorii letu kapalinové trysky, ze které vznikají nanovlákná.

Klíčová slova: elektrostatické zvlákňování, ionizace plynů, měření proudu kapalinovou tryskou, Helmholtzovy cívky.

Annotation

Analysis of electrospinning process and possibility of its control

Electrospinning is a method of ultrathin fibre production from a polymer (solution or melt). A strong electric field acts onto the liquid to destabilize its surface and to form fibres with diameter less than 1 μm . Typically, the diameters of about 200 nm are available.

The thesis deals with the determination of various technological parameters and their utilization for the electrospinning process control. During the electrospinning process, high voltage is utilized. Thus, there is to expect occurrence of phenomena well-known from the high voltage technique. These phenomena, e.g. electric wind and other effects connected with air ionization have not been taken into account in the investigation

of the electrospinning. Further, the work contributes to explain complex physical phenomena that occur in the electrospinning process.

The aerodynamic phenomena being generated by ionization in the air have a great influence on forming of nanofibre layers. The electric charge of the liquid jet, the nanofibres are formed from, is being changed dramatically during the process. In the work there is proposed and realized a measuring method for detection of electric parameters of the liquid jet during the electrospinning process.

The idea of a feedback electric control of the electrospinning power results from the electric current measurement through the liquid jet with the aim of obtaining the nanofibres with required properties. There was tested a very simple and explanatory method for visualization of the phenomena occurring during the electrospinning process. The experiment was carried out that investigates the influence of magnetic field on the fly trajectory of the liquid jet the nanofibres are formed from.

Key words: electrospinning, gas ionisation, electric current measurement through the liquid jet, Helmholtz coils

1 Princip elektrostatičkého zvlákňování

Pro destabilizaci hladiny kapaliny a vznik kapalinové trysky je nutné přivést na jehlu tzv. kritické napětí V_c , jehož velikost pro jehlové zvlákňovací zařízení předpověděl Taylor (1969) ze znalosti poloměru kapiláry r , vzdálenosti mezi kapilárou a kolektorem h , povrchového napětí kapaliny γ při nulovém hydrostatickém tlaku na čele tvořící se kapky na okraji kapiláry. Jím odvozený odhad pro kritické napětí zní

$$\sqrt{4 \ln\left(\frac{2h}{r}\right) \pi r \gamma 1.30(0.09)} < V_c < \sqrt{4 \ln\left(\frac{4h}{r}\right) \pi r \gamma 1.30(0.09)}. \quad (1.1)$$

Abychom obdrželi správné výsledky, je nutné dosazovat příslušné hodnoty do vzorce v netypických jednotkách. Povrchové napětí γ má rozměr mN/m , h, r mají rozměr v cm , kritické napětí V_c potom vyjde v kV .

Na rozdíl od Taylorových prací se v současné době usiluje především o komercializaci elektrostatičkého zvlákňování, která je založena na vytváření podmínek pro mnohočetnou tvorbu kapalinových trysek ve spinnerech. Jednou z cest, jak takového výsledku dosáhnout, je prosté násobení jehel ve spinneru a jejich seskupování do pravidelných řad nebo polí (Theron 2005). Takové zařízení je pak značně náročné na řízení a údržbu – na čištění tenkých trysek. Druhá cesta opouští duté jehly a snaží se o zvlákňování z volných povrchů kapalin.

Lukáš, Sarkar a Pokorný (2008) popisují teorii, která na základě hladinových vln buzených elektrickým polem předpovídá velikost kritického napětí a závislost vzdálenosti kapalinových trysek mezi sebou na přiloženém napětí. Na základě úvah a použití disperzního zákona byl sestaven vzorec pro kritickou intenzitu elektrického pole na volné hladině

$$E_c = \sqrt[4]{\frac{4\gamma\rho g}{\varepsilon^2}}, \quad (1.2)$$

kde je E_c kritická intenzita elektrického pole, γ povrchové napětí kapaliny, ρ je hustota kapaliny, g je tíhové zrychlení a ε je permitivita vakua. Pod touto hodnotou jsou vlny na povrchu kapaliny stabilní a nad touto hodnotou nestabilní. Z právě uvedené rovnice plyne

$$\frac{\varepsilon E_c^2}{2} = \frac{\gamma}{a}, \quad (1.3)$$

kde

$$a = \sqrt{\frac{\gamma}{\rho g}} \quad (1.4)$$

je kapilární délka často užívaná v koloidní chemii a teorii smáčení. S pomocí kapilární délky může být kritické chování kapaliny pod vlivem vnějšího elektrostatického pole interpretováno jako rovnováha mezi tlakem vyvolaným elektrickými silami, tak zvaným elektrickým tlakem p_e

$$p_e = \frac{1}{2} \varepsilon E_c^2 \quad (1.5)$$

a kapilárním tlakem p_k

$$p_k = \frac{\gamma}{a} \quad (1.6)$$

podle Youngova-Laplaceova zákona, kde střední křivost povrchu je zastoupena pomocí převrácené hodnoty kapilární délky $1/a$. Kapilární délka je tak skrytou charakteristickou délkou volné hladiny kapaliny při elektrostatickém zvlákňování. Poloměr křivosti zde má význam kapilární délky.

Dále se ukazuje, že pro zjednodušení vztahů a pro jejich formulaci v bezrozměrných jednotkách je užitečné zavést nový parametr Γ

$$\Gamma = \frac{a\varepsilon E_c^2}{2\gamma}, \quad (1.7)$$

který bude dále nazýván *elektrospinningové číslo*. Číslo Γ se liší od “*electrospinning number*“ zavedeného Shenoyem a spol. v (Shenoy 2005). S použitím elektrospinningového čísla můžeme podmínku vzniku trysek při elektrostatickém zvlákňování, tj. podmínku nestability povrchové vlny, zapsat jako $\Gamma \geq 1$.

Konkrétní hodnoty pro dříve uvedené fyzikální parametry jsou tyto: Kritická hodnota intenzity elektrického pole pro destilovanou vodu a permitivitu ε okolního prostředí rovnou permitivitě vakua $\varepsilon = \varepsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \text{ F} \cdot \text{m}^{-1}$ je $E_c = 2,46195 \cdot 10^6 \text{ V} \cdot \text{m}^{-1}$. Pro kritickou vlnovou délku platí $\lambda_c = 2\pi a$ a pro destilovanou vodu má kritická vlnová délka hodnotu $\lambda_c = 1,68596 \cdot 10^{-2} \text{ m}$.

Z toho je zřejmé, že lze předpovědět kritickou intenzitu elektrického pole proto, aby vzniklo elektrostatické zvlákňování. Po splnění uvedených podmínek se vytvoří na volné hladině kapaliny tzv. Taylorův kužel, ze kterého následně vytryskne proud kapaliny – kapalinová tryska směrem k protielektrodě - kolektoru.

1.1 Cíle dizertační práce

Cílem dizertační práce je prozkoumat a navrhnout další možnosti řízení procesu elektrostatického zvlákňování a určení energie nutné ke zvlákňování. Je zkoumán vliv okolního prostředí na proces a vlivy známé z techniky vysokého napětí spojené s ionizací plynného prostředí, které jsou vázány na geometrické rozměry a uspořádání elektrod zvlákňovacího zařízení. Na základě výsledků pokusů jsou navržena opatření pro konstruktéry zvlákňovacích zařízení pro lepší řízení procesu s cílem dosahovat výrobků žádaných vlastností.

1.2 Členění práce

Při sestavování textu této práce bylo snahou pokud možno dodržovat logický a chronologický sled jednotlivých kapitol. Nejdříve je uvedeno seznámení s problematikou a druhá kapitola seznamuje čtenáře s velmi stručným výčtem základních terminů a teoretických východisek práce. Pozornost je věnována principům ionizace plynů a fyzikální podstatě elektrického průrazu plynu. Oba jevy se ve zvýšené míře uplatňují při elektrostatickém zvlákňování.

Třetí kapitola je věnována úhelnému kamenu dizertační práce, určení elektrických parametrů letící kapalinové trysky. Je zde popsána autorova modifikace metody měření elektrického proudu kapalinovou tryskou, která díky použití osciloskopu jako zobrazovací a záznamové jednotky, umožňuje sledovat změny proudu tryskou v čase a tím i změny celkové energie během procesu. Dále jsou uvedeny možné důsledky měření proudu tryskou a ideový návrh metody zpětnovazebního řízení výkonu elektrostatického zvlákňování.

Elektrický vítr je dalším důležitým jevem provázejícím existenci reálných zařízení pracujících s vysokým napětím. Právě k tomu ve vztahu k elektrostatickému zvlákňování autor obrací pozornost v kapitole čtvrté. Výsledkem je praktické pravidlo pro konstruktéry zvlákňovacích zařízení.

Aby bylo možné při konstrukci a seřizování zařízení zviditelnit dynamické děje v elektrickém poli, byla v páté kapitole navržena a vyzkoušena velmi jednoduchá a účinná metoda zviditelnění proudění vzduchu mezi elektrodami zvlákňovacího zařízení v silném elektrickém poli pomocí vodní mlhy.

V Rennekerově (2008) práci je uveden model chování trajektorie letící kapalinové trysky. V šesté kapitole je polemizováno na základě zjištěných skutečností s východiskem Rennekerova modelu. Experimentem byl potvrzen zanedbatelný vliv magnetických polí orientovaných kolmo na letící kapalinovou trysku díky nízkým rychlostem pohybu nabitě kapalinové trysky prostorem.

V poslední části práce jsou shrnuty dosažené výsledky a zhodnoceny přínosy dizertační práce. Jsou zde uvedeny i náměty pro další zkoumání velmi komplikovaného jevu, jakým bezesporu elektrostatické zvlákňování je.

2 Elektrické parametry kapalinové trysky

Na všechny procesy v přírodě je potřeba energie a pro další práci je v první řadě nutné zjistit, kolik energie je spotřebováváno a přeměňováno ve spinneru během zvlákňování. Množství energie lze nejnadhěji změřit tak, že změříme proud, který protéká zařízením. Kde se prostorem pohybují elektrické náboje, tam se pohybuje i hmota, na kterou jsou náboje vázány. Časové změny průtoku proudu zařízením tak vypovídají o pohybu elektricky nabitě hmoty – polymerního roztoku.

Elektrická práce se spotřebovává na veškeré jevy spojené s elektrostatickým zvlákňováním. Vzhledem ke značné komplikovanosti zkoumaného jevu určitě nebude výčet úplný. Práce se spotřebovává například na:

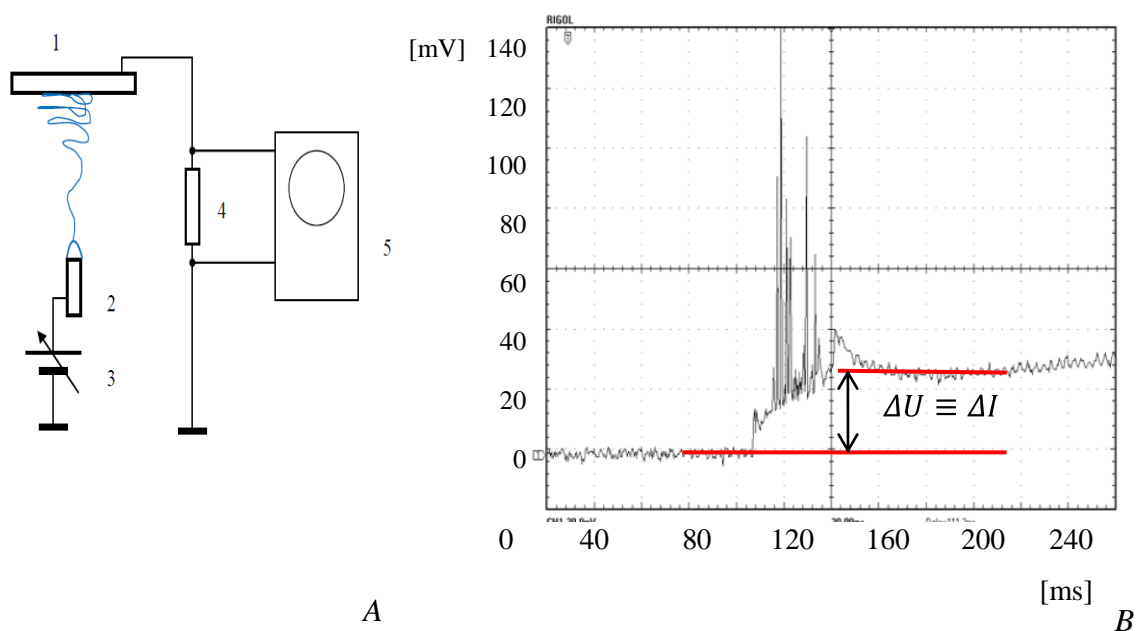
- uspořádání makromolekul v polymerním roztoku do stavu vhodného ke zvlákňování
- růst kapilární vlny, vystavění Taylorova kužele (zafixování hladinové vlny, její růst proti směru zemské tíže)
- odstranění rozpouštědla v malé oblasti kolem kužele tak, že roztok zvýší svoji koncentraci a vzniklá kapalinová tryska má dostatečné mechanické vlastnosti pro zvlákňování
- přitažení kapalinové trysky k protielektrodě a vyformování kapalinového proudu ionizací vzduchu v okolí zvlákňovací elektrody vlivem velké intenzity elektrického pole
- vznik tzv. *elektrického větru* tvořeného ionty jedné polarity, který značnou rychlostí proudí od elektrody pryč
- rychlé odstranění rozpouštědla spolu s elektrickým nábojem z kapalinové trysky a uspořádání makromolekul polymeru do podoby žádaného vlákna
- vytvoření nového povrchu kapalinové trysky

Při zvyšování napětí na zdroji po překročení kritického napětí a tím i kritické intenzity elektrického pole (viz výše) dojde k přechodovému jevu, který doprovází vznik elektrostatického zvlákňování vždy. Po odeznění přechodového jevu se oscilogram ustálí na úrovni, která odpovídá ustálenému proudu kapalinovou tryskou (obvodem spinneru). Z oscilogramů (viz *obr. 2.2*) lze vyčíst například:

- z plochy vymezené křivkou oscilogramu množství elektrického náboje, který se v daném okamžiku účastní zvlákňování
- celková elektrická práce a tím i energie, která se spotřebovává v obvodu při procesu elektrostatického zvlákňování
- doba, po kterou probíhají přípravné procesy před výtryskem kapalinové trysky (Hazuchová 2010)
- doba, po kterou zvlákňování probíhá
- z průběhu ustáleného proudu při zvlákňování lze zřejmě na základě Fridrikh (2003) a Yu (2006) odhadnout i aktuální průměr vláken, které právě vznikají
- když při zvlákňování během krátkého časového úseku vznikne několik kapalinových trysek, na oscilogramu se tato skutečnost projeví skokovou změnou ekvidistantního odstupňování jednotlivých úrovní oscilogramu. Z toho lze usoudit,

že přesným a citlivým měřením proudu při zvlákňování například pomocí technologie NANOSPIDER™ lze určit aktuální počet Taylorových kuželů a tím i kapalinových trysek. Pomocí zpětné vazby na řízení proudu zdroje vysokého napětí lze zřejmě udržovat počet trysek konstantní a vyrábět tak rovnoměrné vrstvy nanovláken

Schéma zapojení měřicího obvodu je na obrázku *obr. 2.1*.



Obr. 2.1: A - schéma zařízení pro měření elektrického proudu kapalinovou tryskou. 1-kolektor, 2-zvlákňovací elektroda, 3-regulovatelný zdroj vysokého napětí, 4-snímací odpor, 5-osciloskop. B - Typický průběh elektrického proudu kapalinovou tryskou v čase. Kladná polarita na zvlákňovací elektrodě.

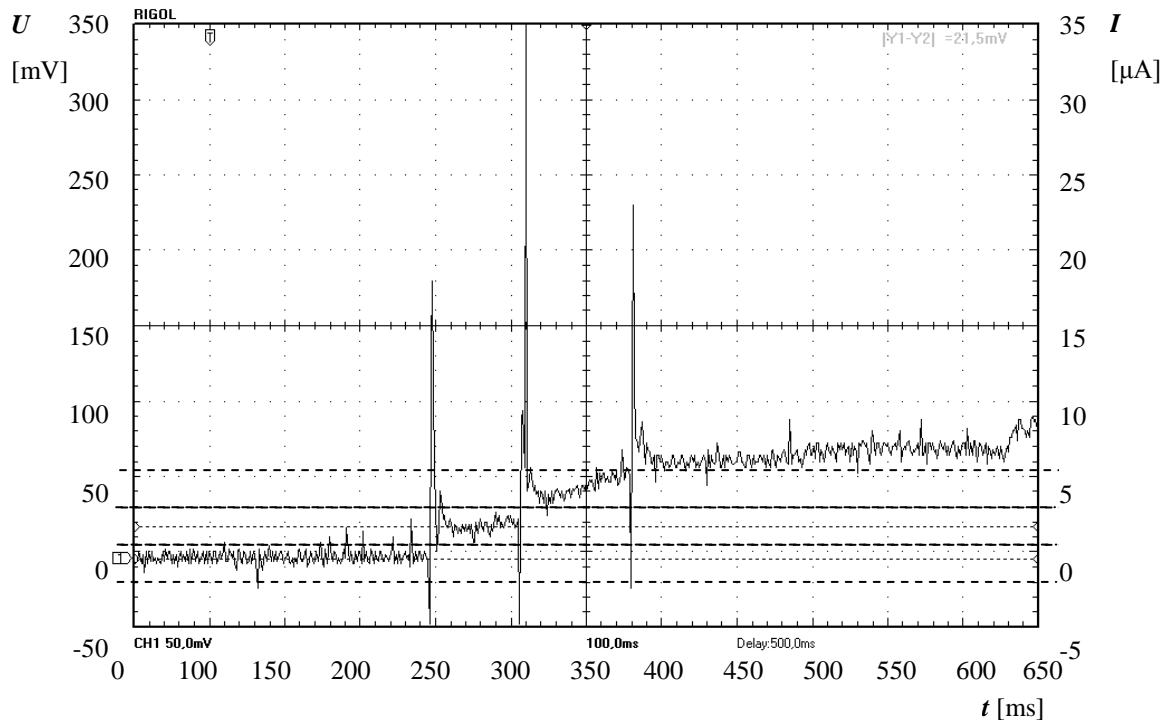
V okamžiku vytváření vodivého kanálu ve vzduchu mezi elektrodami je proudová špička značně veliká. Velikost proudu v ustáleném stavu se ve spinneru po přepočtu pohybuje mezi 0,5 – 2,0 μA na jednu kapalinovou trysku prakticky bez rozdílu druhu zvlákňovaného polymeru (Kubánek 2009). Kapalinová tryska po vytažení ze špičky Taylorova kužele tak prakticky „zkratuje“ obě zvlákňovací elektrody. Protože se jedná o velký odpor kapalinové trysky, nezanikne během „zkratu“ elektrické pole úplně, ale ustálí se spolu s kapalinovou tryskou v jisté energetické rovnováze.

Takto změřený proud odpovídá energii, která se spotřebovává na tvorbu vlastního vlákna (a dalších procesů s tvorbou vlákna spojených) a na produkci *elektrického větru*, o které bude pojednáno dále.

2.1 Řízení a regulace výkonu zvlákňování

Pozorujeme-li při zvlákňování na tyčce z kapky roztoku vznik více kuželů, projeví se na oscilogramu odstupňované skoky odpovídající průtoku proudu jednotlivými kuželů. Velikost skoků oscilogramu je téměř konstantní, to znamená, že i jednotlivé kužely a lze

předpokládat, že i kapalinové trysky mají velmi podobné rozměry. Daný roztok s danými vlastnostmi za daných podmínek potřebuje konstantní množství energie k tomu, aby se uskutečnily všechny procesy spojené se zvlákněním. Ilustrace uvedeného tvrzení je na obr.2.2.



Obr. 2.2 Oscilografický záznam vzniku několika kapalinových trysek. Jednotlivé úrovně proudu při zvlákněvání jsou v ekvidistantních vzdálenostech přibližně 21,5 mV, což odpovídá proudu 2,15 μA na jednu kapalinovou trysku.

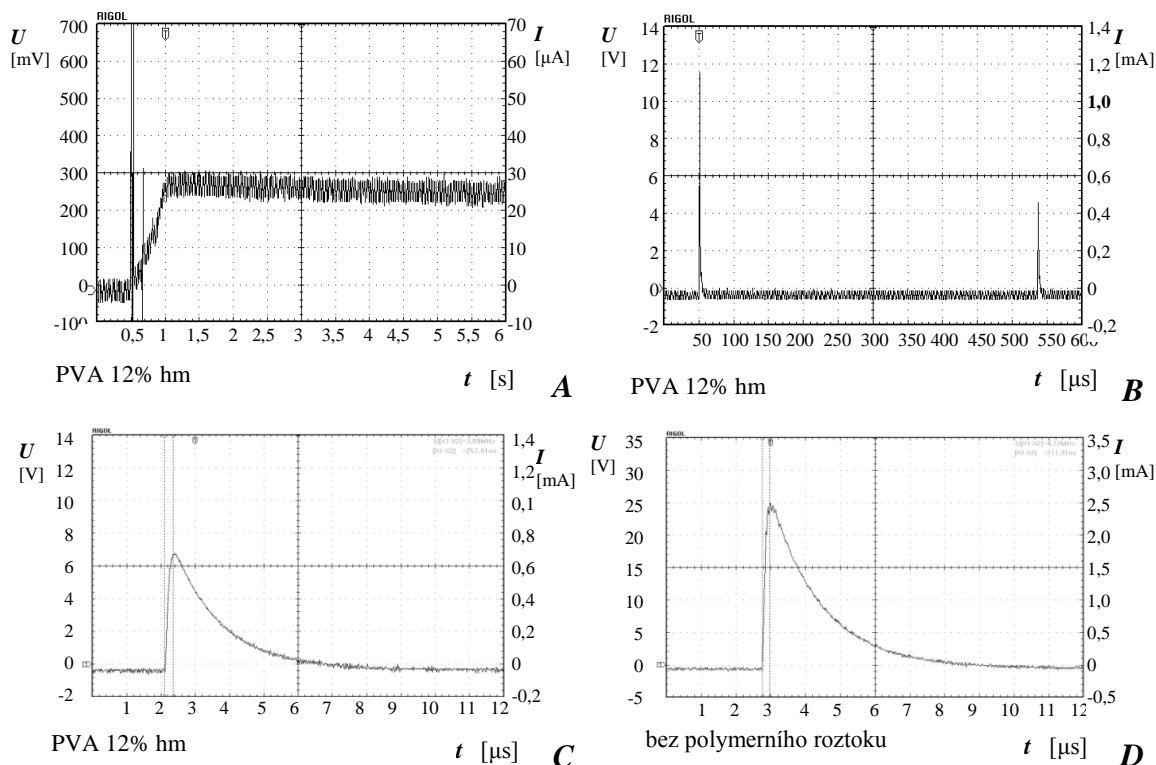
2.2 Ideový návrh regulátoru

Mějme citlivé, přesné a dostatečně rychlé měřidlo proudu. V okamžiku vzniku zvlákněvání bude odečtena hodnota elektrického proudu jednou kapalinovou tryskou. Změřená hodnota bude vynásobena požadovaným počtem kapalinových trysek a získaná hodnota bude nastavena v regulátoru proudu vysokonapěťového zdroje jako hodnota žádaná. Žádanou hodnotu bude regulátor porovnávat s aktuální velikostí elektrického proudu tekoucího uzemňovacím přívodem kolektoru a pomocí záporné zpětné vazby bude proud dodávaný do obvodu spinneru udržován na žádané úrovni. Používané moderní zdroje vysokého napětí jsou často vybaveny svorkovnicemi pro připojení externího řízení proudu a napětí. Lze tak snadno připojit navrhovaný regulátor ke zdroji vysokého napětí.

2.3 Koronové výboje

Náběžná hrana zaznamenaných proudových špiček trvá po dobu cca 300 ns, což řádově odpovídá tzv. době výstavby výboje 10^{-7} až 10^{-8} s (Siroťinský a kol. 1956), které vyplývají ze strimérní teorie vzniku elektrického výboje (Hassdenteufel a kol.

1978). Při sejmutí průběhu s vhodným nastavením časové základny osciloskopu je patrné, že počáteční špičky před zvlákňováním jsou totožné se záznamem průběhu proudu při koronovém výboji. Na *obr. 2.3* jsou zachyceni reprezentanti koronových výbojů jak při zvlákňování, tak i bez přítomnosti polymerního roztoku.



Obr. 2.3 Koronové impulsy na začátku zvlákňování: A- dva impulsy na začátku elevace oscilogramu, časová základna 500 ms/dílek, B- impulsy sejmuté s časovou základnou 50 µs/dílek, C- jeden impuls sejmutý, délka náběžné hrany 257 ns, D- koronový impuls sejmutý pro porovnání bez polymerního roztoku s časovou základnou 1µs/dílek, délka náběžné hrany 212 ns.

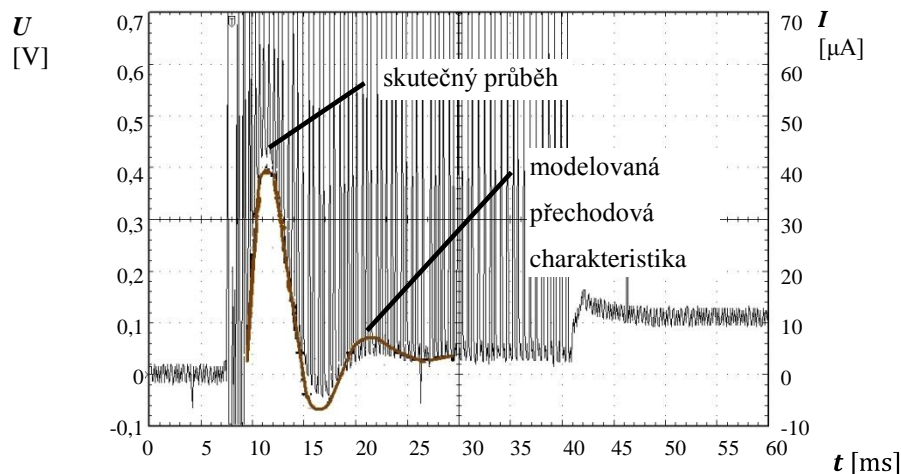
2.3.1 Modelování přechodového děje při elektrostatickém zvlákňování

Přechodový děj, ke kterému dochází při zapnutí vysokého napětí na spinner, můžeme rozdělit na dvě charakteristické oblasti. V první oblasti dochází ke vzniku koronového výboje, který „připraví“ prostředí mezi elektrodami spinneru pro zvlákňování. Prakticky vodivě spojí opakovaně po velice krátkou dobu obě elektrody. V oscilogramech sejmutých s rozlišením časové základny přibližně 5 ms/dílek jsou v této oblasti potom pozorované typické silně tlumené oscilace, na nichž jsou namodulovány špičky odpovídající koronovým výbojům s podstatně vyšší frekvencí, než mají koronové výboje mezi suchými elektrodami. Příklad takové oscilace spolu s modelovanou přechodovou charakteristikou je na *obr. 2.4*. V druhé oblasti dochází k vytvoření vlákna a spinnerem teče ustálený proud (cca 2µA).

Tlumené oscilace doprovází vždy sepnutí reálného elektrického obvodu popsaného svou indukčností, odporem a kapacitou. Spinner je v uspořádání jehla – deska,

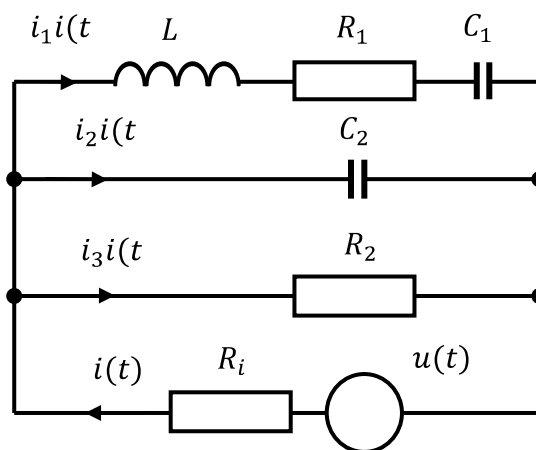
tyč – deska, nebo válec – deska. V principu jsou možná i jiná uspořádání, ale vždy se jedná z elektrotechnického pohledu o reálný asymetrický kondenzátor, na který je připojeno vysoké napětí. Přívody ke spinneru mají zanedbatelnou indukčnost a velmi malý odpor. Kapalinová tryska má však primárně odpor velmi velký (řádově $G\Omega$). Předpokládáme, že vysokonapěťový zdroj má vnitřní odpor R_i .

Nejlépe jsou oscilace pozorovatelné tehdy, když polymerní roztok ideálně nezvlákňuje, ale vykazuje po jistou dobu efekt tzv. *elektrostatického rozprašování* (*electrospraying*), který se v oscilogramu projevuje jako řada pravidelných jehlových koronových impulsů.



Obr. 2.4 Srovnání modelované přechodové charakteristiky se skutečným průběhem. Použitý roztok byl PVA 12% hm ve vodě s přídavkem 1% hm NaCl, zvlákňovací elektroda tyč o ϕ 6 mm, kolektor ϕ 150 mm, vzdálenost elektrod 70 mm a napětí + 25 kV na zvlákňovací elektrodě.

Pomocí změřených parametrů přechodové charakteristiky lze navrhnout náhradní zapojení obvodu spinneru s kapalinovou tryskou. Parametry náhradního zapojení uvedeného na obr. 2.5 byly určeny pomocí aproximace změřené přechodové charakteristiky uvedené v obr. 2.4 a jsou v tab. 2.1.



Obr. 2.5 Náhradní elektrické schéma spinneru.

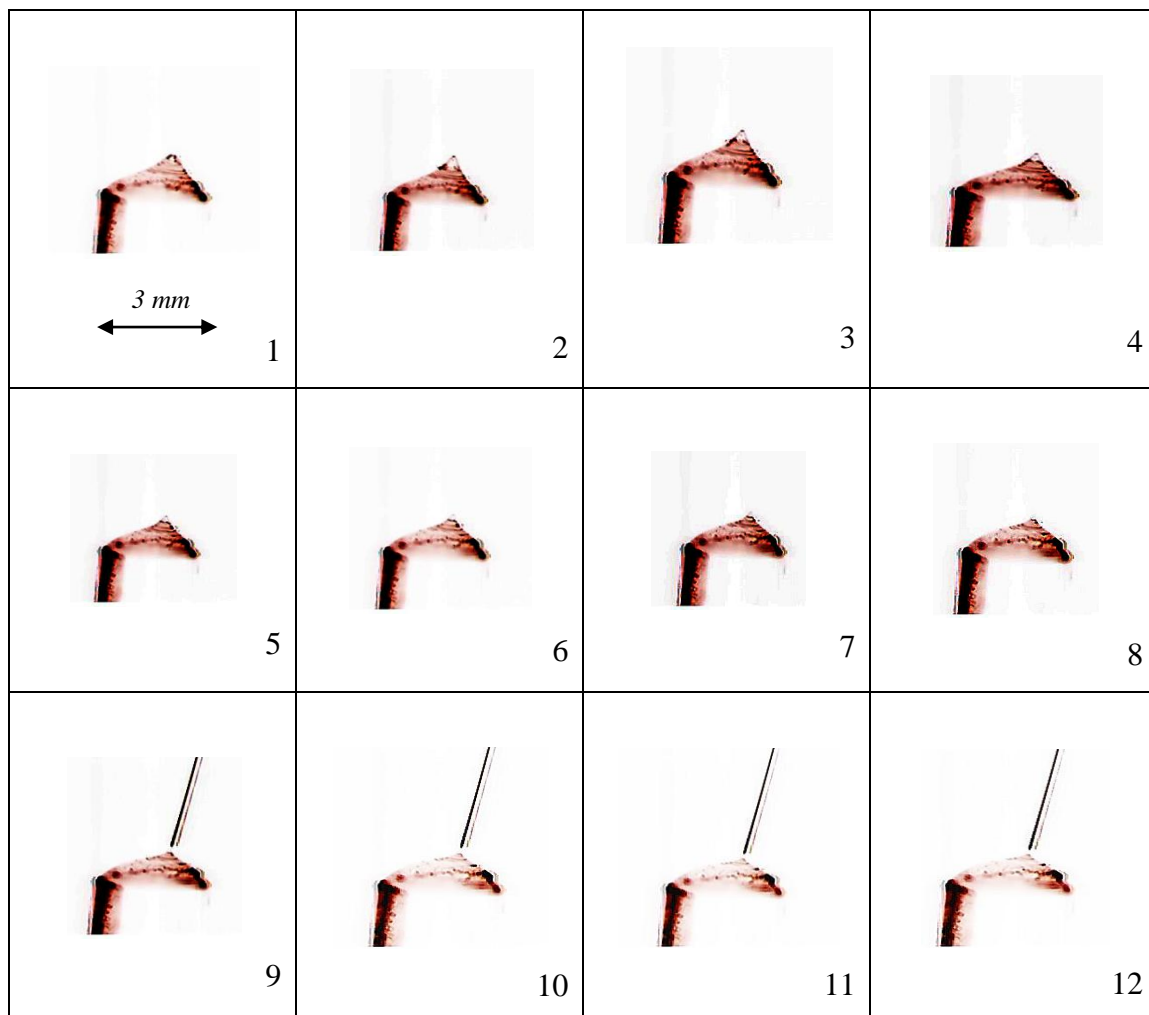
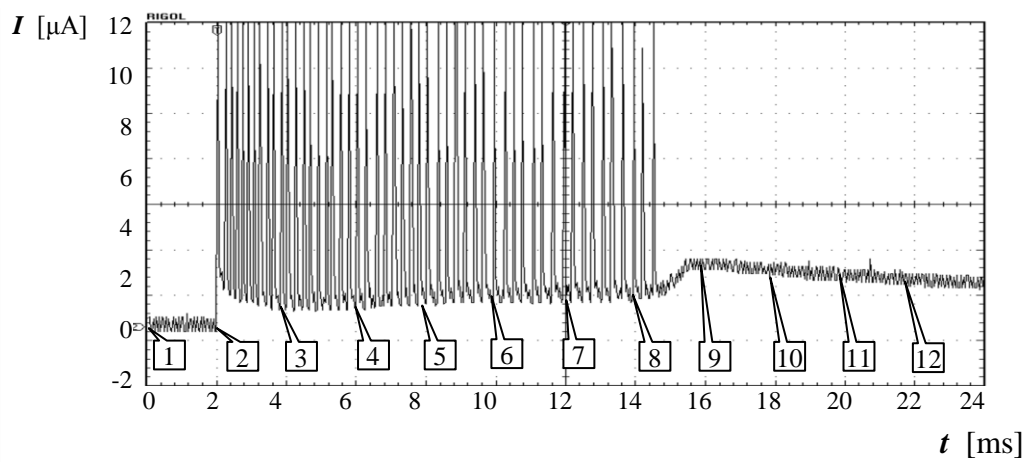
Tab. 2.1 Hodnoty elektrických prvků použitých v simulačním schématu.

Veličina	Hodnota
C_1 – odpovídá poddajnosti vlákna	0,1 μF
C_2 – kapacita zvlákňovacího zařízení	10 pF
R_1 – odpovídá mechanickému tlumení, ke kterému dochází při tvorbě vlákna	16 k Ω
R_2 – odpor prostředí mezi elektrodami	10 G Ω
L – odpovídá velikosti pohybujících se hmot ve vláknu	0,5 H
R_i – vnitřní odpor VN zdroje	cca 10 M Ω

2.3.2 Změna frekvence koronových výbojů v závislosti na vlastnostech roztoku

Z oscilogramů je patrné, že elektrostatické zvlákňování vždy začíná aspoň jednou proudovou špičkou, která je zřejmě obrazem vytváření vodivého kanálu ve vzduchu. V optimálním případě, při vhodném složení a koncentraci zvlákňovaného roztoku, je zaznamenána jen jedna proudová špička a poté bezprostředně pokračuje záznam proudu odpovídajícího ustálenému zvlákňování. Častější je, že je zaznamenáno špiček více. Podařilo se zaznamenat pomocí rychlokamery OLYMPUS i-speed 3 při rychlosti snímání 5000 snímků/s vytváření Taylorova kužele současně s osciloskopickým záznamem. Byl použit vodný roztok polyvinylalkoholu o hmotnostní koncentraci 12%, napětí 25 kV s kladnou polaritou na zvlákňovací elektrodě, průměr zvlákňovací elektrody

3 mm, průměr kolektoru 150 mm, vzdálenost elektrod 100 mm. Výsledky jsou na obr. 2.6.



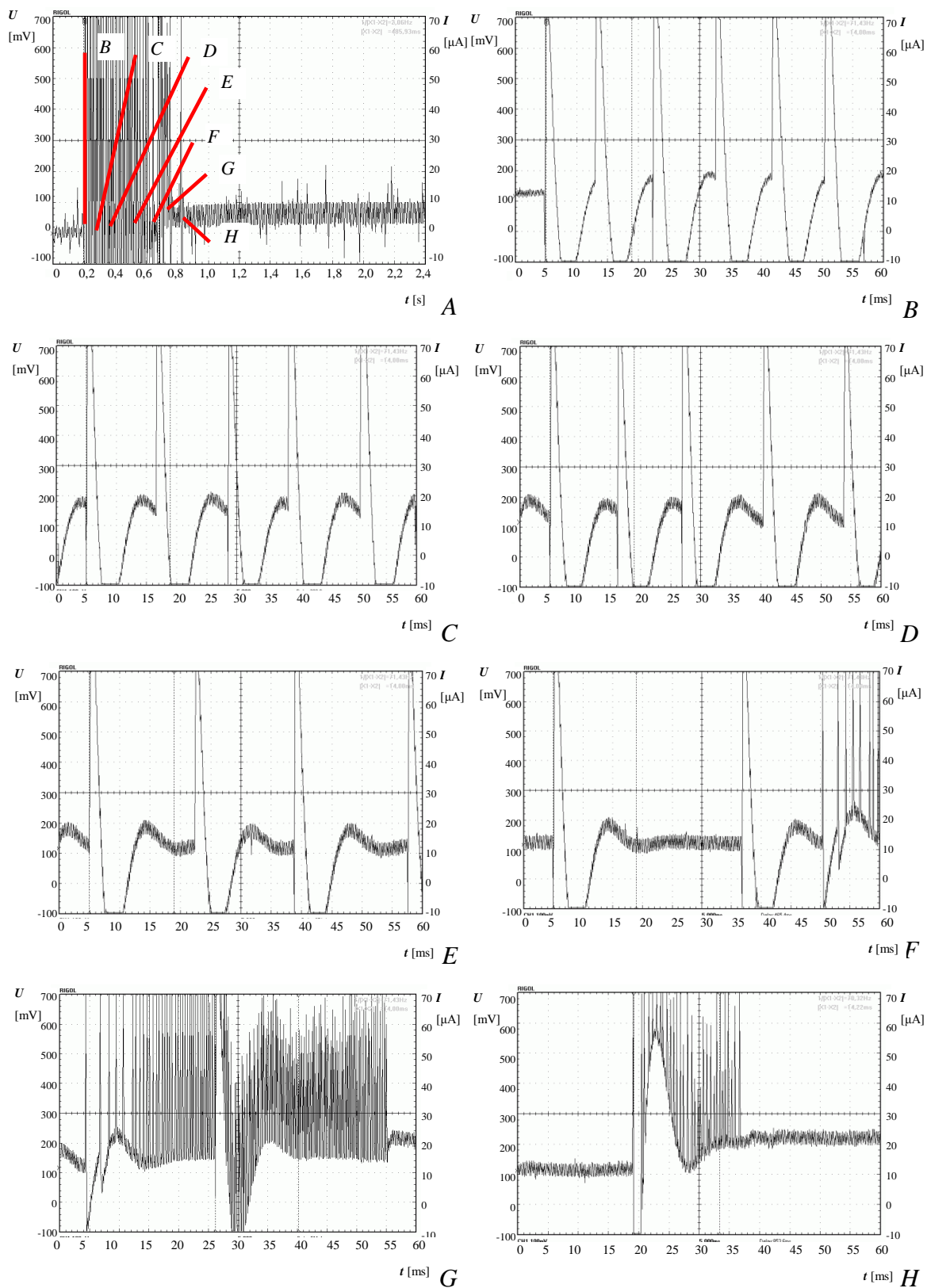
Obr. 2.6 Kinogram získaný ze záznamu rychlokamery Olympus i-speed3. Pro lepší zřetelnost použito negativní zobrazení. Synchronizováno se záznamem průběhu proudu pomocí osciloskopu RIGOL DSC 1102C.

Ze záznamů je vidět, že nejdříve Taylorův kužel roste a vytváří se bez měřitelné odezvy na oscilogramu. V okamžiku maximální velikosti a ostrosti kužele se ze špičky uvolní zřejmě jistá část hmoty (rozpouštědla). Tento jev je zaznamenán na oscilogramu v podobě první proudové špičky. Poté začíná Taylorův kužel plynule klesat, zmenšovat se a zplošťovat do okamžiku, kdy vyšlehne kapalinová tryska. Lze předpokládat, že každá proudová špička na oscilogramu představuje záznam jisté *mikropulsace* Taylorova kužele doprovázené vyprašováním rozpouštědla z kužele.

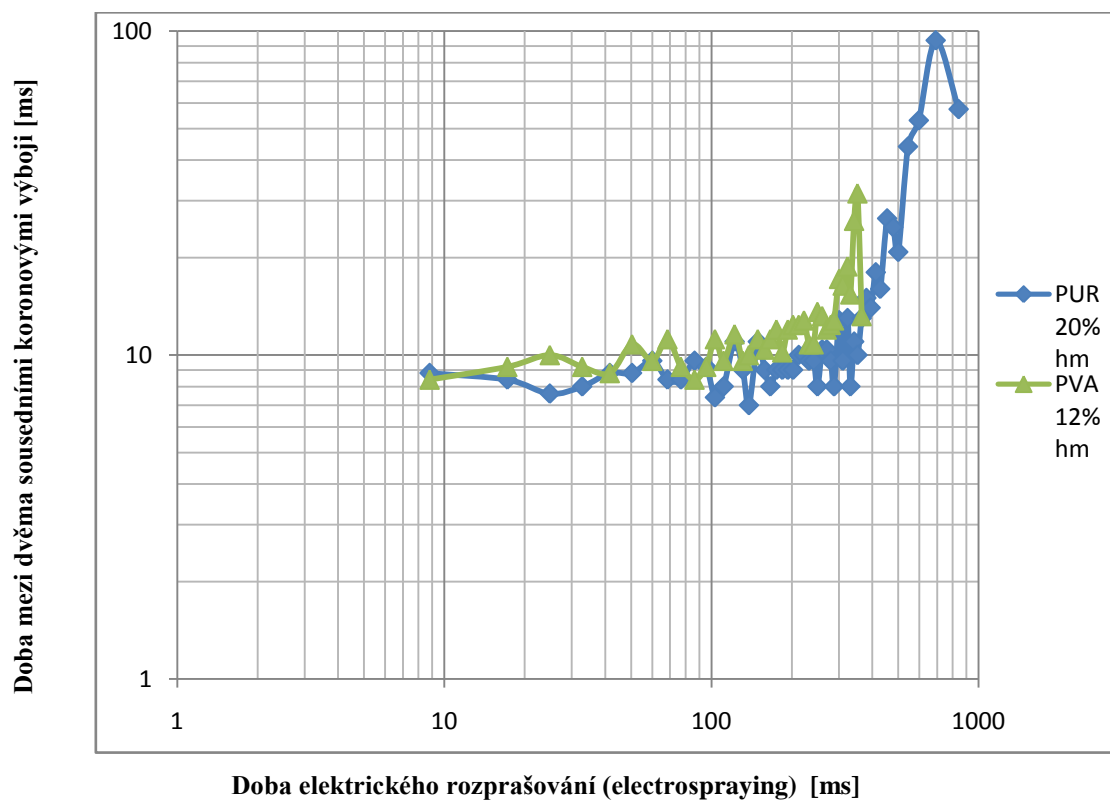
Na *obr. 2.7 A* je záznam přechodového jevu před zvlákňováním. Jeho roztažením v čase jsme získali dlouhou řadu oscilogramů, z nich je na *obr. 2.7 B - H* reprezentativní výběr. Na *obr. 2.7 A* je záznam přechodového jevu před zvlákňováním zaznamenaný s rozlišením časové základny na 200 ms/dílek. Na dalších obrázcích jsou uvedeny oscilogramy získané z původního záznamu „roztažením v čase“ s rozlišením časové základny 5 ms/dílek. Hodnoty byly odečteny z oscilogramu tak, že byla odečítána doba vždy od první zaznamenané špičky a rozdíly byly zaneseny do tabulky. Na obrázcích E – H je též patrný tlumený kmit daný elektrickými parametry zvlákňovacího zařízení.

Z hodnot v tabulce byl potom sestaven graf na *obr. 2.8*, ze kterého je patrná velmi zajímavá závislost mezi dobou mezi dvěma koronovými výboji – špičkami a délkou přípravné fáze zvlákňování (electrospraying). V případě roztoku PVA byla rozpouštědlem voda a v případě roztoku PUR byl rozpouštědlem dimethylformamid. Oba roztoky byly tedy diametrálně chemicky odlišné. Ze získaných hodnot a grafu je však zřejmé, že tendence prodlužování doby mezi dvěma špičkami je prakticky stejná

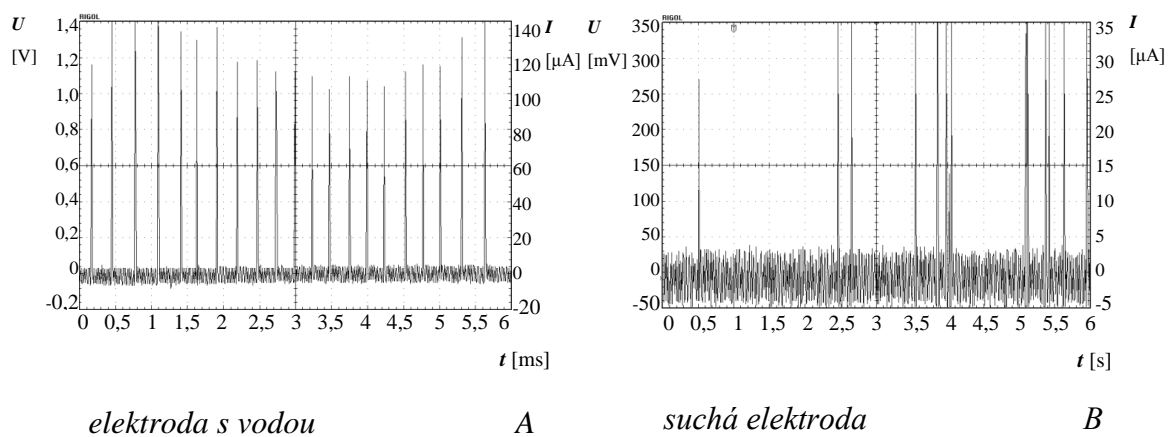
Na základě uvedených pozorování lze vyslovit hypotézu, že je nutné odstranit rozpouštědlo z Taylorova kužele do té míry, kdy se vlivem elektrického pole makromolekuly pravděpodobně zorganizují do jisté vrstevnaté struktury. Tato „kvaziblána“ potom vytvoří povrch Taylorova kužele a je uchopena elektrickým polem a vytvoří se vlákno.



Obr. 2.7 Příklad oscilogramu postupně se zvětšující doby mezi koronovými výboji. Vybrány některé typické snímky.



Obr. 2.8 Grafické vyhodnocení prodlužování doby mezi dvěma sousedními koronovými výboji.



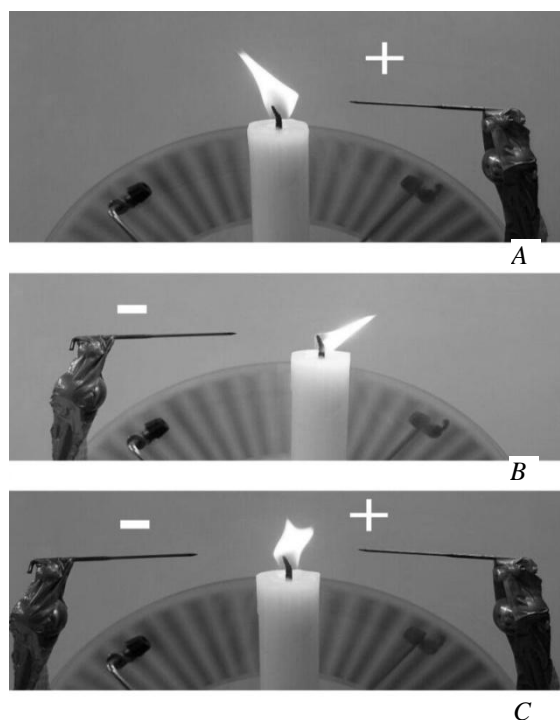
Obr. 2.9 Srovnání charakteru koronových impulsů vzniklých za přítomnosti vodní hladiny na zvláknovací elektrodě (A) a impulsů vzniklých na suché elektrodě (B).

Pro porovnání jsou na *obr. 2.9* uvedeny dva příklady záznamů koronových výbojů. Koronové výboje, které se objevují na vodní hladině díky její destabilizaci silným elektrickým polem, se vyznačují značnou pravidelností danou zřejmě tím, že kapalina vytváří na své hladině elektrohydrodynamické oscilátory. Naproti tomu koronové výboje zaznamenané pomocí suchých elektrod bez jakýchkoliv kapalin vykazují nepravidelný, náhodný charakter.

Za povšimnutí stojí fakt, že koronové impulsy za přítomnosti vodní hladiny se objevují se značně vyšší frekvencí, než impulsy na suché elektrodě. Impulsy za přítomnosti vody byly snímány s rychlostí časové základny 500 μ s/dílek při napětí +20 kV na tyčové zvlákňovací elektrodě o průměru 6 mm a vzdálenosti od uzemněného kolektoru 70 mm. Kolektor tvořila kruhová kovová deska o průměru 150 mm. Impulsy při suché elektrodě byly snímány za stejných geometrických a napěťových parametrů s tím rozdílem, že rychlost časové základny byla 500 ms/dílek.

3 Elektrický vítr

V této kapitole pojednáme o dávno známém fenoménu, který se vyskytuje spolu s vysokým napětím v plynech vždy, jako důsledek ionizace plynu za silné intenzity elektrického pole a tvaru elektrického pole a působení elektrických sil. Název *elektrický vítr* je vlastně fyzikálně nesprávný termín, ale je velmi názorný a praktický a budu ho v práci používat.



Obr. 3.1 Ohýbání plamene svíčky pomocí elektrického větru různých polarit. A - ohýbání plamene větrem kladné polarit, B - ohýbání plamene větrem záporné polarit, C - ohýbání plamene oběma větry současně, záporný vítr převažuje.

Vezměme Wimshurstovu influenční elektřinu (jedná se o plovoucí zdroj napětí obou polarit) a připojme postupně k oběma jejím elektrodám ostré jehly a mezi ně umístíme svíčku. Výsledek kvalitativního experimentu je znázorněn na *obr. 3.1*.

Z obrázku je zřejmé, že vítr záporné polarity převáží nad větrem polarity kladné právě v důsledku skutečností uvedených na konci kapitoly 2.2 v práci. Elektrický vítr vane od elektrod poměrně značnou rychlostí. Tento experiment a na něj navazující zjištění byla popsána Lukášem a kol. (2009) (kapitola autora této práce 7.1).

3.1 Vliv velikosti elektrod na zvlákňování

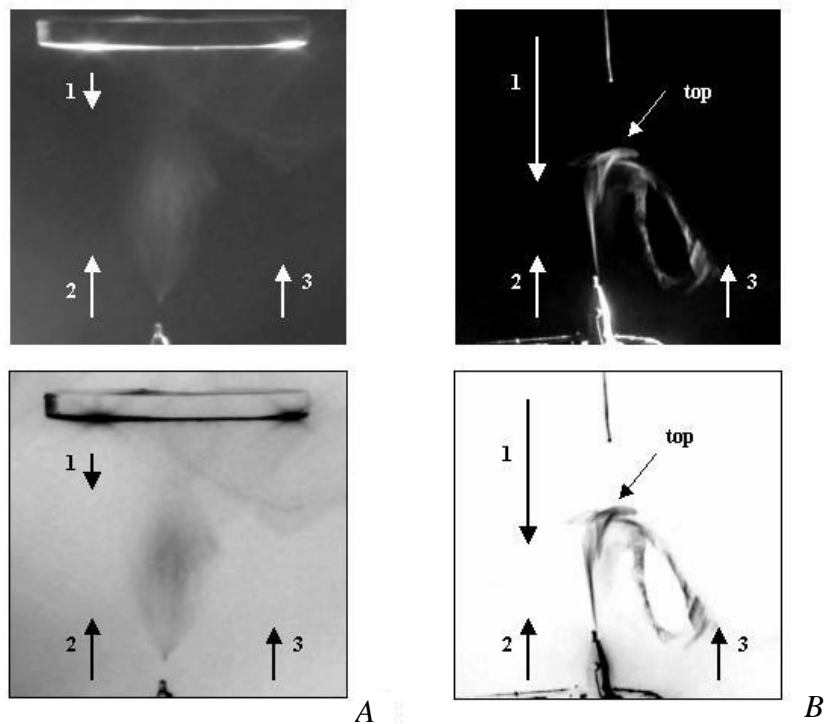
Na *obr. 3.1* je znázorněn triviální pokus, který ukazuje, že elektrický vítr vanoucí ve směru od záporné elektrody je silnější než vítr vanoucí od elektrody kladné za předpokladu stejně velikých elektrod. Tento experimentální poznatek dobře koresponduje se zjištěními z literatury uvedenými na konci kapitoly 2.2 dizertační práce. V praxi bylo pozorováno jisté „anomální“ chování vláken v případě, kdy nad válečkem technologie NANOSPIDER™ byla natažena kovová struna a paralelně s ní v bezprostřední blízkosti nit. Cílem takového uspořádání bylo povrstvit nit nanovlákný proto, aby výsledný výrobek měl dobré mechanické vlastnosti a zároveň vykazoval výhodné vlastnosti spojené s nanovláknovým materiálem (po dlouhé práci se podařilo týmu prof. Jirsáka technologii zvládnout).

3.2 Pravidlo pro konstrukci spinnerů

Na *obr. 3.2* je porovnání chování trajektorie letu kapalinové trysky ve dvou případech. Když je kolektor podstatně větší než zvlákňovací elektroda, kapalinová tryska směřuje ke kolektoru. V případě, kdy se rozměry kolektoru blíží rozměrům zvlákňovací elektrody, kapalinová tryska směřuje od kolektoru pryč. Na základě empirických pokusů popsaných v dizertační práci lze potom vyslovit empirické pravidlo pro konstruktéry zařízení pro elektrostatické zvlákňování:

Je-li poměr nejmenších rozměrů zvlákňovacích elektrod menší nebo roven 1:10, lze očekávat značné problémy při ukládání nanovláken na kolektor.

Působení elektrického větru je v praxi často podceňováno a opomíjeno. Domníváme se, že vhodným využitím elektrického větru vanoucího od vhodně umístěných jehel bude možné vzniklá vlákna fokusovat a hlavně řízeně ukládat do vrstev se žádanou strukturou. Použití stlačeného vzduchu z polohovatelných trysek je také možné, ale vyžaduje zdroj stlačeného vzduchu a jeho citlivé řízení. Produkci elektrického větru v dostatečné míře lze řídit jednoduše změnou velikosti napětí přivedeného na jehly nebo hrany. Navíc lze očekávat značně nižší energetickou náročnost než v případě stlačeného vzduchu.



Obr. 3.2 Zakřivení trajektorie letu kapalinové trysky v závislosti na vzájemném poměru rozměrů zvlákňovacích elektrod vlivem elektrického větru. Fotografie jsou pro lepší názornost převedeny do negativního zobrazení. Obrázek A představuje trajektorii letu trysky ve spinneru jehla – deska. Průměr jehly je 0,7 mm, průměr kolektoru je 150 mm. Obrázek B představuje trajektorii letu trysky ve spinneru jehla – hrot. Průměr jehly je 0,7 mm, průměr kolektoru 1,8 mm. Vektor 1 představuje směr a poměrnou velikost elektrického větru od kolektoru, 2 představuje směr a poměrnou velikost elektrického větru od zvlákňovací elektrody a 3 představuje směr a poměrnou velikost počáteční přitažlivé elektrické síly (Lukáš 2009, kapitola 7.1 autora této práce).

Z obr. 3.2 je zřejmé, že obrácení proudu nanovláken je možné jedině proto, že kapalinová tryska velmi rychle ztrácí elektrický náboj. Pokud by tomu tak nebylo, musela by být vlákna elektricky přitahována k protielektrodě bez ohledu na účinek elektrického větru.

3.3 Ztráta elektrického náboje kapalinové trysky

Základem elektrostatického zvlákňování je tedy podle nejjednodušší představy přitahování nesouhlasných elektrických nábojů. Polymerní roztok má například hmotnostní koncentraci 10%. Vzniklá vlákna dopadají na kolektor suchá nebo téměř suchá. Dráha letu je daná vzdáleností elektrod, která se nejčastěji pohybuje kolem 10 cm. V praxi to znamená, že v uvedeném případě se musí téměř veškeré rozpouštědlo odstranit z kapalinové trysky velmi rychle do té míry, aby vlákna zůstala vlákny a po dopadu na kolektor se zpětně nerozpustila.

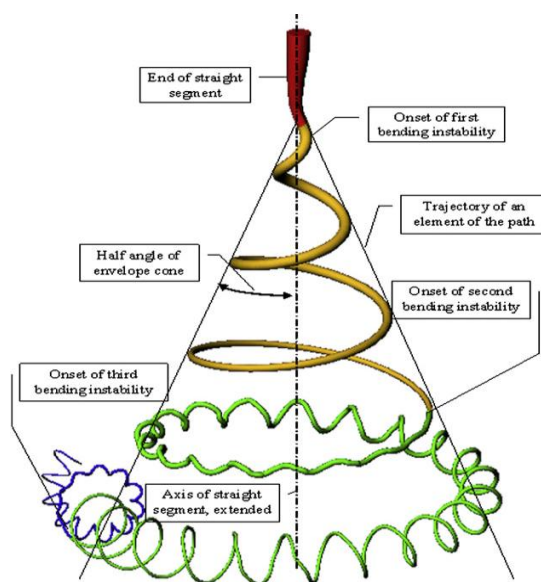
3.3.1 Experimentální určení ztráty elektrického náboje

Na základě skutečnosti, že se dva souhlasné náboje odpuzují a síla klesá s kvadrátem vzdálenosti mezi náboji, lze sestavit experimentální zařízení, s jehož pomocí by bylo možné aspoň kvalitativně odpovědět na otázku o ztrátě náboje z kapalinové trysky. Předpokládejme, že kapalinová tryska při zvlákňování má konstantní elektrický náboj a stejný náboj (i jeho velikost) si podrží vzniklá nanovlákná. Pohybujeme podél kapalinové trysky kulovou elektrodou spojenou se zvlákňovací elektrodou a pozorujeme výchylku kapalinové trysky. Z filmového záznamu bude potom možné určit aktuální výchylku od osy spinneru. Na ověření této myšlenky jsme navrhli téma diplomové práce, které se úspěšně zhostil již Chvojka (2008). Metodika a výsledky jsou uvedeny v dizertační práci.

4 Hypotéza o magnetickém původu vzniku bičující nestability

kapalinové trysky

Reneker (2008) ve své práci uvádí své vysvětlení příčin vzniku bičující nestability při zvlákňování. Na převzatém obrázku *Obr.5.1* je idealizované vyobrazení trajektorie kapalinové trysky v prostoru. V práci je uveden viskoelastický model chování kapalinové trysky. Předpokládá rovnoměrnou hustotu elektrického náboje podél kapalinové trysky. Rozvlnění polymerní trysky je přičítáno odpudivým elektrickým silám souhlasných nábojů na smyčkách polymerních vláken.



Obr. 4.1 Idealizované zobrazení trajektorie kapalinové trysky v prostoru (Reneker 2008).

Idealizovaná trajektorie podle Renekera silně připomíná trajektorii nabitě částice v elektromagnetickém poli, ve kterém svírají osy vektoru intenzity elektrického pole a vektoru magnetické indukce pravý úhel. Elektrostatické zvlákňování obvykle probíhá v uspořádání, kdy osa spinneru je kolmá k zemi. V tomto případě je také kolmá k vodorovné složce magnetického pole Země, jejíž velikost má v našich zeměpisných šířkách hodnotu přibližně $19 \mu\text{T}$. Otázkou je, zda zbytkové náboje neznámé velikosti na vláknech budou při rychlostech pohybu vláken v prostoru schopny vyvolat tak silné magnetické pole, aby došlo ke znatelnému ovlivnění trajektorie. O správnosti této hypotézy se lze přesvědčit jednoduchým experimentem.

4.1 Návrh experimentu

Pokud zdatelně interagují zbytkové elektrické náboje na vláknech s magnetickým polem Země, dojde pravděpodobně také ke změně tvaru a velikosti obrazce, který tvoří vlákna dosednuvší na kolektor. V případě zrušení magnetického pole Země potom budou vlákna nesená pouze proudem elektrického větru velmi úzkým proudem. Výsledná vrstva vytvořená vlákny na kolektoru bude pravděpodobně kruhového tvaru a její průměr bude značně menší, než průměr vrstvy vytvořené za běžných podmínek. Analogicky bude vrstva značně většího průměru v případě zdatelného zesílení magnetického pole kolmo na osu zvlákňovacího zařízení.

Jestliže se nabitě těleso pohybuje určitou rychlostí v elektromagnetickém poli, potom na něj působí tzv. *Lorentzova síla*, která je určena vzorcem

$$\mathbf{F} = q(\mathbf{E} + \mathbf{v} \times \mathbf{B}) \quad (4.1)$$

kde \mathbf{F} je síla působící na elektrický náboj, q je elektrický náboj uvnitř elementu kapalinové trysky, \mathbf{E} je intenzita elektrického pole, \mathbf{v} je rychlost pohybu náboje a \mathbf{B} je magnetická indukce.

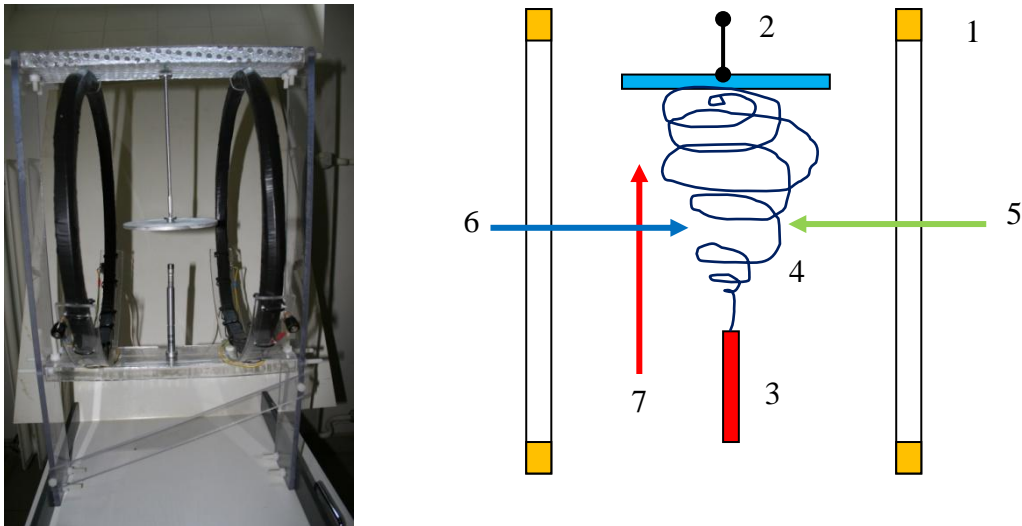
Elektrický náboj prošlý spinnerem za sekundu zjistíme měřením proudu tryskou, Intenzitu elektrického pole určíme ze vzdálenosti elektrod a přiloženého napětí (pro tento hrubý odhad použijeme hodnotu intenzity v polovině vzdálenosti mezi elektrodami), rychlost letu vláken nesených elektrickým větrem určíme hodnotou cca $5 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ a magnetickou indukci vezmeme rovnu $19 \mu\text{T}$ jako hodnotu vodorovné složky zemského magnetického pole. Hmotnost za jednotku času určíme vážením sušiny získaných vláken. Po dosazení hodnot $E = 286 \cdot 10^3 \text{ V}\cdot\text{m}^{-1}$, $B = 19 \cdot 10^{-6} \text{ T}$, $v = 5 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, $q = 6,6 \cdot 10^{-6} \text{ A}\cdot\text{s}$ do rovnice (5.1) získáme velikost síly působící na pohybující se vlákna $1,887 \text{ N}$. To je ale zjevně nesprávný výsledek z pohledu elektrostatického zvlákňování.

Vypočítaná síla je příliš velká na to, jak se v praxi vlákna pohybují. Správně zřejmě bude, vztáhnout jednotlivé členy rovnice (5.1) k intenzitě elektrického pole. Potom můžeme vzít rychlostně magnetický člen rovnice v absolutní hodnotě a získáme bezrozměrný koeficient velikosti účinku rychlostně-magnetického členu rovnice (4.1), který nazveme

$$\psi = \frac{|\mathbf{v} \times \mathbf{B}|}{|\mathbf{E}|}, \quad (4.2)$$

kde \mathbf{v} vektor rychlosti letu vláken, \mathbf{B} je vektor magnetické indukce a \mathbf{E} je vektor elektrické intenzity. Pokud dosadíme výše uvedené hodnoty při zanedbání orientace vektorů do rovnice (4.2), získáme výsledek $\Psi = 3,322 \cdot 10^{-10}$. Toto bezrozměrné číslo představuje, kolikrát má rychlostně magnetický člen menší vliv na trajektorii nabitých částic (i vláken) než člen elektrostatický z rovnice (4.1). Je velmi málo pravděpodobné, že se podaří makroskopicky ovlivňovat trajektorii kapalinové trysky pomocí proměnného magnetického pole. Magnetickou sílu působící na nabitá vlákna lze vyjádřit z rovnice (4.1). Dosadíme-li do vzorce (4.13) známé hodnoty, obdržíme velikost magnetické síly, která působí na letící vlákna, jako $F_m = 6,27 \cdot 10^{-10} \text{ N}$.

Předpoklad lze experimentálně ověřit tak, že celé zvlákňovací zařízení umístíme do říditelného magnetického pole. Schéma uspořádání experimentu je na *Obr. 5.4*. Takové dostatečně homogenní říditelné pole lze získat pomocí tzv. *Helmholtzových cívek*. Cívky vzniknou tak, že se klasický válcový solenoid de facto ve středu rozdělí na dva a výsledné cívky budou od sebe vzdáleny na polovinu průměru cívek. Potom magnetické pole mezi nimi lze považovat za dostatečně homogenní (Helmholtzových cívek se často používá pro kalibraci magnetometrů). Pro zvlákňovací zařízení je nutné získat homogenní magnetické pole přibližně v prostoru vymezeném krychlí o straně 100 mm. Výpočet cívek a model průběhu pole uvnitř není úplně triviální.



Obr. 4.2 Uspořádání pokusu pro ověření vlivu magnetického pole na elektrostatické zvlákňování. 1-Helmholtzovy cívky, 2-kolektor, 3-zvlákňovací elektroda, 4-kapalinová tryska, 5-směr vektoru magnetické indukce Helmholtzových cívek, 6-směr vektoru magnetické indukce zemského magnetického pole, 7-směr vektoru elektrické intenzity

Osu cívek je nutné orientovat pomocí kompasu podle místního magnetického poledníku. Kompas také slouží jako citlivý nulový indikátor magnetického pole a zároveň jako indikátor směru pole.

4.2 Výsledky experimentu

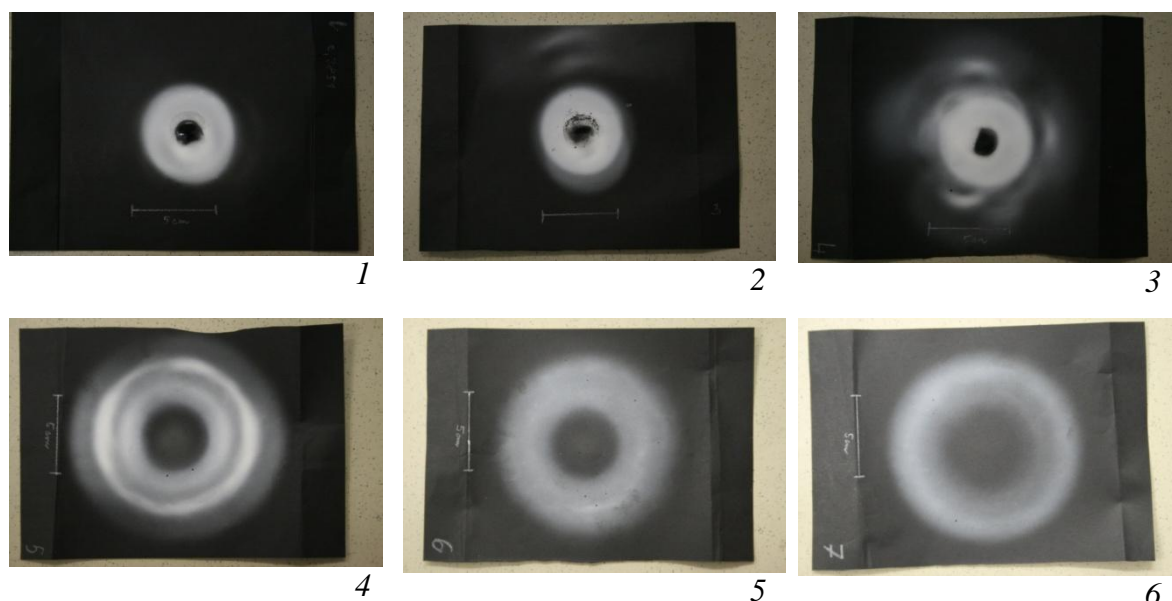
Realizované zkušební zařízení sestávající ze spinneru jehla – deska a Helmholtzových cívek podle návrhu je na *obr. 4.2*. Se zařízením bylo provedeno šest pokusů. Parametry jednotlivých nastavení zařízení a rozměry získaných nanovlákných vrstev jsou uvedeny v *tab. 4.2*. Jako zkušební roztok byl použit vodný roztok PVA 12% hmotnostních a zvlákňováno bylo vždy po dobu 3 minut. Cílem těchto pokusů bylo zjistit kvalitativně, zda má magnetické pole makroskopicky pozorovatelný vliv na ukládání nanovláken na kolektor a zda je myšlenka ovlivňování letu vláken bez dalších inkorporovaných magnetických částic v praxi využitelná.

Tab. 4.2 Parametry měření v magnetickém poli.

Číslo měření, vzorku	Magnetická indukce [μT]	Napětí [kV]	Proud kapalinovými tryskami [μA]	Hmotnost vláken [g]	Průměr vláken [nm]	Průměr obrazce nanovlákné vrstvy [cm]
1	19	+20	6,6	0,0128	168,77 \pm 35,18	5,08 \pm 0,23
2	0	+20	4,2	0,0252	179,49 \pm 44,46	5,57 \pm 0,15
3	563	+20	10,8	0,0185	144,88 \pm 33,77	5,66 \pm 0,11
4	19	-20	11,5	0,0078	175,23 \pm 43,42	13,6 \pm 0,28
5	0	-20	6,1	0,0119	136,43 \pm 35,36	11,9 \pm 0,13
6	563	-20	9,3	0,0082	126,91 \pm 35,13	11,7 \pm 0,17

Průměry vláken vykazují odchylky v závislosti na velikosti magnetické indukce a polaritě napětí, avšak nijak významné. Zajímavější jsou odchylky průměru nanovlákné vrstvy. Při vyhodnocení pomocí obrazové analýzy byla brána v potaz největší hustota pokryvu. Průměr vrstvy zhotovené při záporně nabitě zvlákňovací elektrodě je téměř dvojnásobný, než průměr vrstvy zhotovené za pomoci kladně nabitě zvlákňovací elektrody. Tento fakt lze opět přisoudit rozdílné rychlosti záporného a kladného elektrického větru a také faktu, že hotová vlákna mají již velmi malý elektrický náboj. Proto je záporný elektrický vítr donese odrazem od plného kolektoru

dále než vítr kladný. To má za následek podstatně větší průměr nanovláknenné vrstvy. Průměry vláken a průměry nanovláknenné vrstvy při dané polaritě se však příliš nemění vlivem magnetického pole.



Obr. 5.8 Tvar nanovláknenné vrstvy po zvláknění v magnetickém poli. Úsečka na obrázcích má délku 5 cm. Obrázky jsou číslovány shodně s tab. 5.2. Vzorky 1, 2 a 3 jsou vyrobeny s kladnou zvláknovací elektrodou při napětí +20 kV; 1- magnetická indukce 19 μT , 2 -magnetická indukce 0 μT , 3 -magnetická indukce 563 μT . Vzorky 4, 5 a 6 jsou vyrobeny se zápornou zvláknovací elektrodou při napětí -20 kV; 4 -magnetická indukce 19 μT , 5- magnetická indukce 0 μT , 6 -magnetická indukce 563 μT .

4.3 Výsledná doporučení

Nebyla pozorována za dané polarity elektrod významná změna ani v průměru nanovláknenné vrstvy na nosiči ani významná změna průměru vyrobených vláken v magnetickém poli Země, v poli nulovém a v poli mnohonásobně zesíleném (na průměr nanovláknenné vrstvy má zřejmě vliv pouze elektrické pole – viz obr. 5.8). To znamená, že v případě nemagnetických polymerních roztoků nemá magnetické pole makroskopicky pozorovatelný vliv na ukládání vláken a ani na jejich tloušťku. Je to způsobeno zřejmě tím, že náboj prošlý spinnerem je malý, rychlost letu vláken je také relativně malá a z kapitoly 3.3 je známý fakt razantní ztráty elektrického náboje kapalinové trysky. Potom nemůže vzniknout pohybem téměř vybitých vláken prostorem dostatečně silné magnetické pole na to, aby jeho interakce s magnetickým polem Země nebo polem mnohem silnějším, měla praktický význam. Při konstrukci a instalaci libovolných zvláknovacích zařízení není proto nutné brát zřetel na orientaci zařízení podle magnetických poledníků Země. Nelze také očekávat, že by bylo prakticky proveditelné řídit a fokusovat nemagnetickou kapalinovou trysku se vznikajícími nanovláknny pomocí běžně dosažitelné intenzity magnetického pole kvůli relativně nízké rychlosti pohybu v prostoru a malému elektrickému náboji.

5 Shrnutí dosažených výsledků

V práci se snažím obrátit pozornost odborné veřejnosti k problematice vlivu prostředí uvnitř zvlákňovacího zařízení na proces elektrostatického zvlákňování. Dosud se dočteme o mnoha úspěších při zvlákňování různých polymerů a o charakteru výsledných vrstev. Další práce a patenty mluví o konstrukčních úpravách elektrod zvlákňovacích zařízení s cílem získat definovanou nanovláknennou vrstvu. Několik málo prací, například Deitzel (2001), mluví o fokusaci svazku nanovláken během zvlákňování. Podle našich pozorování a zkušeností je velmi obtížné vyrobit nanovláknennou vrstvu předem definované struktury bez důkladné znalosti všech, nebo aspoň většiny vlivů na zvlákňování se podílejících.

Základním přínosem práce je vypracování metody měření změn elektrického proudu v čase během zvlákňování. Metoda pro měření elektrických parametrů kapalinové trysky v dynamickém režimu vypovídá o přeměnách a spotřebě energie při zvlákňování. Dále je možné zjistit velikost náboje, který uniká z prostoru zvlákňovacího zařízení.

Z oscilogramů lze snadno zjistit, jak dlouho zvlákňování trvá, zda se chová kapalinová tryska stabilně, či nějakým způsobem pulzuje, kolik elementárních nábojů se procesu účastní v daném okamžiku a jiné závislosti. Proud kapalinovou tryskou je za daných podmínek prakticky konstantní. Lze zkonstruovat inteligentní regulátor výkonu zvlákňování, který pravděpodobně umožní zjednodušit receptury roztoků. Jednodušší receptury roztoků budou zřejmě výhodné v tkáčovém inženýrství, protože rezidua nežádoucích příměsí v nanovláknenné vrstvě budou z biologického hlediska menší.

Potenciál rozvoje metody měření proudu kapalinovou tryskou je značný. Pravděpodobná závislost mezi viskozitou kapalinové trysky a frekvencí koronových výbojů představuje po příslušné kalibraci zárodek principiálně nové „*elektroviskozimetrické*“ metody pro měření viskozity v daném okamžiku na povrchu Taylorova kužele. Na Katedře netkaných textilií je již metoda měření proudu v praxi používána.

Dalším výsledkem je experimentální průkaz rychlé ztráty elektrického náboje kapalinové trysky během zvlákňování. Toto zjištění je velmi důležité pro případné ovlivňování letu vláken a jejich ukládání na kolektor pomocí dalších fyzikálních polí. Přímé a efektivní ovlivňování trajektorie kapalinové trysky elektromagnetickými poli je možné pouze v těsné blízkosti zvlákňovací elektrody, kde kapalinová tryska ještě obsahuje dostatek elektrického náboje. Bohužel, účinek ovládání trajektorie je však prakticky zrušen odporem vzduchu a zejména aerodynamickými účinky elektrického větru, který je zde naprosto dominantní.

Elektrický vítr má velmi významný vliv na zvlákňování. Množství vznikajícího větru a jeho rychlost je přímo závislá na skutečnostech dávno známých z techniky vysokého napětí. Rozvinutí jeho teorie a ovládnutí elektrického větru pro tvorbu vrstev žádané struktury je úkol do budoucna.

Na základě analýzy procesů probíhajících při elektrostatickém zvlákňování jsou v práci uvedena praktická doporučení pro konstrukci zvlákňovacích zařízení. Tato doporučení respektují fyzikální procesy při zvlákňování, na které dosud nebyl brán zřetel (elektrický vítr). Na základě dosud provedených měření je vysloveno praktické pravidlo

pro konstruktéry zvlákňovacích zařízení: *Je-li poměr nejmenších rozměrů zvlákňovacích elektrod menší nebo roven 1:10, lze očekávat značné problémy při ukládání nanovláken na kolektor.* Toto pravidlo však platí pouze za atmosférických podmínek.

Vizualizace dějů ve zvlákňovacím zařízení dokládá významný vliv geometrických rozměrů zvlákňovacích elektrod na proces zvlákňování. Pomocí zařízení pro ultrazvukovou tvorbu vodní mlhy bylo jednoduše znázorněno chování vzdušného proudu uvnitř zvlákňovacího zařízení, který bezesporu unáší vznikající vlákna.

Pomocí Helmholtzových cívek, jež slouží k vytvoření homogenního magnetického pole uvnitř zvlákňovacího zařízení, bylo prokázáno, že magnetické pole Země (a i pole mnohem silnější) nemá prakticky pozorovatelný vliv na trajektorii letu vláken a výsledný charakter nanovlákněné vrstvy. Magnetické vlivy lze proto zanedbat v případných modelech chování kapalinové trysky a při konstrukci zvlákňovacích zařízení. Toto zařízení je možné využít pro zkoumání chování magnetických částic inkorporovaných do nanovláken, protože na samotná nanovlákna nemá magnetické pole makroskopicky pozorovatelný vliv.

Přínosem dizertační práce je vytvoření soustavy na sebe navazujících jednoduchých experimentálních metod, které otvírají nová okna pro zkoumání velmi komplikovaného fyzikálně chemického procesu, kterým je bezesporu elektrostatické zvlákňování. Hnacími silami procesu jsou síly elektrické nebo síly jimi vyvolané. Změny sil, které korespondují s chováním zkoumané hmoty, je možné měřit elektricky a získat tak pomocí běžně používaných přístrojů relevantní data. Experimenty popsané v práci přinášejí principiálně nový pohled na elektrostatické zvlákňování.

Pohled autora práce na elektrostatické zvlákňování přinesl objev vzniku rentgenového záření za atmosférických podmínek během letu kapalinové trysky. Tento velmi zajímavý objev autora se vymyká zaměření práce a byl zpracován spolu s kolegy Lukášem a Mikešem a publikován v *Europhysics Letters* ([A2] Pokorný 2010). Je zde navržena teorie, která vznik záření vysvětluje a zároveň otvírá další cesty ke zkoumání velmi zajímavého a komplikovaného procesu elektrostatického zvlákňování.

6 Závěr

Tato dizertační práce ukazuje nové metody a postupy v odhalování podstaty a vlivu jevů spojených s elektrostatickým zvlákňováním. Otvírá také nové pohledy na řízení tvorby nanovláken.

Cílem dizertační práce bylo prozkoumat a navrhnout další možnosti řízení procesu elektrostatického zvlákňování a určení energie nutné ke zvlákňování. Je zkoumán vliv okolního prostředí na proces a vlivy známé z techniky vysokého napětí spojené s ionizací plynného prostředí, které jsou vázány na geometrické rozměry a uspořádání elektrod zvlákňovacího zařízení.

V rámci dizertační práce byla věnována pozornost problematice měření energetických poměrů kapalinové trysky a z toho vyplývajícího ideového návrhu regulace výkonu zvlákňování. Byl experimentálně vyloučen vliv magnetického pole na proces zvlákňování. Je však nutné poznamenat, že vliv proměnného magnetického pole je prakticky nepozorovatelný pouze pro nemagnetické polymerní roztoky.

Jako podklad pro další teoretické práce je navržen způsob vyhodnocování elektrohydrodynamických jevů na povrchu Taylorova kužele a zjištění závislosti frekvence koronových impulsů na vlastnostech roztoku. Osciloskopický záznam změn proudu v čase dobře koresponduje se záznamem chování Taylorova kužele pomocí rychlokamery.

Výsledky a metody nastíněné v dizertační práci mají bezprostřední pozitivní dopad na praxi elektrostatického zvlákňování. V nejbližší době bude realizována a ověřena konstrukce inteligentního regulátoru výkonu zvlákňování a bude ověřena myšlenka měření viskozity kapaliny v bezprostředním okolí Taylorova kužele pomocí změny frekvence koronových impulsů.

Seznam použité literatury

- Bernard 2008 Benard, N., Balcon, N., Moreau, M.: *Electric wind produced by a surface dielectric barrier discharge operating in air at different pressures: aeronautical control insights*. J. Phys. D: Appl. Phys. **41** (2008) 042002 (5pp), doi:10.1088/0022-3727/41/4/042002
- Berry 1990 Berry, J. P.: US Patent 5024789, 1990
- Boland 2001 Boland, E. D., Wnek, G.E., Simpson, D. G., Palowski, K. J., Bowlin, G. L.: *Tailoring tissue engineering scaffolds using electrostatic procesing techniques: a study of poly(glycolic acid) electrospinning*. J. Macromol. Sci. Pur Appl. Chem. A38 12(2001), pp. 1231-1243
- Bornat 1987 Bornat, A.: *Production of electrostatically spun products*. US Patent 4689186. 1987.
- Brown 1928 Brown, T. T.: *A Method of an Apparatus or Machine for Producing Force or Motion*. British patent No. 300311 (1928)
- Cooley 1902 Cooley, J.F.: *Apparatus for Electrically Dispersing Fluids*, U.S. Patent No. 692631, 1902
- Dao 2010 Dao, T. A., Jirsak, O.: Effect of Sodium Chloride on the needle electrospinning of Poly(vinyl alcohol). In: Nanocon 2009, pp.56, Rožnov pod Radhoštěm, 20.-22.10.2009, (ISBN 978-80-87294-12-3)
- Deitzel 2001 Deitzel, J. M., Kleinmeyer, J., Hirvonen, J. K. Beck, T. N. C.: *Controlled deposition of electrospun poly(ethylene oxide) fibers*. Polymer 42 (2001), pp. 8163-8170.
- Fong 2001 Fong, H., Reneker, D. H.: *Electrospinning and formation of nanofibers*. In: D. R. Salem, Editor, Structure formation in polymeric fibers, Hanser, Munich (2001), pp. 225-246.
- Formhals 1934 Formhals, A. *Process and apparatus for preparing artificial threads*, US Patent, 1,975,504 (1934).
- Fridrikh 2003 S.V. Fridrikh, J.H. Yu, M.P. Brenner, G.C. Rutledge, *Controlling the Fiber Diameter during Electrospinning*, Physical Review Letters, Vol. 90, No. 14, (2003), pp. 144502-1 – 144502-4
- Grigoriev 1984 Grigoriev, A.I., Sinkevich, O.A., *A mechanism of St. Elmo's fire*, Sov. Phys. Tech. Phys. 29 (7), July 1984
- Hassdenteufel 1978 Hassdenteufel, J., Dubský, J., Rapoš, M., Šandera, J.: *Elektrotechnické materiály*, ALFA Bratislava se SNTL Praha, 2. vydání 1978
- Hazuchová 2010 Hazuchová, A.: *Měření dynamických parametrů při elektrostatickém zvlákňování*, Diplomová práce, Fakulta textilní, Fakulta mechatroniky, informatiky a mezioborových studií, Technická univerzita v Liberci, 2010
- Honys 1998 Honys, V.: *Bezpečná elektrotechnika*, IN-EL Praha, 1998, ISBN 80-9002333-7-6
- Huang 2003 Huang, Z. M., Zhang, Y. Z., Kotaki, M., Ramakrishna, S.: *A rewiew on polymer*

- nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites*. Composites Science and Technology, Volume 63, Issue 15, November 2003, Pages 2223-2253
- Chvojka 2008 Chvojka, T.: *Závislost průhybu trysky polymerního roztoku na vnějším pomocném poli při elektrostatickém zvlákňování*, Diplomová práce, Fakulta textilní, Fakulta mechatroniky a mezioborových studií, Technická univerzita v Liberci, 2008
- Jirsák 2005 Jirsák, O., Sanetník, F., Lukáš, D., Kotek, V., Martinová, L., Chaloupek, J.: *A Method of Nanofibres Production from Polymer Solution Using Electrostatic Spinning and a Device for Carrying Out the Method*, U.S. Patent No. WO2005024101, 2005
- Kozlov 2007 B. A. Kozlov, V. I. Solovyov.: *Electric Wind in Electrode Systems with Corona Points*, Technical Physics, Vol. 52, No. 7, (2007), pp. 892-897, ISSN 1063-7842
- Kubánek 2010 Kubánek, T.: *Ověření výsledků měření průběhu elektrického proudu kapalinovou tryskou při elektrostatickém zvlákňování a rozšíření měření na jiné polymerní materiály*, Diplomová práce, Fakulta textilní, Fakulta mechatroniky, informatiky a mezioborových studií, Technická univerzita v Liberci, 2010
- Lukáš 2008 Lukas, D., Sarkar, A., Pokorny, P.: *Self organisation of jets in electrospinning from free liquid surface : A generalized approach*, Journal of Applied Physics, Vol. 103, No. 8, 15 April 2008.
- Lukáš 2009 Lukáš, D., Sarkar, A., Martinová, L., Vodsedálková, K., Lubasová, D., Chaloupek, J., Pokorný, P., Mikeš, P., Chvojka, J., Komárek, M.: *Physical principles of electrospinning*, Textile progres, Vol. 41, No. 2, 2009, 59 – 140, ISBN-13:978-0-415-55823-5
- Lysenko 2008 Lysenko, V.: *VN zdroje*, BEN – technická literarura, Praha 2008, ISBN 978-80-7300-235-0
- Mathews 2002 Matthews, J. A., Wnek, G. E., Simpson, D. G., Bowlin, G. L.: *Electrospinning of Collagen Nanofibers*, Biomacromolecules 3 2(2002), pp. 232-238
- Morton 1902 Morton, W.J.: *Method of Dispersing Fluids*, U.S. Patent No. 705 691, 1902
- Petržilka 1956 Petržilka, V., Šafrata, St., *Elektrina a magnetismus.*, Nakladatelství ČSAV, Praha 1956, č.j. 82.856/53-A/4
- Pokorny 2010 Pokorny, P., Košek, M., Richter, A.: *Effect of Electrical Field Distribution in Electrospinning, Computational problems of electrical engineering*. Plzeň : University of West Bohemia, 2010. ISBN 978-80-7043-899-2.
- Ramakrishna 2005 S. Ramakrishna, K. Fujihara, W.E. Teo, T.CH. Lim, Z. Ma: *An Introduction to Electrospinning and Nanofibers*. 1st edition. [s.l.]: World Scientific, 2005, 382 s. ISBN 981-256-415-2
- Reneker 2008 Reneker, D.H., Yarin, A.L.: *Electrospinning jets and polymer nanofibers*, Polymer 49 (2008) 2387-2425
- Růžičková 2006 Růžičková, J.: *Elektrostatické zvlákňování nanovláken*, Skriptum, Technická univerzita v Liberci, 2006, ISBN 80-7372-066-3
- Sedlák 2002 Sedlák, B., Štoll, I.: *Elektrina a magnetismus*, ACADEMIA Praha, 2002, ISBN 80-200-1004-1
- Shenoy 2005 Shenoy, S.L. Bates, W.D. Frisch, H.L. Wnek, G.E.: *Role of chain entanglements on fiber formation during electrospinning of polymer solutions: good solvent, non-specific polymer–polymer interaction limit*, Polymer, 46, 3372-3384 (2005)
- Sirotinský 1956 Sirotinský, L. I. a kol.: *Technika vysokého napětí*, SNTL Praha 1956
- Taylor 1969 Taylor, G. F. Van Dyke, M.D.: *Electrically driven jets*, Proc. Roy. Soc. A, 313, 453-475 (1969).
- Theron 2001 Theron, A., Zussman, E., Yarin, A. L.: *Electrostatic field-assisted alignment of electrospun nanofibers*. Nanotechnology 12 (2001), pp. 384-390
- Theron 2005 Theron, S.A. Yarin, A.L. Zussman, E.: *Multiple jets in electrospinning: experiment and modelling*, Polymer, 46, 2889-2899 (2005).

- Truhanová 2008 Truhanová, A.: *Průběh elektrického proudu vláknem polymerního roztoku při elektrostatickém zvlákňování*, Diplomová práce, Fakulta textilní, Fakulta mechatroniky, informatiky a mezioborových studií, Technická univerzita v Liberci, 2008
- Yarin 2004 Yarin, A.L. Zussman, E.: *Upward needleless electrospinning of multiple nanofibers*, Polymer, 45, 2977-2980 (2004).
- Yu 2006 Yu J.H., Fridrikh S.V., Rutledge G.C.: *The role of elasticity in the formation of electrospun fibers*, Polymer 47 (2006), pp. 4789-4797
- Zeleny 1914 Zeleny, J.: *The electrical discharge from liquid points, and a hydrostatic method of measuring the electric intensity at their surface*, Physical Review, 3, 69-91 (1914).

Vlastní publikace a pedagogická činnost

Články v časopisech

- [A1] D. Lukas, A. Sarkar, and P. Pokorny.: Self organisation of jets in electrospinning from free liquid surface : A generalized approach, Journal of Applied Physics, Vol. 103, No. 8, 15 April 2008.
- [A2] P.Pokorny, P.Mikes, D.Lukas,: Electrospinning jets as X-ray sources at atmospheric conditions, EPL, 92 (2010) 47002, November 2010, doi: 10.1209/0295-5075/92/47002

Monografie

- [B1] D. Lukas, A. Sarkar, L. Martinova, K. Vodsedalkova, D. Lubasova, J. Chaloupek, P. Pokorny, P. Mikes, J. Chvojka and M. Komarek: Physical principles of electrospinning (Electrospinning as a nano-scale technology of the twenty-first century), Textile Progress/ Taylor&Francis, Vol. 41, No. 2, 2009, 59-140, pp. 116-123, ISBN – 13: 978-0-415-55823-5, Chapter 7.1

Konferenční příspěvky

- [C1] L. Martinova, P. Pokorný: *Crosslinking of nanofibers using ultrasonic generated mist*, In:10th Meeting of the European Society of Sonochemistry, Juny 4-8,Hamburg, (2006) Germany.
- [C2] V. Soukupova, P. Pokorny, Z.Hejgrlikova: Electrical Properties of Nonwoven Fabrics Containing Liquid, International Conference on Technical Textiles November 11-12, 2006 IIT Delhi.
- [C3] V. Chugh, A. Sarkar, P. Pokorny, D. Lukas: Disintegration of liquid drops and bilateral electrospinner, 13th International conference STRUTEX 2006, Liberec Nov. 2006, ISBN 80-7372-135-X
- [C4] L. Meszaros, E. Kostakova, P. Pokorny, G. Romhány: *Nanotubes' separation by means of ultrasound for nanocomposite materials' production*, 13th International conference STRUTEX 2006, Liberec Nov. 2006, pg-353-358, ISBN 80-7372-135-X
- [C5] D. Lukas, A. Sarkar, P. Pokorny, F. Sanetnik: *Physical principles of needleless Electrospinning*, In: Nano for the 3rd millennium, Prague, October 2007, 47-52, ISBN 978-80-254-0476-8.
- [C6] E. Kostakova, M. Kosturikova, P. Pokorny, D. Lukas: *Electrospun nanofibrous threads for medicine*, 6th International Conference TexSci 2007, Book of Abstracts, 2007, ISBN 978-80-7376-207-4
- [C7] P. Pokorny, L. Martinova, J. Erhart: Construction of pilot plant continual equipment for nebulization of nanofibers sheets, Polecer Conference Piezo 2007, Piezoelectricity for end users III, Book of Abstracts, 2007, ISBN 978-80-7372-167-1
- [C8] P. Pokorny, P. Mikeš, D. Lukáš: *Exceptional features of electrospinning*, NANOCON 2009, Roznov pod Radhostem, Czech Republic, Oct. 2009, ISBN 978-80-87294-12-3

- [C9] Pokorný, P., Košek, M., Richter, A.: *Effect of Electrical Field Distribution in Electrospinning, Computational problems of electrical engineering*. Plzeň : University of West Bohemia, 2010. ISBN 978-80-7043-899-2.
- [C10] P. Mikes, D. Lukas, P. Pokorný: *Detection of radiation during electrospinning*, Autex conference, Izmir Turkey 2009
- [C11] Lukas D. Mikes P. Pokorný P. Vodsedalkova K. CHvojka J.: *Needleless electrospinning from tiny Liquid layers; NANOSPIDER TM method*, In: Nanofibers for the 3th millennium, Prague, March 2009, 22-25, (ISBN 978-80-254-3994-4).
- [C12] Pokorný, P., Jirsák, O.: *Measurement of electric current during electrospinning*, in Proceedings of TexSci 2010 Collective of authors, Technical University in Liberec September 2010, Publication Number 55-080-10, ISBN 978-80-7372-638-6
- [C14] Mikes, P., Pokorný, P., Trojek, T., Čechák, T., Lukas, D.: *High Energy Radiation Emitted From Nanofibers*, in Proceedings of TexSci 2010 Collective of authors, Technical University in Liberec September 2010, Publication Number 55-080-10, ISBN 978-80-7372-638-6
- [C15] Pokorný, P., Mikes, P., Vyslouzilova, L., Hazuchova, A., Lukas, D.: *Relaxation Time of Electrospinning*, in Proceedings of the International Conference of the Czech Society of Biomechanics, Human Biomechanics 2010, Sychrov, Czech Republic, October 4-6, 2010, Number Publication: 55-090-10, ISBN 978-80-7372-648-5
- [C16] Kromka, A., Babchenko, O., Rezek, B., Martinova, L., Pokorný, P.: *Making Diamond Nanostructures from Textile Nanofiber Composites*, Workshop – Surface and bulk defects in CVD diamond films XV, (2010, 22-24 February), Diepenbeek-Hasselt, Belgium, poster 5.68, p. 121. <http://www.imo.uhasselt.be/SBDD2010/>
- [C17] Mikes, P., Pokorný, P., Lukas, D.: *Deposition and filtering of radon progeny driven by electrospinning*, in NANOCON 2010 – Conference Proceedings, Different Authors, Oct 12th – 14th 2010 Olomouc, Czech Republic, TANGER Ltd. Ostrava, Czech Republic, ISBN 978-80-87294-18-5
- [C18] Pokorný, P., Mikes, P., Lukas, D.: *Measurement of electric current in liquid jet*, in NANOCON 2010 – Conference Proceedings, Different Authors, Oct 12th – 14th 2010 Olomouc, Czech Republic, TANGER Ltd. Ostrava, Czech Republic, ISBN 978-80-87294-18-5

Užitné vzory a patenty

- [D1] P. Pokorný, E. Košťáková, D. Lukáš: *Zařízení pro výrobu nanovláken elektrostatickým zvlákněním*, užitný vzor, číslo zápisu: 18094, číslo přihlášky: 2007-19250, majitel: Technická univerzita v Liberci, Patentová kancelář: Ing. Dobroslav Musil, Cejl 38, Brno, 602 00, datum zápisu: 11.12.2007
- [D2] O. Jirsák, F. Sanetník, O. Novák, P. Pokorný, L. Mareš: *Cigaretový filtr a způsob jeho výroby*, patent č. 298 892, číslo přihlášky 2005-670, uděleno 24.01.2008, majitel: Elmarco s.r.o., Liberec 9, CZ, Patentová kancelář: Ing. Dobroslav Musil, Cejl 38, Brno, 602 00.
- [D3] P. Pokorný, L. Martinová: *Kontinuální nebulizér*, užitný vzor, číslo zápisu: 19636, číslo přihlášky: 2009-21047, majitel: Technická univerzita v Liberci, Patentová kancelář: Ing. Dobroslav Musil, Cejl 38, Brno, 602 00, datum zápisu: 18.05.2009
- [D4] D. Lukas, J. Ruzickova, E. Kostakova, O. Novak, P. Pokorný, J. Briestensky, L. Samek, *Collecting electrode of the device for production of nanofibres through electrostatic spinning of polymer matrices and device comprising this collecting electrode*, Luis Internationale Patent Office, Taiwan, No. 97139695, 2008.
- [D5] E. Amler, A. Míčková, R. Jakubová, M. Plencner, E. Prosecká, E. Filová, M. Rampichová, I. Pokorný, D. Lukáš, L. Martinová, E. Košťáková, P. Pokorný: *Dutá vlákna obohacená liposomy*, užitný vzor, číslo zápisu: 19818, číslo přihlášky: 2009-21123, majitel: Student Science, s.r.o. , Horní Podluží, CZ, Nanopharma, a. s., Praha, CZ, Ústav experimentální medicíny AV ČR, v.v.i., Praha, CZ, Technická univerzita v Liberci, Liberec, CZ, Advokátní, znalecká a patentová kancelář, Mgr. Václav Karliček, Vinohradská 6, Praha 2, 12000, datum

zápisu: 07.07.2009

- [D6] Užitečný vzor. Číslo dokumentu: 20291 – *Kolagen/fibrinová síť s nanovlákný z polykaprolaktonu*. Úřad průmyslového vlastnictví. Zapsáno: 30.11.2009; Přihlášeno: 17.4.2009., Přihlašovatel: Student Science, s.r.o., Nanopharma a.s., Ústav experimentální medicíny AV ČR, v.v.i., Technická univerzita v Liberci., Původce: Amler, E. - Míčková, A. - Jakubová, R. - Plencner, M. - Prosecká, E. - Filová, E. - Rampichová, M. - Pokorný, I. - Lukáš, D. - Martinová, L. - Košťáková, E. - Pokorný P.
- [D7] Užitečný vzor. Číslo dokumentu: 20292 – *Síťka z polykaprolaktonu nebo z polyglykolové kyseliny nebo ze směsi kyseliny polymléčné a polyglykolové s nanovlákný*. Úřad průmyslového vlastnictví. Zapsáno: 30.11.2009; Přihlášeno: 17.4.2009., Přihlašovatel: Student Science, s.r.o., Nanopharma a.s., Ústav experimentální medicíny AV ČR, v.v.i., Technická univerzita v Liberci., Původce: Amler, E. - Míčková, A. - Jakubová, R. - Plencner, M. - Prosecká, E. - Filová, E. - Rampichová, M. - Pokorný, I. - Lukáš, D. - Martinová, L. - Košťáková, E. - Pokorný P.
- [D8] Užitečný vzor. Číslo dokumentu: 20293 – *Nanovláknenná síťka s nanovlákný s dotovanými liposomy*. Úřad průmyslového vlastnictví. Zapsáno: 30.11.2009; Přihlášeno: 17.4.2009. Přihlašovatel: Student Science, s.r.o., Nanopharma a.s., Ústav experimentální medicíny AV ČR, v.v.i., Technická univerzita v Liberci., Původce: Amler, E. - Míčková, A. - Jakubová, R. - Plencner, M. - Prosecká, E. - Filová, E. - Rampichová, M. - Pokorný, I. - Lukáš, D. - Martinová, L. - Košťáková, E. - Pokorný P.
- [D9] Užitečný vzor. Číslo dokumentu: 20346 – *Síťka obohacená nanovlákný z polykaprolaktonu nebo ze směsi kyseliny polymléčné a polyglykolové či polyvinylchloridu s adheřovanými liposomy*. Úřad průmyslového vlastnictví. Zapsáno: 9.12.2009; Přihlášeno: 17.4.2009., Přihlašovatel: Student Science, s.r.o., Nanopharma a.s., Ústav experimentální medicíny AV ČR, v.v.i., Technická univerzita v Liberci., Původce: Amler, E. - Míčková, A. - Jakubová, R. - Plencner, M. - Prosecká, E. - Filová, E. - Rampichová, M. - Pokorný, I. - Lukáš, D. - Martinová, L. - Košťáková, E. - Pokorný P.
- [D10] NANOPEUTICS s.r.o., Technical University of Liberec, ELMARCO s.r.o.: *Collecting electrode of the device for production of nanofibres through electrostatic spinning of polymer matrices, and device comprising this collecting electrode*. Původci: Lukáš D, Růžičková J, Košťáková E, Novák O, Pokorný P, Bristenský J Samek L, IPC: D01D 5/00. World Intellectual Property Organization, International application (PCT), Int. Appl. Num: PCT/CZ2008/000123. Publ. Num. WO2009/049564 A2. 2009-04-23.

Zaznamenané ohlasy

D. Lukas, A. Sarkar, and P. Pokorny.: *Self organisation of jets in electrospinning from free liquid surface : A generalized approach*, Journal of Applied Physics, Vol. 103, No. 8, 15 April 2008, **Times Cited: 17**