

STUDIUM HLADINOVÉHO ELEKTROSTATICKEHO ZVLÁKŇOVÁNÍ

J. Kula, M. Tunák, D. Lukáš, A. Linka

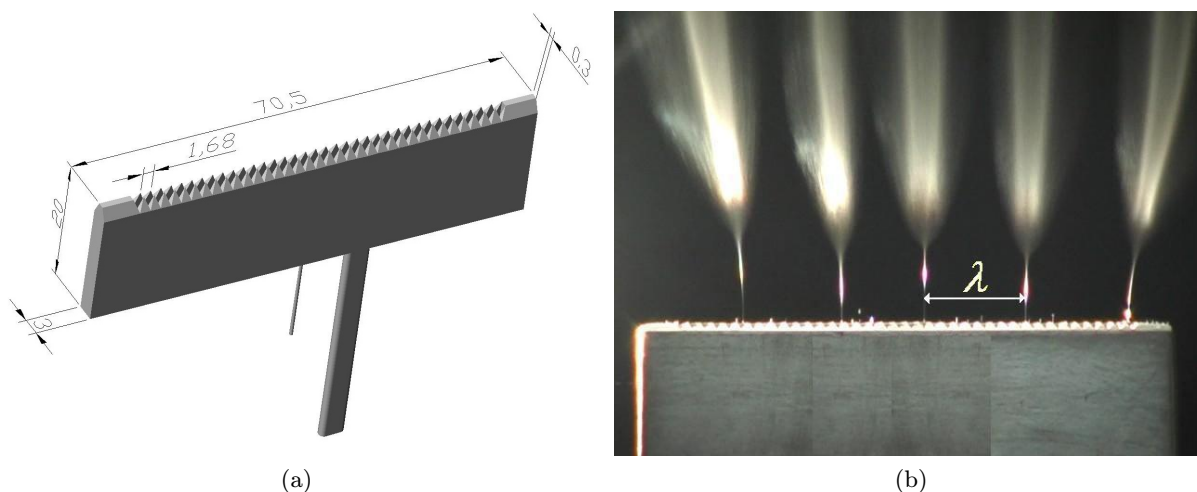
Technická Univerzita v Liberci

Abstrakt

V posledních letech se uplatňuje výroba netkaných, nanovlákných vrstev, metodou hladinového elektrostatického zvlákňování. Při tomto způsobu vlákna vznikají pod vlivem vnějšího elektrostatického pole přímo z hladiny polymerního roztoku. Místo vzniku tzv. trysek se zdá být nahodilé, přesto se řídí jistými fyzikálními zákony, které popisuje nová teorie hladinového zvlákňování. K jejímu ověření byla učiněna série experimentů na speciálním přípravku. K určení polohy trysek bylo zvoleno optické snímání procesu a následná analýza obrazových dat prostřednictvím vývojového prostředí Matlab.

Princip hladinového zvlákňování

Elektrostatické zvlákňování umožňuje výrobu textilních vláken o průměrech v řádu stovek nanometrů. Tato vlákna jsou používána v netkaných textilních vrstvách a jsou vhodná v aplikacích jako je tkáňové inženýrství, řízené dávkování léčiv, tepelné, hlukové filtry a další. Jev, během kterého dochází k vzniku takto jemných vláken, je založen na aplikaci vysokého napětí v okolí polymerního roztoku. Tvarové změny, které lze na kapičce roztoku pozorovat, způsobí při určité intenzitě elektrického pole zánik její soudržnosti a vznik trysek, prostřednictvím kterých dochází k transportu materiálu mezi kapilárou a kolektorem. Chování kapky na ústí kapiláry ve vnějším elektrostatickém poli bylo popsáno již na začátku druhé poloviny minulého století [4]. Produktivita zvlákňování pomocí kapiláry, nebo soustavy kapilár je z průmyslového hlediska nedostatečná. Snaha o její zvýšení vedla k poznání, že trysky mohou vznikat také z hladiny, která je téměř rovná. Na moderních strojích je proto používána tzv. metoda zvlákňování z volné hladiny polymeru. Při tomto způsobu výroby nanovláken dochází k tvorbě trysek na povrchu rotujícího válce, smáčeného roztokem polymeru. Trysky, ze kterých cestou ke kolektoru vlákna vznikají, se mohou objevovat nahodile v kterémkoli místě hladiny. Pro potřeby teorie hladinového zvlákňování [1] a jejího experimentálního ověření byl uvažován zjednodušený případ v tom smyslu, že hladina polymeru byla sevřena mezi dvě kovové destičky pomocí tzv. lištového spinneru.



Obrázek 1: Model a snímek lištovém spinneru, λ značí vzdálenost sousedních trysek [mm].

Lištový spinner umožňuje dosáhnout lineární, téměř jednorozměrné hladiny, na které dochází k samoorganizaci trysek pouze v rovině spinneru. Pohyb hladiny do ostatních směrů je takřka dokonale potlačen. Vertikální zvlnění hladiny je popsáno obecnou rovnicí postupného vlnění, tedy reálnou částí komplexní proměnné ξ :

$$\xi_{(x,t)} = Ae^{i(\omega t - kx)}, \quad (1)$$

kde A, ω, k, t představují amplitudu, úhlovou frekvenci, vlnočet a čas. Teorie samoorganizace trysek na volné hladině polymeru vychází kromě vztahu (1) také z dispersního zákona pro čtverec úhlové frekvence jednorozměrné vlny pod vlivem elektrického a gravitačního pole:

$$\omega^2 = (\rho g + \gamma k^2 - \varepsilon E_0^2 k) \frac{k}{\rho}, \quad (2)$$

kde $\rho, g, \gamma, k, \varepsilon, E_0$ je hustota, gravitační zrychlení, povrchové napětí, vlnočet, permitivita, intenzita elektrického pole. Z rovnice (2) vyplývá, že při dostatečném zvýšení intenzity el. pole bude $\omega^2 < 0$. V takovém případě je ω komplexní číslo a po dosazení do (1) budeme rovnici psát ve tvaru:

$$\xi_{(x,t)} = Ae^{\omega t} e^{i(kx)}. \quad (3)$$

Úhlová frekvence tak změnila svůj fyzikální význam. Ztráta časového parametru v druhém exponentu znamená přechod od postupného vlnění k vlnění stojatému s bezmezně rostoucí, časově závislou amplitudou $Ae^{\omega t}$. Metoda určení E_0 , hodnoty kritické intenzity el. pole, při které nastává zkoumaný jev, je v teorii rovněž popsána.

Aparatura

Experimentální zařízení sestává z uzemněného lištového spinneru orientovaného tak, aby hladina polymeru směřovala vzhůru ke kolektoru. Kolektor je železná deska kruhového tvaru o průměru 150mm. Vzdálenost mezi kolektorem a hladinou na spinneru je 70mm. Na kolektor je přivedeno napětí v rozsahu 0-50kV, které je možné na zdroji mechanickým potenciometrem regulovat. Zásobu polymeru ve spinneru udržuje injekční pumpa. Proces je snímán běžnou *miniDV* kamerou. Napětí elektrod sleduje převodník *napětí* \rightarrow *frekvence*, jehož výstup je zpracováván zvukovou kartou PC.

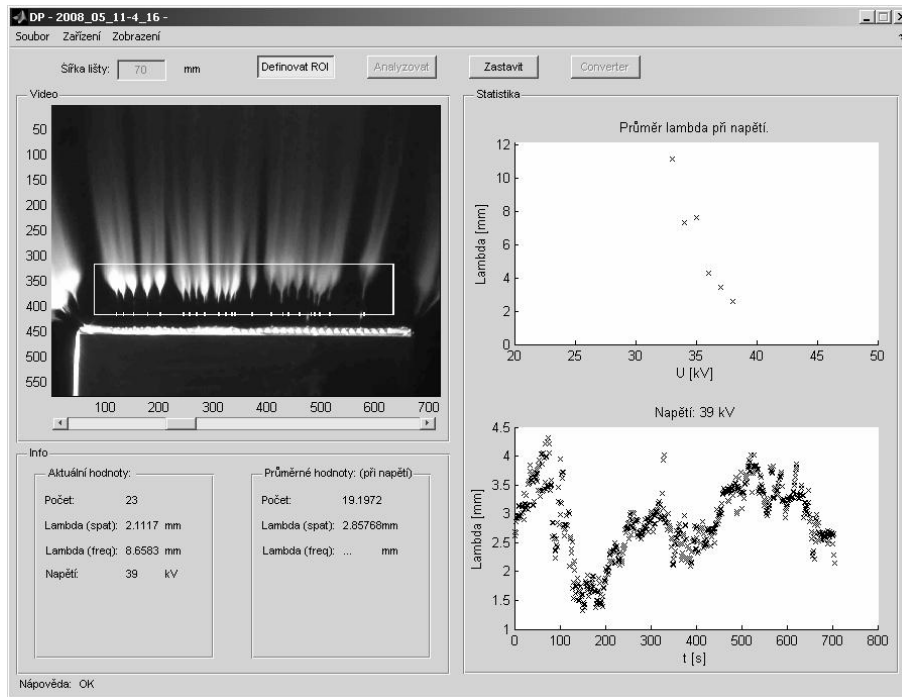
Programové vybavení

Byla sestavena samostatná aplikace s grafickým uživatelským rozhraním, vytvořeným pomocí GUIDE, která umožňuje sledování aktuálně zpracovávaných dat v reálném čase, nebo také ze záznamu experimentu.

Algoritmy provádějí detekci části obrazu s vysokou informační hodnotou s ohledem na počet trysek, nalezení měřítka pro přepočtení obrazových rozměrů do rozměrů skutečných, zjištění polohy trysek a sledování aktuálního napětí mezi elektrodami.

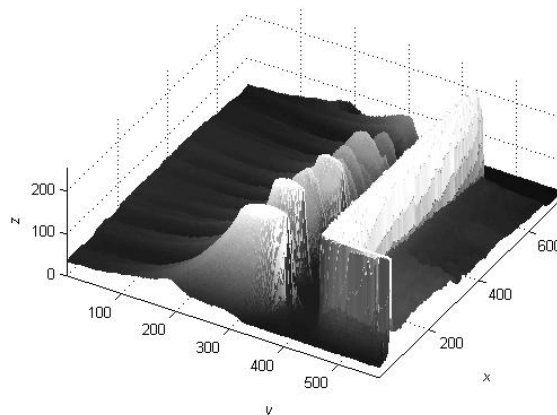
Nalezení oblasti, která bude analyzována, je provedeno automaticky po spuštění analýzy a poté vždy když nejsou získány relevantní výsledky z algoritmu pro zjištění polohy trysek. Oblast zájmu pokrývá horní část spinneru, hladinu polymeru a zhruba centimetrový pruh nad hladinou, kde dochází k vývoji trysek. Důležité je určení šíře spinneru, která později slouží k výpočtu skutečného rozměru λ . Poloha oblasti zájmu je určena z jasového profilu celého vstupního obrazu. Úspěšně nalezená oblast, ve které bude provedeno měření, je v náhledu na scénu označena bílým obdélníkem. Algoritmus je poměrně úspěšný, nicméně občasné odlesky světla reflektorů od hladiny polymeru mohou způsobit jeho selhání. Automatickou detekci je proto možné jednoduše vyřadit a definovat oblast kurzorem myši.

Jádro celé aplikace tvoří algoritmus pro nalezení polohy trysek. Tento algoritmus zpracovává už jen danou část scény. Na jeho vstupu je provedena lokální segmentace a morfologická

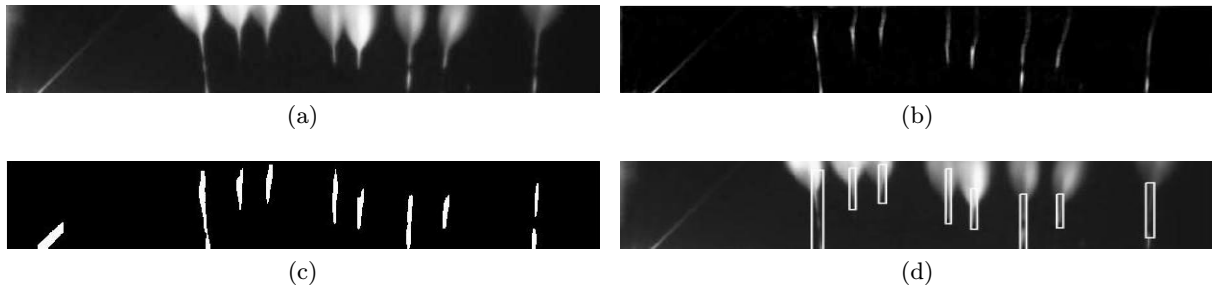


Obrázek 2: Hlavní okno aplikace. V horní části panel nabídek a tlačítka pro ovládání záznamu. Vlevo náhled na zpracovávaný obraz, v ostatních částech okna jsou textové a graficky znázorněny průběžné statistické údaje.

top-hat transformace, které společně zajišťují korekci nestejnomyerného osvětlení trysek. Dalšími morfologickými operacemi a rekonstrukcí nevýrazných trysek jsou relevantní objekty odděleny od pozadí. Výpočtem geometrických vlastností objektů jsou získány souřadnice jednotlivých trysek podle vodorovné osy spinneru. Detekované trysky jsou v náhledovém okně aplikace označeny bílými značkami, jak je vidět v levé horní části obrázku 2. Před uložením je k souřadnicím přiřazena hodnota aktuálního napětí, která je asynchronně vypočtena pomocí Fourierovy transformace z tónu, který přichází na linkový vstup zvukové karty.



Obrázek 3: Prostorové zobrazení jasových úrovní obrazu. Hodnota jasu v každém bodě je promítnuta do osy z. Pohled je umístěn 30° nad rovinu x, y a je otočený podle osy z o 38° od vodorovné osy x.



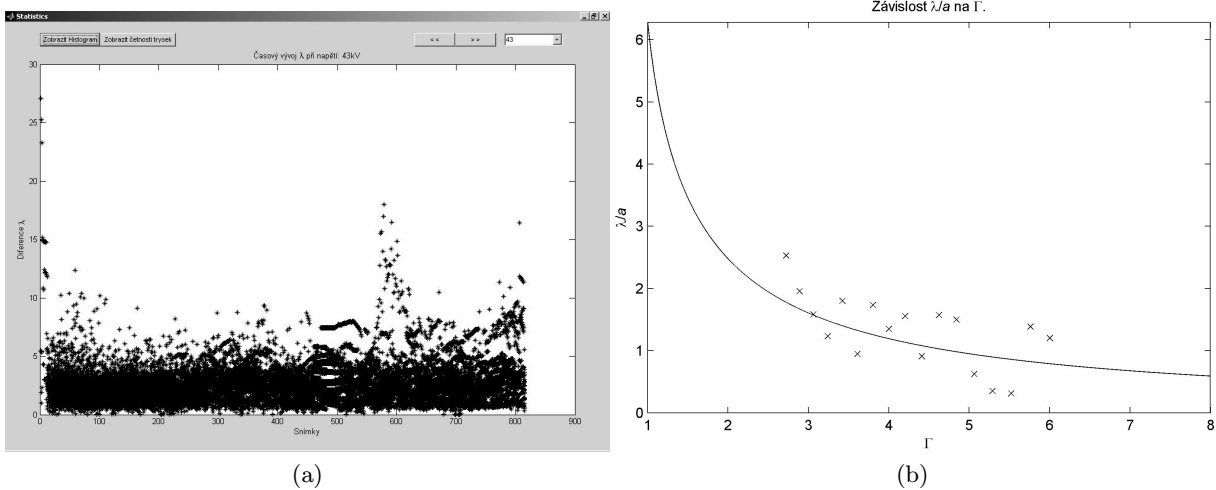
Obrázek 4: Některé fáze detekce polohy trysek: (a) výřez vstupního obrazu; (b) tophat transformace; (c) lokální segmentace a další morfologické operace; (d) zvýraznění detekovaných trysek bílými obdélníky.

Aplikace během analýzy experimentu vykresluje z dostupných informací dva grafy. Jeden pro průměrnou hodnotu λ při aktuálním napětí. Druhý ukazuje vývoj λ při změně napětí, jak je vidět v pravé dolní části obrázku 2. Po skončení experimentu je možné uloženými daty pohodlně procházet a pomocí diagramu zobrazit všechny hodnoty λ , které byly při aplikaci konkrétního napětí detekovány. Naměřená data lze též porovnat s teoreticky předpovězenou křivkou (viz. obrázek 5b). Na obrázku 5b jsou současně zobrazena pořizovaná data a teoreticky předpovězená křivka vypočtená podle rovnic:

$$\Gamma = \frac{a\varepsilon E_0^2}{2\gamma} \quad (4)$$

$$\frac{\lambda}{a} = \frac{3\pi}{\Gamma + \sqrt{(\Gamma^2 - 3/4)}}, \quad (5)$$

ve kterých a , ε , E_0 , γ , Γ představují kapilární délku, permitivitu prostředí, kritickou hodnotu intenzity elektrického pole, povrchové napětí a tzv. elektrospiningové číslo.



Obrázek 5: Naměřená data. (a) Zobrazení všech zjištěných rozestupů mezi tryskami při konstantním napětí. Na vodorovné ose jsou vyneseny snímky zachycené při napětí 43kV. V každém snímku byly zjištěny vzájemné rozestupy trysek – ty jsou vyneseny na ose svislé jako jednotlivé body. (b) Porovnání výsledků (body) s teoretickou předpovědí (křivka, která odpovídá fyzikální podstatě experimentu podle rovnice (5)).

Závěr

Pro potřeby ověření teorie hladinového zvlákňování byla sestavena měřicí aparatura a aplikace pro analýzu obrazových dat. S pomocí těchto prostředků byly prováděny experimenty, jejichž hlavním cílem bylo ověření závislosti vzájemné polohy trysek na intenzitě elektrostatického pole mezi uzemněným spinnerem a nabitým kolektorem. Přestože je elektrospinning velmi nestabilní jev, aplikace postavená na platformě Matlab dovolila zpracování velkého množství dat, ze kterého bylo možné statisticky určit chování pozorovaného systému. Rozestupy λ skutečně vykazují závislost na napětí podle rovnice (5) a první experimenty tak pravděpodobně potvrzují hypotézu hladinového elektrostatického zvlákňování. S využitím Image Acquisition Toolboxu a Data Acquisition Toolboxu je aplikace schopna pracovat s téměř jakoukoli kamerou a zvukovou kartou. Aplikace proto není vázána na konkrétní hardware a její nasazení v laboratoři spočívá pouze v kalibraci zařízení.

Reference

- [1] Lukas D., Sarkar A., Pokorny P.: *Self organization of jets in electrospinning from free liquid surface – a general approach*, Journal of Applied Physics, 103, 8, 15. duben 2008.
- [2] Jirsák O., *Method of Nanofibres Production From A Polymer Solution Using Electrostatic Spinning And A Device For Carrying Out the Method*: Jirsák O., Sanetrník F., Lukáš D., Kotek V., Martinová L., Chaloupek J. Int.Cl.: H05B 7/00. United States Patent, 264/465; 264/468. Sep-8-2004.
- [3] Gonzalez, R., Woods, R.: *Digital Image Processing*, Prentice Hall, 2002, ISBN 0-201-18075-8
- [4] Ramakrishna, S., Fujihara K., Teo W., Lim T., Ma, Z.: *An Introduction to Electrospinning and Nanofibers*, World Scientific Publishing, 2005.

J. Kula
Katedra Hodnocení Textilí
Technická Univerzita v Liberci
Studentská 2
461 17 Liberec
e-mail: jiri.kula@tul.cz
tel.: 48 5353465